

**Record Number:** 790  
**Author, Monographic:** Tessier, A./Bisson, M.  
**Author Role:**  
**Title, Monographic:** Réalisation d'un montage expérimental permettant d'effectuer en continu la chélation-extraction des métaux traces : cu, Zn, Pb, Cd, Co et Ni  
**Translated Title:**  
**Reprint Status:**  
**Edition:**  
**Author, Subsidiary:**  
**Author Role:**  
**Place of Publication:** Québec  
**Publisher Name:** INRS-Eau  
**Date of Publication:** 1977  
**Original Publication Date:**  
**Volume Identification:**  
**Extent of Work:** v, 35  
**Packaging Method:** pages et un annexe  
**Series Editor:**  
**Series Editor Role:**  
**Series Title:** INRS-Eau, Rapport de recherche  
**Series Volume ID:** 79  
**Location/URL:**  
**ISBN:** 2-89146-077-4  
**Notes:** Rapport annuel 1977-1978  
**Abstract:** Rapport rédigé pour le ministère des Richesses naturelles du Québec  
10.00\$  
**Call Number:** R000079  
**Keywords:** rapport/ ok/ dl

Réalisation d'un montage expérimental  
permettant d'effectuer en continu  
la chélation-extraction des métaux traces:  
Cu, Zn, Pb, Cd, Co et Ni

INRS-Eau  
Université du Québec  
C.P. 7500, Sainte-Foy  
Québec G1V 4C7

RAPPORT SCIENTIFIQUE No 79  
1977

Rapport rédigé pour  
le ministère des Richesses naturelles, Québec

par

A. Tessier, M. Bisson

Réalisation d'un montage expérimental  
permettant d'effectuer en continu  
la chélation-extraction des métaux traces:  
Cu, Zn, Pb, Cd, Co et Ni

INRS-Eau  
Université du Québec  
C.P. 7500, Sainte-Foy  
Québec G1V 4C7

RAPPORT SCIENTIFIQUE No 79  
1977

Rapport rédigé pour  
le ministère des Richesses naturelles, Québec

par

A. Tessier, M. Bisson

ISBN 2-89146-077-4  
DEPOT LEGAL 1977

Tous droits de traduction, de reproduction et d'adaptation réservés

© 1977 - Institut national de la recherche scientifique

## PARTICIPANTS A L'ETUDE

Tessier, A.	Professeur	INRS-Eau
Bisson, M.	Agent de recherche	INRS-Eau
Gagné, R.	Professionnel	MRN - Qualité
Trudel, G.	Technicien	MRN - Qualité

## TABLE DES MATIERES

	<u>PAGE</u>
LISTE DES TABLEAUX	iii
LISTE DES FIGURES	v
1. INTRODUCTION	1
2. PARTIE EXPERIMENTALE	2
2.1 Description du montage expérimental pour la chélation-extraction	2
2.2 Appareils et réactifs	5
2.3 Optimisation du montage expérimental	6
3. VERIFICATION DE LA METHODE DE CHELATION-EXTRACTION	8
3.1 Efficacité de la méthode de chélation-extraction en fonction du pH	8
3.2 Fidélité de la méthode de chélation-extraction	10
3.3 Courbes de calibration et effets de matrice	17
3.4 Sensibilité, limite de sensibilité et gain de sensibilité	18
4. STABILITE DES CHELATES EXTRAITS	27
5. RECOMMANDATIONS	31
5.1 Préparation du matériel	31
5.2 Traitement avant analyse	31
5.3 Méthode d'analyse	32
5.4 Entreposage des extraits	33
5.5 Améliorations suggérées	33
BIBLIOGRAPHIE	35
ANNEXE A Procédure pour la chélation-extraction des métaux traces en continu	A-1

## LISTE DES TABLEAUX

	<u>PAGE</u>	
3.1	Fidélité de la méthode automatisée de chélation-extraction pour des ajouts de cadmium dans de l'eau déminéralisée ou dans un échantillon d'eau naturelle	11
3.2	Fidélité de la méthode automatisée de chélation-extraction pour des ajouts de cobalt dans de l'eau déminéralisée ou dans un échantillon d'eau naturelle	12
3.3	Fidélité de la méthode automatisée de chélation-extraction pour des ajouts de cuivre dans de l'eau déminéralisée ou dans un échantillon d'eau naturelle	13
3.4	Fidélité de la méthode automatisée de chélation-extraction pour des ajouts de nickel dans de l'eau déminéralisée ou dans un échantillon d'eau naturelle	14
3.5	Fidélité de la méthode automatisée de chélation-extraction pour des ajouts de plomb dans de l'eau déminéralisée ou dans un échantillon d'eau naturelle	15
3.6	Fidélité de la méthode automatisée de chélation-extraction pour des ajouts de zinc dans de l'eau déminéralisée ou dans un échantillon d'eau naturelle	16
3.7	Sensibilité, limite de sensibilité et gain de sensibilité pour les six métaux étudiés	26
4.1	Résumé des opérations effectuées pour vérifier la stabilité des chélates d'un métal donné	28

4.2	Stabilité des chélates de cadmium, cobalt, cuivre, nickel, plomb et zinc	30
A.1	Conditions d'opération du spectrophotomètre d'absorption atomique Perkin-Elmer, modèle 360	A-6

## LISTE DES FIGURES

		<u>PAGE</u>
2.1	Schéma du séparateur de phases	5
3.1	Efficacité relative de l'extraction (APDC-MIBK) en fonction du pH	9
3.2	Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le cadmium	19
3.3	Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le cobalt	20
3.4	Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le cuivre	21
3.5	Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le nickel	22
3.6	Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le plomb	23
3.7	Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le zinc	24
A.1	Schéma du montage expérimental pour la chélation-extraction des métaux traces	A-2

## 1- INTRODUCTION

Pour l'analyse des métaux traces dans l'eau par spectrométrie d'absorption atomique, l'aspiration directe de l'échantillon dans la flamme ne donne pas une sensibilité suffisante dans la plupart des cas. La sensibilité peut cependant être accrue si on concentre les métaux trace par une chélation suivie d'une extraction dans un solvant organique immiscible.

