RECOMMANDATION INTERNATIONALE

OIML R 100-1

Edition 2013 (F)

Systèmes de spectromètres d'absorption atomique pour la mesure des polluants métalliques

Partie 1 : Exigences métrologiques et techniques

Atomic absorption spectrometer systems for measuring metal pollutants

Part 1: Metrological and technical requirements

OIML R 100-1 Edition 2013 (F)

ORGANISATION INTERNATIONALE DE METROLOGIE LEGALE

INTERNATIONAL ORGANIZATION OF LEGAL METROLOGY

Sommaire

Avant-propos....4

1 Objet....5

2 Application....5

3 Termes et définitions (Terminologie)....6

4 Description de l'instrument....7

5 Exigences métrologiques....9

6 Exigences techniques....14

7 Instructions pratiques....15

8 Contrôles métrologiques....15

Références....17

Annexe A – Solutions étalons de référence....18

Avant-propos

L'Organisation Internationale de Métrologie Légale (OIML) est une organisation intergouvernementale mondiale dont l'objectif principal est d'harmoniser les réglementations et contrôles métrologiques mis en œuvre par les services nationaux de métrologie, ou organismes apparentés, de ses Etats Membres. Les principales catégories de publication de l'OIML sont:

- **Les Recommandations Internationales (OIML R)**, qui sont des modèles de réglementations fixant les caractéristiques métrologiques d'instruments de mesure et les méthodes et moyens de contrôle de leur conformité; les États Membres de l'OIML doivent, dans la mesure du possible, mettre en application ces Recommandations;

- **Les Documents Internationaux (OIML D)**, qui sont de nature informative et destinés à harmoniser et à améliorer le travail dans le domaine de la métrologie légale;

- **Les Guides Internationaux (OIML G)**, qui sont aussi de nature informative et qui sont destinés à donner des directives pour la mise en application de certaines exigences de métrologie légale;

- **Les Publications Internationales de Base (OIML B)**, qui définissent les règles de fonctionnement des différentes structures et systèmes OIML.

Les projets de Recommandations, Documents et Guides OIML sont élaborés par des Groupes de Projets reliés à des Comités Techniques ou Sous-Comités composés de représentants d'États Membres OIML. Certaines institutions internationales et régionales y participent également à titre consultatif. Des accords de coopération ont été conclus entre l'OIML et certaines institutions, telles que l'ISO et la CEI, pour éviter des prescriptions contradictoires. En conséquence, les fabricants et utilisateurs d'instruments de mesure, les laboratoires d'essais, etc. peuvent appliquer simultanément les publications OIML et celles d'autres institutions.

Les Recommandations Internationales, Documents et Guides sont publiés en français (F) et en anglais (E) et sont révisés périodiquement.

De plus l'OIML publie ou participe à la publication de **Vocabulaires (OIML V)** et mandate périodiquement des Experts en métrologie légale pour rédiger des **Rapports d'Expert (OIML E)**. Les Rapports d'Expert sont destinés à fournir des informations et des conseils, et reflètent uniquement le point de vue de leur auteur, en dehors de toute participation d'un Comité Technique ou d'un Sous-Comité, ou encore du CIML. Ainsi, ils ne reflètent pas nécessairement l'opinion de l'OIML.

La présente publication – référence OIML R 100-1:2013 (F) – a été développée par le Sous-comité technique OIML TC 16/SC 2/p 2 *Pollution de* l'eau. Elle a été approuvée pour publication définitive par le Comité International de Métrologie Légale lors de la 48ème Réunion à Ho Chi Minh Ville, Viet Nam, en octobre 2013. Elle sera soumise à la Conférence Internationale de Métrologie Légale en 2016 pour sanction formelle. La OIML R 100 est publiée en trois parties : Partie 1 : Exigences métrologiques et techniques, Partie 2 : Procédures d'essais et Partie 3 : Format du rapport d'essai.

Les Publications de l'OIML peuvent être téléchargées depuis le site internet de l'OIML sous la forme de fichiers PDF. Des informations complémentaires sur les Publications OIML peuvent être obtenues au siège de l'Organisation:

Bureau International de Métrologie Légale
11, rue Turgot - 75009 Paris - France
Téléphone: 33 (0)1 48 78 12 82
Fax: 33 (0)1 42 82 17 27
E-mail: biml@oiml.org
Internet: www.oiml.org

Systèmes de spectromètres d'absorption atomique pour la mesure des polluants métalliques

Partie 1 : Exigences métrologiques et techniques

1 Objet

1.1 La présente Recommandation fixe les exigences sur la définition, l'essai et la vérification de la performance des systèmes de spectromètres d'absorption atomiques (SAA) quand ils sont utilisés pour la mesure des polluant métalliques dans l'eau comme prescrit dans les législations nationales. Elle n'a pas pour objet d'exclure tout autre moyen équivalent de mesure des polluants métalliques dans l'eau. Un système SAA peut être utilisé simplement et rapidement pour la détermination d'une variété de métaux dans les eaux potable, sous-terraine, de surface et saline aussi bien que pour les eaux usées domestiques et industrielles. Un système SAA de ce type peut être utilisé pour la détermination de concentrations métalliques dans d'autres matrices comme le sol, etc. Les références [1] – [4] donnent une description du système SAA et de certaines applications.

