

RECOMMANDATION
INTERNATIONALE

OIML R 100-2

Edition 2013 (F)

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

Partie 2 : Procédures d'essais

Atomic absorption spectrometer systems for measuring metal pollutants

Part 2: Test procedures

OIML R 100-2 Edition 2013 (F)



ORGANISATION INTERNATIONALE
DE METROLOGIE LEGALE

INTERNATIONAL ORGANIZATION
OF LEGAL METROLOGY

Sommaire

	Avant-propos	4
1	Description	5
2	Objectif	5
3	Procédure d'essai pour atomisation par flamme	5
	3.1 Equipement	5
	3.2 Concentration caractéristique	5
	3.3 Répétabilité	6
	3.4 IDL	6
	3.5 Etendue de mesure.....	6
4	Procédure d'essais pour atomisation par four	7
	4.1 Equipement	7
	4.2 Masse caractéristique.....	7
	4.3 Répétabilité	8
	4.4 IDL	8
	4.5 Etendue de mesure.....	8

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 100-2:2013 (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 48^{ème} 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 2 : Procédures d'essais (Obligatoire)

1 Description

Cette partie de la R 100 fixe des procédures d'essais qui consistent en la mesure d'une quantité de cuivre dans une solution aqueuse.

2 Objectif

Le but de cette procédure est de fournir un essai de performance pour un système SAA complet. Cela recouvre les exigences pour un système SAA qui utilise, pour atomiser l'échantillon, soit une flamme, soit un four. Les résultats de l'essai doivent correspondre aux exigences métrologiques du point 5 de la R 100-1:2013.

3 Procédure d'essai pour atomisation par flamme

3.1 Matériel

Le matériel utilisé doit inclure :

- a) une lampe à cathode creuse en cuivre ;
- b) une solution étalon de référence de cuivre dans 0,1 % de HNO₃ ; et
- c) une solution d'essai à blanc de 0,1 % de HNO₃

Note: Afin de répondre aux objectifs de cette procédure d'essais la solution d'essais à blanc de 0,1 % HNO₃ est utilisée pour le zéro de l'instrument aussi bien que pour la détermination de l'IDL.

3.2 Concentration caractéristique

- 3.2.1 Configurer le système AAS pour la détermination du cuivre en utilisant la longueur d'onde de 324,7 nm, une flamme air-acétylène, et régler les paramètres de l'instrument comme recommandé par le fabricant dans le manuel d'utilisation. Aspirer la solution d'essai à blanc dans la flamme et régler l'instrument à zéro.
- 3.2.2 Sélectionner les solutions de cuivre de référence pour une aspiration dans la flamme avec des concentrations qui permettront l'interpolation de la valeur de concentration donnant une absorbance de 0,1. Diviser cette concentration par 22,7 pour obtenir la concentration caractéristique. Les résultats doivent répondre aux exigences du 5.4 de la R 100-1:2013.

3.3 Répétabilité

- 3.3.1 Régler l'instrument de la même manière que celle indiquée en 3.2.1. Faire dix mesures successives d'absorbance d'une solution étalon de référence de cuivre avec une concentration d'environ 4mg/L. Calculer la moyenne et l'écart type (%). Utiliser les équations suivantes :

$$s_r = \frac{s}{x} \times 100 \%$$

Avec

$$s = \left[\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1} \right]^{1/2},$$

X_i est un résultat unique, et

\bar{X} est la moyenne pour n mesures répétées.

De plus, calculer la sensibilité en absorbance de l'instrument, S, comme la concentration de la solution étalon de référence divisé par \bar{X} .

- 3.3.2 Les résultats doivent répondre aux exigences du 5.5 de la R 100-1:2013.

3.4 IDL

- 3.4.1 Régler l'instrument de la même manière que celle indiquée en 3.2.1. Faire dix mesures successives d'une solution d'essai à blanc pour une solution étalon de référence de cuivre. Calculer la moyenne, et l'écart type en utilisant la seconde équation comme indiqué en 3.3.1.
- 3.4.2 Multiplier l'écart type (3.4.1) par 3 et, si l'écart type était initialement exprimé en unité d'absorbance, par la sensibilité de l'instrument, S, (3.3.1). Les résultats doivent répondre aux exigences du 5.6 de la R 100-1:2013.