Une méthode de concentration des métaux traces par chélation avec "l'ammonium pyrrolidine dithiocarbamate "(APDC)\*, suivie d'une extraction avec le "methyl isobutylketone (MIBK)\* a été mise au point récemment pour le compte du Ministère des Richesses Naturelles (Campbell et al, 1976). Cette méthode qui a donné des résultats satisfaisants à l'essai est cependant ardue. En effet, toutes les opérations sont effectuées manuellement et, de plus, beaucoup de temps est impliqué pour nettoyer la verrerie et pour purifier de grandes quantités de réactifs et de solvant.

Tel que défini dans le contrat entre le MRN (Qualité) et l'INRS-Eau, les objectifs de cette étude étaient:

- de réaliser un montage expérimental permettant la chélation-extraction en continu
- d'optimiser les conditions d'opération du montage
- de vérifier la qualité des résultats

Le présent rapport présente les résultats des travaux effectués dans le cadre de cette étude. Après avoir décrit la partie expérimentale, on présente une vérification de la qualité des résultats obtenus. On discute ensuite de la stabilité des chélates extraits et on présente quelques recommandations.

---

\*: pour éviter la confusion dans les abréviations, la terminologie anglaise a été conservée.

## 2- PARTIE EXPERIMENTALE

Peu de travaux existent dans la littérature concernant l'automatisation des étapes de chélation-extraction dans l'analyse des métaux traces. Les deux seuls groupes de chercheurs qui ont travaillé dans le domaine (Goulden *et al*, 1973; Pierce *et al*, 1975) utilisent la chélation par l'APDC suivie d'une extraction dans le MIBK. Les deux montages réalisés présentent beaucoup de similitudes, quoiqu'ils utilisent des techniques un peu différentes pour l'extraction et la séparation des phases; de plus, le système conçu par Pierce *et al* (1975) comprend deux systèmes parallèles d'extraction, ce qui permet de manipuler de plus grands volumes d'échantillon et facilite l'atteinte d'une meilleure limite de sensibilité.

Dans la réalisation du montage expérimental, nous nous sommes inspirés surtout des travaux de Pierce et de ses collaborateurs.

### 2.1 Description du montage expérimental pour la chélation-extraction.

Le schéma du montage expérimental est présenté dans l'Annexe A, sur la Figure A.1. On y remarque que la cartouche analytique est montée de façon à permettre deux systèmes parallèles de chélation-extraction en continu. L'échantillon est séparé, mélangé avec le réactif, extrait et recombinaé avant d'entrer dans le séparateur de phases. Il est donc important que l'arrivée de l'échantillon dans le séparateur, en provenance des deux systèmes parallèles, soit bien synchronisée. On peut utiliser un colorant au lieu de l'échantillon pour vérifier ce point. Si la synchronisation n'est pas bonne, il s'agit alors d'ajuster les longueurs des tubes pour l'améliorer.

Deux échantillonneurs IV (Technicon Instruments Corporation) sont utilisés; l'un sert à introduire l'échantillon dans le montage alors que l'autre sert à recueillir l'extrait à la sortie. La came du premier (60-2/1,

Technicon Instruments Corporation) a été modifiée, tel que suggéré par Pierce et ses collègues (1975) afin de permettre le prélèvement dans deux récipients successifs contenant chacun le même échantillon d'eau. Pour le deuxième échantillonneur, on utilise une came 60-2/1 (Technicon Instruments Corporation) normale et son opération doit être synchronisée avec l'opération du premier échantillonneur. On peut effectuer cette synchronisation visuellement en introduisant un colorant au lieu d'un échantillon. Une autre méthode consiste à utiliser un étalon d'un métal et à effectuer la détermination de ce métal dans l'extrait, à la sortie du système, en variant l'intervalle de temps entre la mise en marche du premier échantillonneur et celle du second.

L'introduction du solvant dans la cartouche se fait par l'intermédiaire de réservoirs initialement remplis presque complètement avec le MIBK (il s'agit de laisser un coussin d'air d'environ 10 cc) et fermés hermétiquement; lors de l'opération du système, l'introduction d'eau dans le bas du réservoir amène un déplacement équivalent de solvant. Après l'extraction qui s'effectue dans des tubes hélicoïdaux remplis de billes de verre, la séparation des phases se fait dans un séparateur (voir la Figure 2.1) qui permet à la presque totalité de la phase aqueuse d'être rejetée. Toutes les pièces utilisées sont obtenues de la compagnie Technicon Instruments Corporation, sauf le séparateur, les deux réservoirs d'alimentation en solvant et le réservoir de décantation de l'eau de rejet.

Avec ce montage, on obtient un rapport des volumes {échantillon/solvant} de 7.3.