1.2 La présente Recommandation couvre les sources d'atomisation (atomiseurs) à flamme et électrothermiques (à four). Les techniques à génération d'hydrures et à vapeur froide sont aussi brièvement décrites. Les conditions de fonctionnement décrites pour chaque type de système concernent les applications pour l'analyse des traces.

1.3 Il est possible que la performance d'un instrument puisse dépasser les critères minimaux prévus dans la présente Recommandation pour ces applications. On peut améliorer l'exactitude et la reproductibilité des mesures en veillant à l'optimisation de la performance de chacun des composants de l'instrument. Dans ce cas, le succès peut aussi dépendre de la connaissance, de la compétence et de l'expérience de l'analyste, aussi bien que de la qualité de l'instrument fabriqué.

1.4 Un échantillon doit généralement subir une technique de préparation avant analyse avec un système SAA. Les techniques d'échantillonnage, les méthodes d'analyse et l'impact des composants interférant sont hors du champ d'application de cette Recommandation. Le cas échant, les techniques pertinentes d'échantillonnage internationales, régionales ou nationales et les méthode d'analyse de référence doivent être appliquées.

1.5 Cette Recommandation ne traite pas des exigences et essais qui pourraient être nécessaires pour la sécurité de l'opérateur. Par conséquent, les utilisateurs doivent déterminer si un instrument répond aux exigences de sécurité et d'étiquetage prévues par les réglementations nationales.

2 Application

2.1 Cette Recommandation s'applique aux systèmes SAA utilisés pour mesurer les polluants métalliques dans l'eau, pour évaluer la qualité de l'eau, et comme moyen de contrôle de l'efficacité des programmes de lutte de la pollution fixés par la législation nationale. Ces programmes de contrôle sont habituellement désigné pour valider si la concentration de métaux est à l'intérieur des limites légales pour les polluants toxiques et non–toxiques dans les eaux potables, de surface, souterraines et salines.

2.2 Normalement, après une simple acidification, une eau exempte de matières particulaires peut être analysée directement par un système SAA. Les déchets domestiques et industriels doivent en général recourir à un procédé pour dissoudre les matières en suspension, conformément aux méthodes d'analyse normalisées appropriées. Les boues, sédiments et les autres types d'échantillons solides peuvent aussi être analysés après une digestion appropriée et un prétraitement.

3 Termes et définitions (Terminologie)

Les références [5] et [6] donnent les définitions de termes utilisés dans la présente Recommandation. Cependant, les définitions de certains termes ont été modifiées pour une meilleure adaptation à la présente application.

3.1 absorbance

logarithme du rapport entre la puissance rayonnée incidente et celle transmise, qui dépend du parcours optique et de la concentration de la substance absorbante

3.2 atomiseur

dispositif qui transforme l'élément à doser en vapeur atomique

3.3 solution à blanc

3.3.1 solution de référence à blanc

solution employée pour la mise au zéro d'absorbance du spectromètre et qui consiste normalement en un milieu de dilution pur, tel que de l'eau dé-minéralisée

3.3.2 solution d'essai à blanc

solution qui contient tous les constituants chimiques, à l'exception de l'élément à doser, dans une concentration identique à celle requise pour la préparation d'une solution étalon de référence de cet élément

3.4 solution étalon de référence

solution qui contient une concentration connue avec exactitude du ou des éléments concernés et qui est utilisée pour essayer et étalonner l'instrument

3.5 concentration caractéristique/masse caractéristique

concentration ou masse d'un élément qui produit un changement de la solution d'essai à blanc de 0,004 4 unités d' absorbance (1 % absorption) à la longueur d'onde de ligne d'absorption employée

Note: Historiquement, le terme « sensibilité » a été utilisé sur le terrain.