3.5 Etendue de mesure

Régler l'instrument de la même manière que celle indiquée en 3.2.1. Sélectionner au moins cinq concentrations différentes d'une solution étalon de référence telles que ces valeurs soient comprises dans l'étendue de mesure spécifiée par le fabricant, y compris des concentrations à proches des limites supérieures et inférieures de l'étendue de mesure, comme spécifié dans le Tableau 1 de la R 100-1:2013. A chaque concentration, dix mesures successives doivent être réalisées, et 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. Utiliser les équations suivantes pour calculer le coefficient de corrélation, r, de la pente, S, de la courbe, l'écart-type des valeurs des concentrations connues, σ_x , et l'écart type des valeurs d'absorbance mesurée, σ_y , de la courbe :

$$r^2 = \left[S \times \frac{\sigma_x}{\sigma_y} \right]^2$$

Avec

$$S = \frac{n \sum (X_i Y_i) - \sum X_i Y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2}$$

$$\sigma_x = \left[\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1} \right]^{\frac{1}{2}}$$

$$\sigma_y = \left[\frac{\sum (Y_i - \bar{Y})^2}{n-1} \right]^{\frac{1}{2}}$$

3.5.2 Le coefficient de corrélation, r , déterminé pour la courbe ajustée en 3.5.1 doit être tel que r^2 est supérieur ou égal à 0,98.

Note: Le coefficient de corrélation, r , traduit le degré auquel les données s'ajustent à la courbe de régression des moindres carrés. Un ajustage parfait serait $r = \pm 1$ ou $r^2 = 1$.

4 Procédure d'essais pour atomisation par four

4.1 Matériel

Le matériel utilisé doit inclure ce qui suit :

- a) une lampe à cathode creuse en cuivre ;
- b) une solution étalon de référence de cuivre dans 0,1 % de HNO₃ ;
- c) une solution d'essai à blanc de 0,1 % de HNO₃ ; et
- d) une micropipette étalonnée, ou un dispositif d'échantillonnage automatique, pour fournir l'échantillon

Note: Afin de répondre aux objectifs de cette procédure d'essais la solution d'essai à blanc de 0,1 % HNO₃ est utilisée pour le zéro de l'instrument aussi bien que pour la détermination de l'IDL.

4.2 Masse caractéristique

4.2.1 Configurer le système AAS pour la détermination du cuivre en utilisant la longueur d'onde de 324,7 nm et régler les paramètres de l'instrument comme recommandé par le fabricant dans le manuel d'utilisation. Utiliser un tube de graphite enduit par pyrolyse ou un équivalent dans le four. Régler les paramètres de fonctionnement du four comme recommandé par le fabricant, et régler le dispositif de correction du bruit de fond si nécessaire.

- 4.2.2 Sélectionner des solutions de référence de cuivre à pipeter dans le four avec des concentrations qui permettront l'interpolation de la valeur de concentration donnant une valeur d'absorbance de 0,1. Pipeter une quantité équivalente de solution d'essai à blanc dans le four et mesurer la hauteur du pic et l'air du pic de l'absorbance de sortie. Diviser la concentration qui donnerait une absorbance de 0,1 par 22,7 pour obtenir la masse caractéristique. Les résultats doivent répondre aux exigences du 5.4 de la R 100-1:2013.

4.3 Répétabilité

- 4.3.1 Régler l'instrument de la même manière que celle indiquée en 4.2.1. Faire dix mesures successives d'absorbance d'une solution étalon de référence de cuivre avec une concentration d'environ 20 µg/L. Calculer la moyenne et l'écart type en utilisant les mêmes équations qu'en 3.3.1.

De plus, calculer la sensibilité en absorbance de l'instrument, S , comme la concentration de la solution étalon de référence divisée par \bar{X} .

- 4.3.2 Les résultats doivent répondre aux exigences du 5.5 de la R 100-1:2013.

4.4 IDL

- 4.4.1 Régler le système AAS de la même manière que celle indiquée en 4.2.1. Faire dix mesures successives d'une solution d'essais à blanc appropriée pour une solution étalon de référence de cuivre. Calculer la moyenne et l'écart-type en utilisant les mêmes équations que celles indiquées en 3.3.1.

- 4.4.2 Multiplier l'écart type (4.4.1) par 3 et, si l'écart-type était initialement exprimé en unités d'absorbance, multiplier par la sensibilité de l'instrument, S , (4.3.1). Les résultats doivent répondre aux exigences du 5.6 de la R 100-1:2013.

4.5 Etendue de mesure

- 4.5.1 Régler l'instrument de la même manière que celle indiquée en 4.2.1. Sélectionner au moins cinq différentes concentrations d'une solution étalon de référence telles que ces valeurs soient comprises dans l'étendue de mesure spécifiée par le fabricant, y compris des concentrations proches des limites supérieures et inférieures de l'étendue de mesure, comme spécifié dans le Tableau 2 de la R 100-1:2013. A chaque concentration, dix mesures successives doivent être réalisées et 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. Utiliser les équations indiquées en 3.5.1.

- 4.5.2 Le coefficient de corrélation, r^2 , déterminé pour la courbe ajustée en 3.5.1, doit être supérieur ou égal à 0,95.