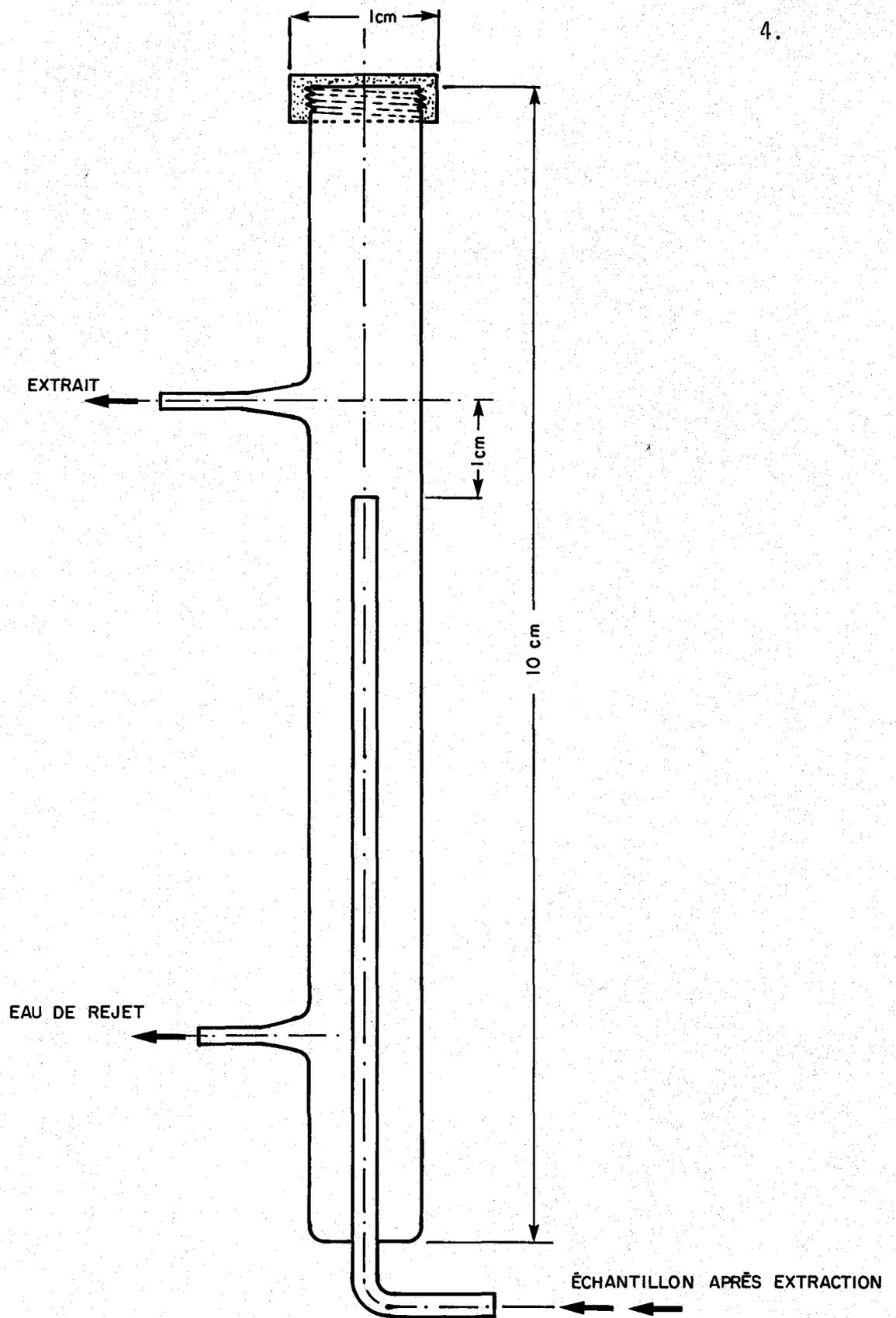


Figure 2.1 .Schéma du séparateur de phases .

## 2.2 Appareils et réactifs

Les concentrations de métaux traces ont été mesurées par spectrométrie d'absorption atomique en utilisant un Perkin-Elmer, modèle 360. Les conditions d'opération de cet instrument sont données dans le Tableau A.1, à l'Annexe A.

Avant son utilisation, la verrerie était lavée, selon la procédure décrite dans l'Annexe A.

Le MIBK (Fisher ACS) a été utilisé sans distillation, la distillation ne semblant pas amener d'amélioration sensible. La solution d'APDC (Fisher Scientific, grade réactif), dont la concentration était de 1g/100 ml, était purifiée, avant usage, par deux extractions successives avec 20 ml de MIBK par 100 ml de solution aqueuse. Les autres réactifs utilisés avaient le grade suivant:

- .  $\text{HNO}_3$  (grade Aristar)
- .  $\text{NH}_4\text{OH}$  (grade de laboratoire)
- . étalons de cadmium, cobalt, cuivre, nickel, plomb et zinc (Fisher Scientific, 1000 ppm)

### 2.3 Optimisation du montage expérimental

Après un montage préliminaire, des essais ont d'abord été effectués en utilisant des colorants (Méthyl orange et Eriochrome T) au lieu d'un échantillon afin de vérifier grossièrement le bon fonctionnement du montage. Ces expériences ont permis de corriger certains problèmes (retour de pression, fuites dans le système) et de choisir la forme, la position et la dimension de certaines composantes du système et d'en arriver au montage qui apparaît sur la Figure A.1 (Annexe A).