3.6 limite de détection de l' instrument (LDI)

facteur de mérite qui est égal à trois fois l'écart type du bruit de fond observé, établi en mesurant le signal de sortie d'une solution d'essai à blanc exempte de substance interférente

3.7 étendue de mesure

étendue des concentrations d'un élément concerné en solution que l'on peut mesurer à l'intérieur des limites spécifiées

Note: Une dilution ou une concentration d'une solution de dosage peut être nécessaire pour amener l'élément concerné dans l'étendue de mesure. L'absorbance du spectromètre à zéro est ajustée en utilisant une solution de référence à blanc.

3.8 nébuliseur

dispositif qui transforme un échantillon liquide en aérosol

3.9 répétabilité

étroitesse de l'accord entre les résultats des mesurages successifs d'une même grandeur mesurée en utilisant le même instrument et dans les mêmes conditions définies, et sur une période de temps relativement courte

3.10 programmation de la température

moyen de contrôle automatique du taux et de la durée de montée de la température d'un système SAA à four

4 Description de l'instrument

4.1 Généralité

Un spectromètre d'absorption atomique est basé sur l'absorption par un atome, à son niveau fondamental, de radiations de résonance caractéristiques produites par des atomes du même élément contenus dans une source lumineuse. La lumière absorbée par l'échantillon atomisé est mesurée et reliée à la concentration de l'élément dans l'échantillon. Dans le cas d'atomisation par flamme, on mesure normalement un signal d'absorption dans un état stable et dans le cas d'atomisation par four, on mesure soit la hauteur du pic, soit l'aire du pic d'un signal transitoire. Des interférences physiques ou chimiques avec la lumière absorbée par l'élément peuvent se produire qui ne sont pas reliée à la concentration de l'élément. Il existe un certain nombre de techniques qui éliminent ou minimisent ces interférences.

4.2 Système SAA à flamme (F-SAA)

Un schéma des principaux composants de l'instrument est présenté en Figure 1. Les composants sont les suivants :

A une source de lumière qui émet le spectre caractéristique à raies étroites de l'élément concerné ;

B la flamme dans laquelle la solution de dosage à analyser est aspirée par le nébuliseur [C] ;

C le nébuliseur, qui, lorsqu'il est dans la flamme, passe par plusieurs étapes :

- D'abord, le solvant liquide est évaporé ;
- Puis l'échantillon liquide est vaporisé en gaz ; et

- Ensuite, les composants constituant l'échantillon sont cassés en atomes libres par dissociation moléculaire thermique ;

D un monochromateur pour la dispersion de la lumière en longueurs d'onde spectrales discrètes que l'on peut sélectionner pour l'analyse avec des fentes de largeurs réglables ;

E un détecteur de radiation approprié ; et

F un système de lecture pour l'affichage ou la mémorisation du signal de sortie et de traitement ultérieures des données. Une correction de bruit de fond peut être nécessaire dans le cas d'un système SAA à flamme, surtout pour des longueurs d'onde au-dessous de 300 nm.