Quelques expériences, décrites ci-dessous, ont ensuite été réalisées en vue d'améliorer l'efficacité du montage; elles visaient à optimiser la synchronisation des deux échantillonneurs ainsi qu'à assurer la meilleure efficacité pour l'étape d'extraction.

#### *Synchronisation des échantillonneurs*

Il est capital de bien synchroniser le démarrage des deux échantillonneurs, le premier qui introduit les échantillons dans le montage et le deuxième qui recueille les extraits à la sortie du montage. Le premier échantillonneur aspire l'échantillon pendant 45 secondes, puis de l'eau déminéralisée pendant 20 secondes; le deuxième, recueille l'extrait pendant 45 secondes et rejette ensuite à l'égout pendant 20 secondes. Il faut donc choisir précisément le délai entre le démarrage du premier échantillonneur et celui du second. Un délai trop court ou trop long diminue le facteur de concentration des métaux {concentration dans l'extrait/ concentration dans l'échantillon d'eau} puisqu'on ne recueille alors qu'une partie de l'extrait et que l'autre partie est constituée de MIBK qui a été en contact avec l'eau déminéralisée servant au lavage.

Pour déterminer le délai optimal, on a procédé en deux étapes. On a d'abord introduit un colorant (Méthyl orange) au lieu d'un échantillon et noté, par observations visuelles, le temps nécessaire à ce colorant pour se rendre jusqu'à la sortie du montage. Cette méthode ne permet d'obtenir qu'une évaluation approximative du délai optimal, étant donné que la couleur n'est que peu transférée de l'échantillon aqueux à l'extrait. Dans une deuxième étape, on a introduit un étalon d'un métal en solution aqueuse et on a dosé ensuite ce métal dans l'extrait par spectrophotométrie d'absorption atomique. Cette opération était répétée en variant le délai entre le démarrage du premier et du second échantillonneur à l'intérieur d'une gamme de temps assez étroite; les résultats obtenus lors de la première étape servaient à fixer la gamme de temps à étudier. Le délai pour lequel on obtient la valeur la plus élevée en absorption atomique est alors considéré comme optimal; pour le montage actuel, il est de 2.15 minutes. *Ces opérations devront cependant être répétées à chaque fois qu'on amènera des changements au montage (changement de tubes, de bobines ou autres pièces).*

#### *Efficacité de l'extraction*

Pour obtenir un bon facteur de concentration des métaux, il est évidemment important que l'étape d'extraction des chélates soit la plus efficace possible. Selon le schéma présenté sur la Figure A.1, cette étape est effectuée par l'intermédiaire d'une bobine d'extraction (Technicon Instruments Corporation, COIL 30.00TS3.4 mm EXTRACTR) remplie de billes de verre et fixée à la cartouche analytique. Avant d'adopter cet arrangement simple, nous avons exploré les suivants: i) une bobine d'extraction, sans agitation (système actuel); ii) deux bobines d'extraction en série, sans agitation; iii) deux bobines d'extraction en série, l'une étant montée sur un agitateur du type "Vortex". Pour chacun de ces arrangements, des étalons aqueux de métaux (Cu et Cd) étaient introduits dans le montage et les concentrations de ces métaux étaient déterminées dans l'extrait. Aucune différence de concentration des métaux n'ayant pu être observée dans les extraits, qu'un arrangement plutôt que l'autre ait été utilisé, on a donc opté pour celui qui était le plus simple.

### 3. VERIFICATION DE LA METHODE DE CHELATION-EXTRACTION

Les détails de la méthode automatisée pour la chélation-extraction des métaux traces, ainsi que les précautions nécessaires sont décrits dans l'Annexe A. Avant d'adopter définitivement cette méthode, nous avons voulu effectuer certaines vérifications qui sont décrites ci-dessous.

#### 3.1 Efficacité de la méthode de chélation-extraction en fonction du pH.

Pour cette expérience, des étalons (Cd: 50 ppb; Co: 100 ppb; Cu: 100 ppb; Ni: 100 ppb; Pb: 100 ppb; Zn: 50 ppb) ont été préparés dans de l'eau déminéralisée contenant 5 ml d'acide nitrique concentré par litre (l'acide nitrique était ajouté dans les étalons afin de s'assurer qu'ils aient une force ionique comparable à celle des échantillons d'eau naturelle qui sont acidifiés sur le terrain). Le pH de ces solutions a ensuite été ajusté entre 1.0 et 9.0 avec une précision de  $\pm 0.05$  unités de pH; la valeur de pH=0.5 a cependant été obtenue par calcul, les électrodes à pH ne répondant pas bien pour des pH aussi bas. Les solutions étalon ainsi préparées ont été introduites dans le montage expérimental et les métaux ont été dosés dans les extraits par spectrophotométrie d'absorption atomique.

Les résultats obtenus sont présentés sur la Figure 3.1 sous forme de graphiques de l'absorbance relative en fonction du pH. *Suite à ces résultats, il a été décidé d'ajuster le pH des échantillons (ou des étalons) à  $4.0 \pm 0.5$  pour les déterminations de cadmium, de cobalt, de plomb et de zinc et à  $1.5 \pm .05$  pour celles de cuivre et de nickel.*

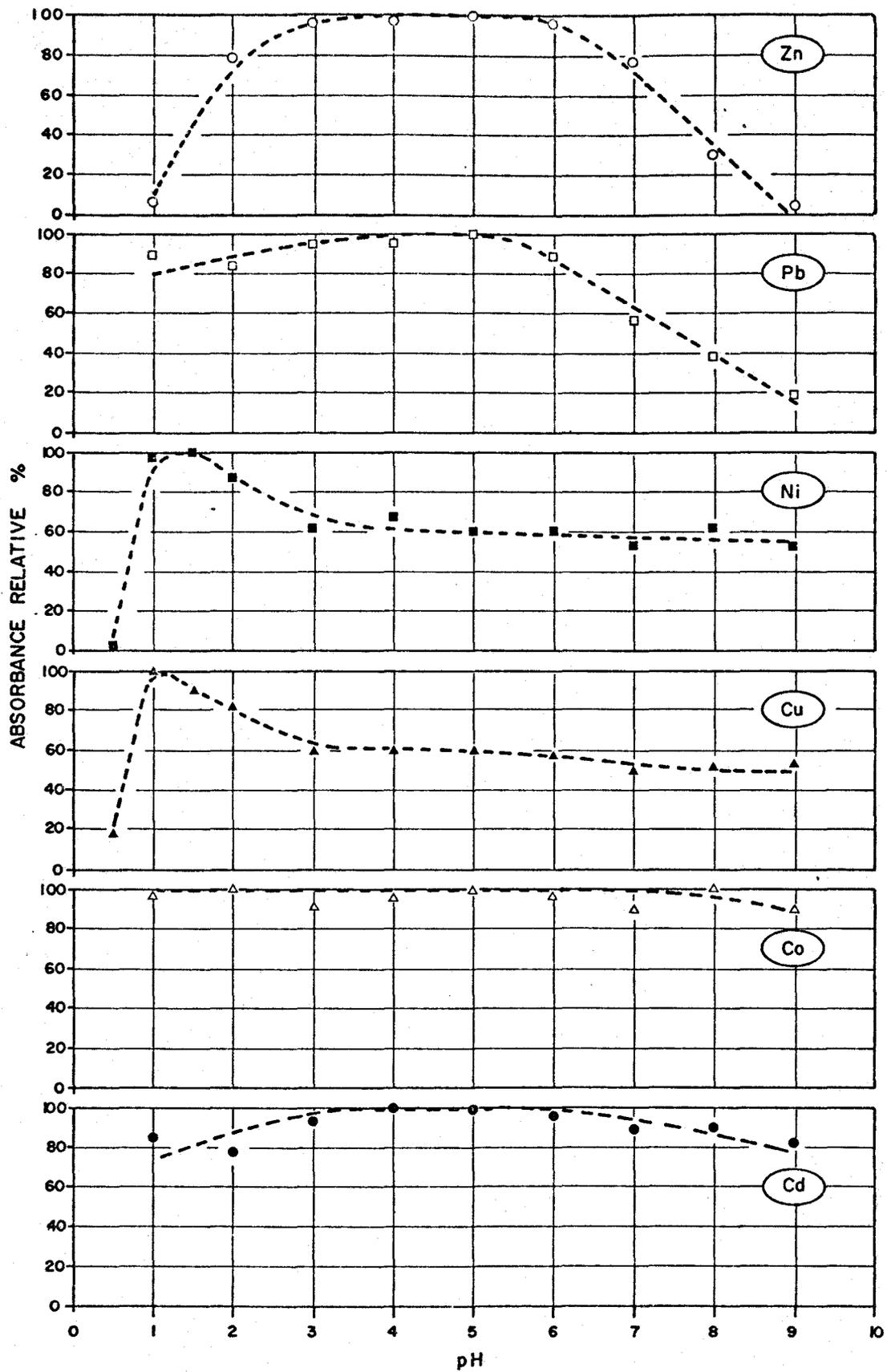


Figure 3.1 Efficacité relative de l'extraction (APDC - MIBK ) en fonction du pH .

Si on compare les courbes de la Figure 3.1 avec celles obtenues précédemment pour la méthode de chélation-extraction manuelle (Campbell *et al.*, 1976), on ne constate que de faibles différences pour le cadmium, le cobalt, le plomb et le zinc. Par contre, le cuivre et le nickel se comportent de façon fort différente; l'efficacité décroît à partir de pH 1-2 pour la méthode automatisée, alors que ce n'était pas le cas pour la méthode manuelle. Ces différences peuvent probablement s'expliquer par les temps de réaction beaucoup plus courts dans le cas de la méthode automatisée que dans celui de la méthode manuelle. Quelques expériences semblent d'ailleurs suggérer que de tels facteurs cinétiques jouent un rôle important dans le cas du cuivre et du nickel. En effet, si on augmente le temps de contact entre les solutions aqueuses de ces deux métaux et l'APDC (de quelques minutes à 1 heure), on constate une augmentation importante de la concentration de ces métaux dans l'extrait.

### 3.2 Fidélité de la méthode de chélation-extraction

La fidélité de la méthode automatisée de chélation-extraction a été déterminée pour l'eau déminéralisée et pour une eau naturelle provenant de la rivière Yamaska (station de Scheffer Vale). A cette fin, des ajouts de métaux ont été effectués dans de l'eau déminéralisée ou dans l'eau naturelle; dix aliquots de chacune des eaux ont ensuite été soumis à la chélation-extraction (voir Annexe A) et l'absorbance a été mesurée dans les extraits par spectrométrie d'absorption atomique. Les concentrations de métaux ajoutés étaient choisies afin que la fidélité de la méthode corresponde à des concentrations faibles, moyennes et fortes de chacun des métaux traces.