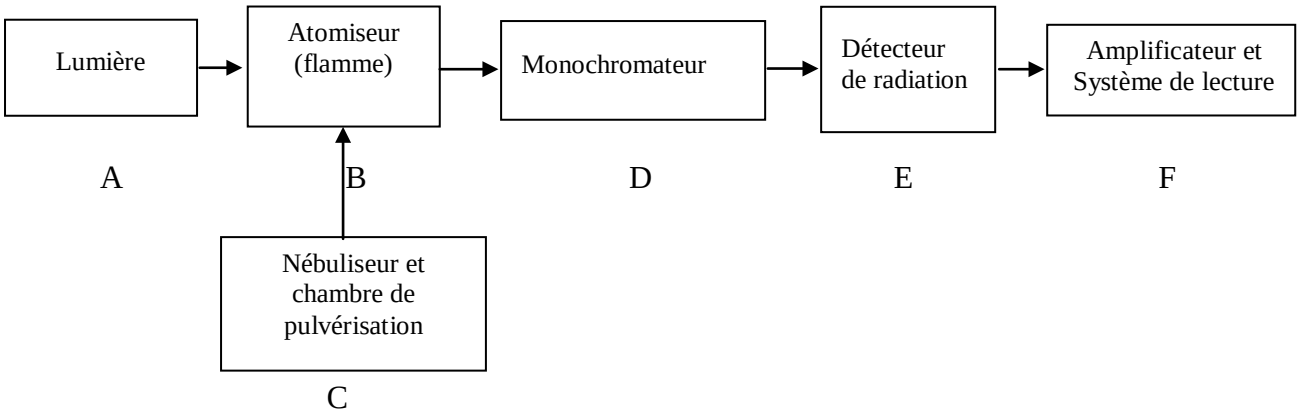

Figure 1 – Schéma d'un spectromètre d'absorption à flamme

4.3 Système SAA à four (GF-SAA)

Cet instrument a essentiellement les mêmes composants principaux que le système SAA à flamme exception faite qu'un four, dans lequel l'élément chauffant est un tube de graphite, remplace la flamme. Une solution de dosage est déposé dans le four soit directement sur les parois du tube, soit sur une plaque de graphite. Dans certains cas, un modificateur de matière peut être nécessaire. La température du tube de graphite est progressivement élevée de manière programmée pour sécher l'échantillon, carboniser (ou réduire en cendres) le matériau de la matrice et atomiser l'élément. Etant donné que cette méthode est sujette à une absorption non-spécifique, une correction du bruit de fond spectral est nécessaire. La répétabilité des résultats obtenus est meilleure en utilisant un dispositif d'introduction automatique de l'échantillon.

Note: La LDI d'un système SAA à four est d'un facteur dix à mille fois plus petit qu'un système SAA à flamme. Toutefois, la répétabilité des résultats obtenus avec un système SAA à flamme est habituellement meilleure que celle obtenue avec un système SAA à four. Une analyse par flamme peut être réalisée plus vite qu'une analyse par four et est moins dépendante de la matrice de l'échantillon. La sensitivité accrue du seuil de détection obtenu par la technique du four peut diminuer avec le nombre de chauffes (vieillissement), et la variation de la performance peut dépendre de la nature du tube de graphite.

4.4 Autres techniques

4.4.1 Système SAA à hydrures (HG-SAA)

Cette technique est basée sur la génération d'hydrures volatils de l'élément concerné dans la solution de dosage soumise à l'analyse. On fait réagir la solution de dosage, un acide et un agent réducteur soit sur un prélèvement soit en continu, et l'hydrure qui se dégage est transporté vers un atomiseur par un gaz inerte. L'avantage de cette technique, par rapport à un SAA à flamme, est la séparation et l'enrichissement de l'élément à déterminer et la nette baisse de la LDI en raison d'une plus grande efficacité de l'introduction de l'échantillon. Cette méthode peut être davantage sujette aux effets de perturbation que l'analyse faite par un système SAA à flamme.

4.4.2 Système SAA à vapeur froide (CV-SAA)

Ce type d'instrument ne s'applique qu'au mercure pouvant exister dans un état mono-atomique gazeux à température ambiante, en raison de sa pression de vapeur relativement élevée. Un agent réducteur, en général du chlorure d'étain ou du borohydrure de sodium, est mélangé à une solution de dosage acide contenant des quantités trace de mercure ionisé, soit sur un prélèvement, soit en continu. La vapeur de mercure dégagée est alors transportée vers une cellule d'absorption par de l'air ou par un gaz inerte. Cette technique de détermination du mercure est beaucoup plus sensible que celle par système SAA à flamme.

5 Exigences métrologiques

5.1 Les caractéristiques métrologiques requises pour un système SAA à flamme et un système SAA à four sont données dans les tableaux 1 et 2, respectivement. Une information est aussi donnée dans le tableau 3 en ce qui concerne les caractéristiques métrologiques d'un système SAA utilisant les techniques à hydrure et à vapeur froide.

5.2 Durant l'évaluation du type, la vérification initiale et ultérieure, la répétabilité, la LDI et l'étendue de mesure du signal de sortie de l'instrument doivent être testés dans un laboratoire utilisant des solutions étalon de référence avec une température et une humidité relative comprises dans les fourchettes suivantes tout au long de la caractérisation :

- Température ambiante de 23 °C ± 3 °C; et
- Humidité relative (HR) de 30 % à 80 %.

5.3 Le fabricant doit spécifier les éléments suivants et les autres conditions dans lesquelles l'instrument doit être testé :

- SAA à flamme
  - source de lumière ;
  - carburant de la flamme et débit ;
  - atomiseur ;
  - largeur de la fente pour le système optique ;
- SAA à four ;
  - source de lumière ;
  - programmation de la température ;
  - largeur de la fente pour le système optique.

5.4 La concentration caractéristique du système SAA doit être vérifiée. La procédure doit être de déterminer la concentration d'une solution étalon de référence qui fournit une valeur d'absorbance comme défini en 3.5. Le résultat doit être égal ou inférieur à la valeur pour une

concentration caractéristique donnée pour un système SAA à flamme ou à four comme spécifiée dans le tableau 1 , et 2, ou aux valeurs spécifiées par le fabricant du système. Des procédures détaillées pour ces essais sont disponibles dans la R 100-2 :2013.