Les résultats obtenus pour les six métaux étudiés sont présentés dans les tableaux 3.2 à 3.7. On constate que la fidélité est aussi bonne pour l'eau naturelle que pour l'eau déminéralisée. Par ailleurs, la méthode est moins fidèle pour les concentrations faibles qui se rapprochent de la limite de sensibilité.

TABLEAU 3.1 Fidélité de la méthode automatisée de chélation-extraction pour des ajouts de cadmium dans de l'eau déminéralisée ou dans un échantillon d'eau naturelle.

SOUS- ECHANTILLONS	Absorbance mesurée pour le cadmium					
	Ajout dans l'eau déminéralisée			Ajout dans l'eau naturelle		
	5 ppb	50 ppb	100 ppb	5 ppb	50 ppb	100 ppb
1	0.0123	0.120	0.191	0.0118	0.134	0.221
2	0.0133	0.120	0.206	0.0118	0.129	0.214
3	0.0123	0.119	0.178	0.0118	0.121	0.226
4	0.0113	0.125	0.173	0.0128	0.131	0.221
5	0.0113	0.120	0.188	0.0138	0.132	0.226
6	0.0113	0.118	0.183	0.0158	0.117	0.211
7	0.0113	0.120	0.173	0.0138	0.127	0.221
8	0.0113	0.120	0.183	0.0138	0.132	0.216
9	0.0123	0.121	0.176	0.0128	0.126	0.221
10	0.0123	0.119	0.173	0.0128	0.131	0.211
Moyenne	0.0119	0.120	0.182	0.0131	0.128	0.219
Ecart-type	0.00070	0.0019	0.0105	0.00125	0.0054	0.0055
Coefficient de variation (%)	5.9	1.6	5.8	9.6	4.2	2.5

TABLEAU 3.2 Fidélité de la méthode automatisée de chélation-extraction pour des ajouts de cobalt dans de l'eau déminéralisée ou dans un échantillon d'eau naturelle

SOUS- ECHANTILLONS	Absorbance mesurée pour le cobalt					
	Ajout dans l'eau déminéralisée			Ajout dans l'eau naturelle		
	20 ppb	50 ppb	100 ppb	20 ppb	50 ppb	100 ppb
1	0.0066	0.0146	0.0306	0.0047	0.0106	0.0226
2	0.0066	0.0146	0.0326	0.0037	0.0116	0.0216
3	0.0056	0.0156	0.0336	0.0037	0.0096	0.0206
4	0.0056	0.0146	0.0326	0.0047	0.0106	0.0216
5	0.0066	0.0146	0.0326	0.0047	0.0106	0.0206
6	0.0076	0.0136	0.0336	0.0057	0.0116	0.0206
7	0.0066	0.0136	0.0336	0.0057	0.0106	0.0206
8	0.0086	0.0136	0.0336	0.0057	0.0096	0.0216
9	0.0066	0.0136	0.0336	0.0067	0.0106	0.0216
10	0.0066	0.0146	0.0346	0.0057	0.0106	0.0216
Moyenne	0.0067	0.0143	0.0331	0.0051	0.0106	0.0213
Ecart-type	0.00088	0.00068	0.00108	0.00097	0.00067	0.00068
Coefficient de variation (%)	13.1	4.7	3.3	18.9	6.3	3.2

TABLEAU 3.3 Fidélité de la méthode automatisée de chélation-extraction pour des ajouts de cuivre dans l'eau déminéralisée ou dans un échantillon d'eau naturelle.

SOUS- ECHANTILLONS	Absorbance pour le cuivre					
	Ajout dans l'eau déminéralisée			Ajout dans l'eau naturelle		
	20 ppb	50 ppb	100 ppb	20 ppb	50 ppb	100 ppb
1	0.0065	0.0236	0.0555	0.0131	0.0231	0.0365
2	0.0065	0.0221	0.0530	0.0126	0.0216	0.0365
3	0.0065	0.0221	0.0545	0.0116	0.0221	0.0385
4	0.0065	0.0231	0.0525	0.0116	0.0211	0.0350
5	0.0070	0.0246	0.0530	0.0116	0.0221	0.0365
6	0.0070	0.0216	0.0530	0.0111	0.0206	0.0365
7	0.0065	0.0246	0.0520	0.0111	0.0216	0.0355
8	0.0070	0.0216	0.0510	0.0121	0.0206	0.0360
9	0.0065	0.0241	0.0570	0.0106	0.0206	0.0350
10	0.0065	0.0241	0.0550	0.0111	0.0206	
Moyenne	0.0067	0.0232	0.0537	0.0117	0.0214	0.0362
Ecart-type	0.00024	0.0012	0.0018	0.00076	0.00086	0.0011
Coefficient de variation (%)	3.6	5.2	3.4	6.5	4.0	2.9

TABLEAU 3.4 Fidélité de la méthode automatisée de chélation-extraction pour des ajouts de nickel dans de l'eau déminéralisée ou dans un échantillon d'eau naturelle