5.5 La répétabilité des mesures doit être vérifiée. La procédure doit inclure la mesure répétée de dix échantillons d'une solution étalon de référence contenant l'élément d'essai pertinent avec une concentration équivalente à approximativement le point milieu de l'étendue de mesure spécifiée dans le Tableau 1 ou 2 (le cas échéant). L'écart type relatif observé des résultats de mesure doit être inférieur à 2% pour le système d'SAA à flamme et à 5% pour le système d'SAA à four. Des procédures détaillées concernant ces essais sont disponibles dans la R 100-2:2013.

Note: Les concentrations recommandées de solutions mères pour la préparation des solutions étalon de référence sont données en Annexe A.

5.6 L'LDI d'un élément spécifié doit être vérifié par la mesure répétée de dix échantillons d'une solution à blanc à sa longueur d'onde de détection. L'écart type des résultats de mesure converti en unité de concentration doit être multiplié par trois pour donner l'LDI, qui doit être inférieur ou égal aux valeurs donnés dans les tableaux 1 et 2.

5.7 L'étendue de mesure doit être déterminée. La procédure doit inclure l'ajustement d'une courbe aux données obtenues pour au moins cinq différentes concentrations de solution étalon de référence inclues dans les valeurs de l'étendue de mesure. Les concentrations doivent inclure celles proches des valeurs supérieures et inférieures comme spécifié pour les système SAA à flamme et à four respectivement dans les Tableaux 1 et 2. A chaque concentration, dix mesures répétées doivent être réalisées. La valeur moyenne et l'écart-type doivent être calculés. La courbe linéaire doit être ajustée aux valeurs moyennes calculées pour au moins cinq concentrations différentes. Le coefficient de corrélation, r, de la courbe ajustée doit être déterminé, et r2 doit être supérieur ou égal à 0,98 pour le système SAA à flamme et 0,95 pour l'SAA à four.

Tableau 1 – Caractéristiques métrologique d'un système SAA à flamme[1]

Elément	Longueur d'onde nm	Type de flamme[a]	Concentration caractéristique[b] mg/L	LDI mg/L	Etendue de mesure mg/L
Aluminum	309,3	NA	1,0	0,05	10–100
Antimoine	217,6	AA	0,4	0,08	4–40
Arsenic	193,7	AA ou NA	1,0	0,25	10–100
Barium	553,6	NA	0,5	0,02	5–50
Beryllium	234,9	NA	0,03	0,002	0,3–3
Cadmium	228,8	AA	0,03	0,002	0,3–3
Calcium	422,7	AA ou NA	0,1	0,004	1–10
Chrome	357,9	AA ou NA	0,08	0,005	0,8–8
Cobalt	240,7	AA	0,12	0,008	1,2–12
Cuivre	324,7	AA	0,08	0,003	0,8–8
Fer	248,3	AA	0,1	0,006	1–10
Plomb	283,3	AA	0,5	0,05	5–50
Lithium	670,8	AA	0,04	0,002	0,4–4
Magnesium	285,2	AA	0,008	0,000 5	0,08–0,8
Molybdène	313,3	NA	0,7	0,1	7–70
Nickel	232,0	AA	0,15	0,02	1,5–15
Sélénium	196,0	AA ou NA	0,6	0,2	6–60
Argent	328,1	AA	0,06	0,002	0,6–6
Sodium	589,0	AA	0,015	0,000 8	0,15–1,5
Strontium	460,7	AA ou NA	0,16	0,012	1,6–16
Vanadium	318,4	NA	2,0	0,1	20–200
Zinc	213,9	AA	0,02	0,002	0,2–2

[a] les symboles AA et NA représentent des flammes air-acétylène et acétylène-protoxyde d'azote, respectivement.

[b] Ce terme est traditionnellement appelé sensitivité. Consultez les valeurs indiquées par le fabricant de l'instrument (si disponible).

[1] Pour certains éléments comme le sodium ou le lithium, un suppresseur d'ionisation comme le césium peut être nécessaire pour améliorer la sensitivité et la linéarité.

Tableau 2 –Caractéristiques métrologique[a] d'un système SAA à four

Elément	Longueur d'onde nm	Masse caractéristique[b] pg	Concentration caractéristique[b] µg/L	LDI µg/L	Etendue de mesure µg/L
Aluminum	309,3	8	0,4	0,2	4–40
Antimoine	217,6	22	1,1	0,8	11–110
Arsenic	193,7	20	1	1	10–100
Barium	553,6	8	0,4	0,2	4–40
Béryllium	234,9	2	0,1	0,03	1–10
Cadmium	228,8	0,4	0,02	0,03	0,2–2
Chrome	357,9	8	0,4	0,1	4–40
Cobalt	240,7	16	0,8	0,2	8–80
Cuivre	324,7	8	0,4	0,2	4–40
Fer	248,3	6	0,3	0,2	3–30
Plomb	283,3	24	1,2	0,3	12–120
Magnésium	285,2	0,2	0,01	0,004	0,1–1
Molybdène	313,3	24	1,2	0,45	12–120
Nickel	232,0	40	2	1	20–200
Sélénium	196,0	16	0,8	2,5	8–80
Argent	328,1	1	0,05	0,05	0,5–5
Vanadium	318,4	80	4	4	40–400
Zinc	213,9	0,6	0,03	0,03	0,3–3

[a] Une solution de dosage type est de 10µL à 20 µL. Les valeurs dans ce Tableau sont basées sur la masse absolue et la concentration pour une solution échantillon de 20 µL. Par conséquent, pour des échantillons de volumes différents, les valeurs doivent être ajustées en conséquence ; par exemple, pour un échantillon de 10 µL, toutes les valeurs, à l'exception de la masse caractéristique, doivent être doublées.

[b] Chaque valeur représente un exemple, consultez les valeurs spécifiées par le fabricant de l'instrument (si disponible).

Tableau 3 – Caractéristiques métrologiques d'un système SAA system utilisant les techniques hydrure et vapeur froide [a]

Element	Longueur d'onde nm	Concentration caractéristique µg/L	LDI µg/L	Etendue de mesure µg/L
Arsenic	193,7	0,04	0,15	0,4–4
Antoine	217,6	0,08	0,24	0,8–8
Mercure	253,7	0,8	0,2	8–80
Sélénium	196,0	0,06	0,24	0,6–6
Etain	286,3	0,4	1,0	4–40

[a] Le mercure doit être déterminé par la technique à vapeur froide (voir [6]). Les autres éléments énumérés doivent être déterminés par la technique à hydrures. Ce Tableau s'applique à la détermination d'éléments dans des solutions de dosage en utilisant des prélèvements; toutefois, des instruments fonctionnant en continu peuvent avoir des caractéristiques métrologiques légèrement différentes de celles données ici.

[b] Les valeurs données dans ce Tableau sont basées sur une quantité d'échantillon de 50 mL et sur la détermination des éléments dans les conditions optimales. Cependant, vu la grande sensibilité de la technique à hydrures, une solution de dosage de 50 mL est rarement nécessaire; en général, des solutions de dosage ayant un volume de 1 mL ou moins suffisent pour permettre l'analyse dans l'étendue de mesure (voir [1]).

6 Exigences techniques

6.1 Atomiseur

6.1.1 L'atomiseur à flamme doit être du type nébuliseur/à prémélange, dans lequel l'échantillon liquide est vaporisé dans une chambre à mélange où l'échantillon, sous forme d'aérosol, et l'oxydant sont mélangés au combustible. Les analyses doivent être effectuées avec des flammes composées soit d'air et d'acétylène pour des températures jusqu'à 2 300 °C, soit d'acétylène et de protoxyde d'azote pour des températures jusqu'à 2 900 °C. Le Tableau 1 donne des recommandations sur la flamme à utiliser pour la détermination de différents éléments. Le fabricant doit spécifier les exigences la pureté requise et le débit de l'air compressé, de l'acétylène, et du protoxyde d'azote.

Note: Pour des raisons de sécurité, lorsque des bouteilles d'acétylène comprimé (éthyne) sont transportées et/ou stockées, l'acétylène est toujours dissoute dans l'acétone ou le diméthylformamide (DMF).

6.1.2 Un système SAA à four doit permettre d'atteindre les températures nécessaires pour atomiser l'élément concerné dans l'échantillon. Il doit être possible de programmer différentes températures du four dans un mode par étape pour sécher les échantillons, éliminer les composants de la matrice par pyrolyse ou incinération, et atomiser l'élément à analyser. Le fabricant doit spécifier la programmation de la température disponible. Un moyen de correction automatique de bruit de fond spectral doit être disponible au cours de l'analyse.

6.2 sources de lumières et système optique

Le fabricant doit spécifier le type et les réglages nécessaires pour les sources de lumières, le système optique et les détecteurs utilisés.

6.3 Capacité de mesure

Le spectromètre doit être capable de mesurer des longueurs d'onde inclues dans une plage allant au moins de 190 nm à 770 nm.

6.4 Monochromateur

Le monochromateur doit être pourvu de fentes pouvant être présélectionnées ou réglées de manière à choisir la largeur de bande voulue pour la longueur d'onde de l'élément à déterminer.

6.5 Système de données

Le système de données doit être capable de produire des enregistrements précis, archivables, et récupérables de la réponse du détecteur et des autres données essentielles de l'analyse.