SOUS- ECHANTILLONS	Absorbance pour le nickel					
	Ajout dans l'eau déminéralisée			Ajout dans l'eau naturelle		
	20 ppb	50 ppb	100 ppb	20 ppb	50 ppb	100 ppb
1	0.0034	0.0144	0.0314	0.0060	0.0130	0.0220
2	0.0044	0.0134	0.0314	0.0080	0.0110	0.0180
3	0.0044	0.0134	0.0334	0.0070	0.0120	0.0210
4	0.0034	0.0144	0.0314	0.0070	0.0100	0.0220
5	0.0044	0.0144	0.0304	0.0070	0.0120	0.0220
6	0.0054	0.0134	0.0314	0.0060	0.0120	0.0230
7	0.0034	0.0144	0.0314	0.0060	0.0100	0.0230
8	0.0054	0.0114	0.0304	0.0060	0.0110	0.0230
9	0.0034	0.0134	0.0344	0.0060	0.0110	0.0220
10	0.0034	0.0134	0.0354	0.0050	0.0120	0.0230
Moyenne	0.0041	0.0136	0.0321	0.0064	0.0114	0.0219
Ecart-type	0.00082	0.00092	0.000170	0.00084	0.00097	0.00152
Coefficient de variation (%)	20.1	6.8	5.3	13.2	8.5	7.0

TABLEAU 3.5 Fidélité de la méthode automatisée de chélation-extraction pour des ajouts de plomb dans de l'eau déminéralisée ou dans un échantillon d'eau naturelle.

SOUS- ECHANTILLONS	Absorbance mesurée pour le plomb					
	Ajout dans l'eau déminéralisée			Ajout dans l'eau naturelle		
	20 ppb	50 ppb	100 ppb	20 ppb	50 ppb	100 ppb
1	0.0010	0.0035	0.0061	0.0018	0.0043	0.0098
2	0.0015	0.0035	0.0061	0.0023	0.0043	0.0103
3	0.0010	0.0035	0.0061	0.0018	0.0043	0.0103
4	0.0015	0.0030	0.0061	0.0023	0.0048	0.0098
5	0.0015	0.0040	0.0061	0.0023	0.0043	0.0093
6	0.0010	0.0035	0.0061	0.0018	0.0043	0.0088
7	0.0015	0.0040	0.0061	0.0013	0.0038	0.0093
8	0.0015	0.0035	0.0066	0.0018	0.0043	0.0098
9	0.0015	0.0030	0.0061	0.0013	0.0033	0.0098
10	0.0020	0.0030	0.0061	0.0018	0.0048	0.0093
Moyenne	0.0014	0.0035	0.0062	0.0019	0.0043	0.0097
Ecart-type	0.00032	0.00037	0.00016	0.00037	0.00044	0.00047
Coefficient de variation (%)	22.6	10.5	2.6	19.9	10.3	4,9

TABLEAU 3.6 Fidélité de la méthode automatisée de chélation-extraction pour des ajouts de zinc dans de l'eau déminéralisée ou dans un échantillon d'eau naturelle

SOUS- ECHANTILLONS	Absorbance mesurée pour le zinc					
	Ajout dans l'eau déminéralisée			Ajout dans l'eau naturelle		
	5 ppb	50 ppb	100 ppb	5 ppb	50 ppb	100 ppb
1	0.017	0.183	0.240	0.035	0.217	0.332
2	0.018	0.173	0.245	0.036	0.194	0.329
3	0.017	0.173	0.243	0.041	0.210	0.334
4	0.015	0.183	0.230	0.037	0.210	0.329
5	0.022	0.173	0.243	0.038	0.185	0.334
6	0.019	0.173	0.233	0.039	0.204	0.314
7	0.018	0.175	--	0.038	0.207	0.329
8	0.017	0.178	--	0.038	0.200	0.322
9	0.028	0.173	--	0.042	--	0.322
10	--	0.175	--	0.039	--	0.312
Moyenne	0.0190	0.176	0.239	0.0383	0.203	0.326
Ecart-type	0.0039	0.0041	0.0061	0.0021	0.0102	0.0079
Coefficient de variation (%)	20.4	2.3	2.6	5.5	5.0	2.4

### 3.3 Courbes de calibration et effets de matrice

Les courbes de calibration ont été construites, pour chaque métal, à la fois avec de l'eau déminéralisée et avec une eau naturelle (eau de la rivière Yamaska, station de Scheffer Vale). Une comparaison des deux courbes pour chaque métal permet de détecter s'il y a des effets de matrice.

Des ajouts de 2, 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80 et 100 ppb de chacun des métaux ont été effectués à des aliquots d'eau déminéralisée et d'eau naturelle; ces échantillons ont ensuite été soumis à la chélation-extraction (voir Annexe A) et l'absorbance a été mesurée dans l'extrait par spectrométrie d'absorption atomique. Ces expériences ont été effectuées au moins en triple pour toutes les concentrations; pour les concentrations ayant donné lieu à une détermination de la fidélité, elles étaient effectuées à dix reprises (voir section 3.2). Pour un métal et un type d'eau donnés, toutes les étapes (de l'ajout de métal à la mesure par spectrophotométrie d'absorption atomique) étaient effectuées à l'intérieur d'une journée afin de minimiser les problèmes de changement de concentration dans les extraits. Quand, pour un métal, les expériences étaient menées sur l'eau naturelle, des étalons de référence de 100 ppb, préparés dans de l'eau déminéralisée étaient également inclus avec la série d'échantillons d'eau naturelle afin de s'assurer que les conditions expérimentales (efficacité de la chélation-extraction, sensibilité du spectrophotomètre) étaient les mêmes pour la série dans l'eau déminéralisée et pour la série dans l'eau naturelle; dans le cas contraire, ces extraits servaient à corriger les absorbances mesurées dans l'eau naturelle. Pour détecter des variations dans la sensibilité du spectrophotomètre d'absorption atomique au cours de l'analyse d'une série d'extraits d'un métal, un extrait de ce métal, préparé manuellement (voir Campbell *et al*, 1976 pour la description de la méthode) en grande quantité était dosé fréquemment; dans le cas où il y avait variation de sensibilité, la valeur d'absorbance obtenue pour ce dernier extrait servait à corriger les résultats.