6.6 Marquages

les marquages suivants doivent être présents et visibles sur tous les composants importants d'un système SAA :

- nom du fabricant;
- modèle de l'instrument, numéro de série et date de fabrication (mois et année) ;

- exigences sur la tension, la fréquence, et l'intensité.

Note: Des étiquettes ou déclarations relatives à la sécurité du personnel et aux émissions d'interférences radio-électriques devraient être fournies conformément aux réglementations nationales.

6.7 Manuels

Le fabricant d'un système SAA doit fournir un manuel qui décrit les exigences pour son installation, son fonctionnement et l'entretien de routine. Des manuels de service doivent être disponibles sur demande.

Note: Le fabricant peut fournir des manuels des méthodes analytiques.

7 Instructions pratiques

7.1 Le fonctionnement d'un système SAA nécessite l'utilisation de hautes tensions et de hautes température durant le fonctionnement normal. L'installation et le fonctionnement de l'instrument, particulièrement en ce qui concerne les flammes et les gaz compressés, doivent tenir compte de ces exigences. Des étiquettes d'avertissement doivent être placées de façon visible sur l'instrument pour alerter les utilisateurs de ces risques potentiels. Ces étiquettes doivent être conformes avec les réglementations nationales en matière de sécurité.

7.2 Avant l'installation d'un système SAA, tous les facteurs d'environnement du laboratoire doivent être pris en compte. Le fabricant doit fournir les spécifications pour la consommation énergétique qui doit inclure les variations admissibles de la tension et de la fréquence du secteur. Une information doit aussi être fournie sur le taux de dissipation de la chaleur, sur les conditions de fonctionnement à température et humidité ambiantes, et sur l'évacuation des gaz d'échappement.

8 Contrôles métrologiques

8.1 Evaluation de type

8.1.1 Le fabricant doit fournir à l'organisme national responsable la manuel d'utilisation avec le système SAA à certifier. Le fabricant doit aussi fournir les données et autres informations qui justifient que le système répond aux exigences de cette Recommandation.

8.1.2 L'organisme national responsable doit revoir le manuel d'utilisation du système pour s'assurer de l'exhaustivité et de la clarté des instructions. Le système doit être inspecté visuellement conjointement à une revue des spécification du fabricant pour déterminer si les exigences de l'article 6 sont suivies.

8.1.3 L'organisme national responsable doit effectuer des essais, ou peut accepter les résultats des essais du fabricant, pour confirmer la conformité du système avec les exigences de performances suivantes :

- concentration caractéristique (5.4, 3.2 et 4.2 de la R 100-2:2013);
- répétabilité (5.5, 3.3 et 4.3 de la R 100-2:2013);
- LDIs (5.6, 3.4 et 4.4 de la R 100-2:2013);
- étendue de mesure (5.7, 3.5 et 4.5 de la R 100-2:2013).

8.1.3 Le rapport des essais effectués sur le système pendant l'évaluation du type doit contenir, au minimum, les renseignements requis selon le format spécifié dans la R 100-3:2013.

8.2 Vérification initiale et ultérieure

8.2.1 La documentation fournie par le fabricant doit être examinée pour s'assurer de la conformité avec le 8.1.

8.2.2 Les essais dans les conditions de référence spécifiée en 5.4 doivent être réalisés

8.2.3 L'ensemble des autres essais spécifiés pour le système SAA en 8.1.3 qui sont considérés comme critique pour l'application spécifique, doivent être réalisés.

8.2.4 L'organisme national responsable doit spécifier la durée de validité de la vérification.

8.2.5 Un instrument doit subir une vérification ultérieure équivalente à la vérification initiale après une réparation ou un remplacement de principaux composants du spectromètre et du système de traitement des données ou après une période de temps spécifiée par l'organisme national responsable.

8.3 Essais de routine par l'utilisateur

8.3.1 L'organisme national responsable doit identifier des méthodes pour l'utilisation des systèmes SAA pour mesurer les polluants spécifiques. Certaines méthodes de mesure peuvent être appropriées pour l'évaluation de la performance d'un système SAA.

8.3.2 L'opérateur d'un système SAA doit effectuer un essai avec une solution étalon de référence avant et après une série de mesures en laboratoire. Les résultats de ces essais doivent se trouver dans les limites établies par l'organisme national responsable.

8.3.2 En complément aux exigences de 8.3.2, un opérateur doit effectuer un essai de performance de l'intégralité du système ASS et avant une application spécifique.

8.3.4 Un enregistrement chronologique doit être tenu à jour pour chaque système SAA et doit contenir au moins les informations suivantes :

- les résultats de tous les essais de routine ;
- les résultats des étalonnages ;
- l'identification de tout les composants majeurs remplacés ;
- les détails de l'entretien et de la réparation.

Références

[1] Haswell, S.J., ed, *Atomic absorption spectroscopy: theory, design, and application*, Elsevier, Amsterdam and New York (1991).

[2] Jenniss, Stephen, W; Katz, Sidney, A; et Lynch, Richard W., *Applications of atomic spectroscopy to regulatory compliance monitoring*, 2ème éd., Wiley-VCH, New York (1997).

[3] Welz, Bernhard et Sperling, Michael, *Atomic absorption spectrometry*, 3ème éd., Wiley-VCH, Weinheim and New York (1999).

[4] Jiří Dědina, Dimiter L. Tsalev, *Hydride generation atomic absorption spectrometry*, John Wiley &Sons, (1995), ISBN 0471-95364-4.

[5] Groupe de travail 2 du comité commun pour les guides en métrologie (JCGM/WG 2) - BIPM, IEC, IFCC, ILAC, ISO, IUPAC, IUPAP et OIML
Vocabulaire international de métrologie – Concepts fondamentaux et généraux et termes associés (VIM), 3éme édition, OIML V 2-200:2012.

[6] IS0 6955:1982 *Méthodes d'analyse par spectroscopie. Émission de flamme, absorption atomique et fluorescence atomique. Vocabulaire.*

[7] W. R. Hatch et W. L. Ott, *Analytical Chemistry*, 40, 2085 (1968).

Annexe A – Solution étalon de référence

(obligatoire)

A.1 Préparation des solutions étalon de référence

A.1.1 Une solution mère de chaque élément concerné peut être obtenue soit à partir de sources commerciales, soit préparée en utilisant des éléments, ou leurs sels, de pureté de très haute qualité. Ces solutions doivent être préparées en utilisant, le cas échéant, de l'acide chlorhydrique ou de l'acide nitrique, de pureté de très haute qualité et doivent avoir une concentration en acide suffisante pour produire une solution stable de l'élément concerné, sauf indication contraire par le fournisseur du matériel. L'eau utilisé dans la préparation de les solutions mères étalons et dans les dilutions successives doit avoir une conductivité électrique à 25 °C de moins de 0,1 mS/m (eau de qualité 2 selon l'ISO 3696).

Note 1: Les solutions mères doivent être comparées avec des matières de référence adaptés et certifiées afin d'établir la traçabilité de la matière d'étalonnage. Les solutions mères avec des valeurs certifiées sont préférées.

Note 2: Les solutions mères étalons ont habituellement une concentration de l'élément ou des éléments concernés de 1 000 mg/L ou 10 000 mg/L.

Note 3: Les solutions mères étalons doivent être préparées en utilisant des méthodes normalisées documentées.

Note 4: Tous les sels utilisés comme source pour un élément doivent être séchés pendant une heure à 105 °C, à l'exception des carbonates qui doivent être séchés pendant une heure à 140 °C.

A.1.2 Les concentration des solutions de référence doit être celles spécifiées dans la R 100-2:2013 pour le test particulier, et selon le type de SAA, être à l'intérieur des étendues de mesures appropriées des Tableau 1 ou 2. Les solutions étalons de référence doivent préparées par dilution appropriées des solutions mères étalons décrites en A.1.1. La sélection d'un acide et sa concentration doivent être faites de manière à assurer la compatibilité pour tous les étalons mixtes en cours de préparation.

A.1.3 Les solutions étalons de référence doivent surveillées afin de s'assurer de leur stabilité dans le temps, généralement en utilisant des cartes de contrôle qualité.

A.2 Préparation de solutions étalon mixtes de référence

A.2.1 Les solutions étalons de référence mixtes (multi-éléments) contenant plusieurs éléments à tester dans la même solution peuvent être préparées en utilisant des combinaisons et des dilutions appropriées de solutions étalons mères dans les tolérances des concentrations fixées aux Tableaux 1 ou 2. Avant de préparer les solutions étalons de référence mixtes, les solutions étalons mères à utiliser doivent être analysées pour identifier toute interférence spectrale potentielle aux longueurs d'onde sélectionnées pour analyse.

A.2.2 Les solutions étalons mixtes de référence doivent contenir des éléments qui sont compatibles les uns avec les autres et stables dans le mélange. La compatibilité des anions doit aussi être considérée.

Note: Tout acide ajouté pour préserver la solution mixte doit être compatible avec tous les éléments présents.

A.2.3 Les solutions étalons mixtes de référence doivent être surveillées périodiquement pour s’assurer de leur stabilité