Les courbes de calibration obtenues sont présentées sur les Figures 3.1 à 3.6; elles montrent:

- que pour le cadmium, le cobalt et le zinc, il n'y a pratiquement pas d'effet de matrice
- 
- que pour le nickel et peut-être le plomb, il y a un léger effet de matrice; la différence de pente entre les deux courbes, pour ces métaux, peut cependant être attribué en partie aux erreurs expérimentales
  
- que pour le cuivre, il y a un net effet de matrice.

Dans ce dernier cas, cet effet pourrait être dû à la cinétique des réactions de décomplexation (avec les ligands contenus dans l'eau naturelle) et de complexation (avec l'APDC) du cuivre. Il sera donc nécessaire, pour doser le cuivre en utilisant la technique de chélation-extraction automatisée, de procéder par la méthode des ajouts dosés.

#### 3.4 Sensibilité, limite de sensibilité et gain de sensibilité

La sensibilité est définie ici comme la concentration de métal nécessaire dans l'échantillon d'eau original pour produire, après les étapes de chélation-extraction, une absorbance de 0,0044 (1% d'absorption) sur le spectrophotomètre d'absorption atomique.

La limite de sensibilité est définie comme la concentration du métal dans l'échantillon d'eau original nécessaire pour produire, après les étapes de chélation-extraction, une absorbance égale à celle du témoin, plus deux fois celle du bruit de fond.

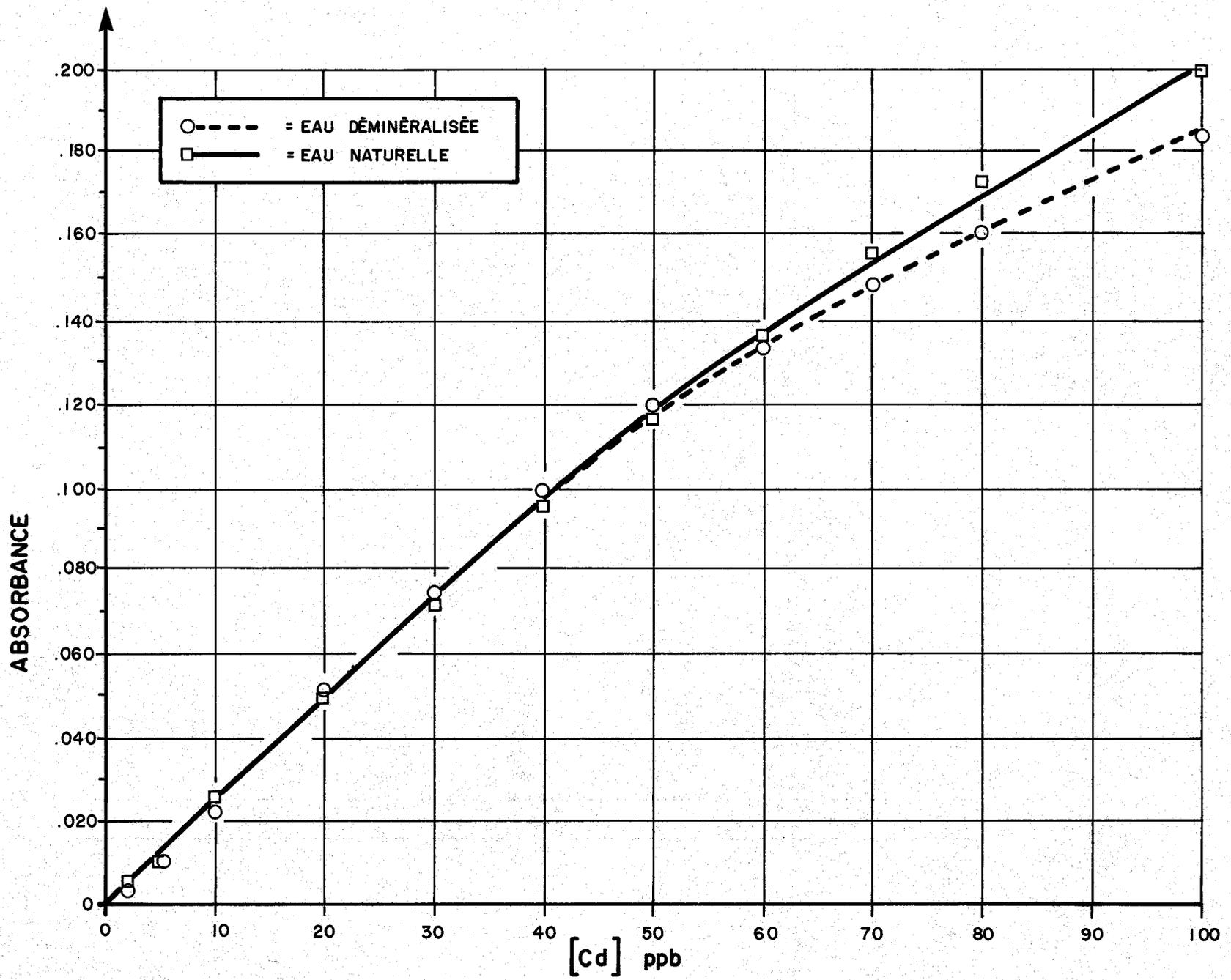


Figure 3,2 Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le cadmium

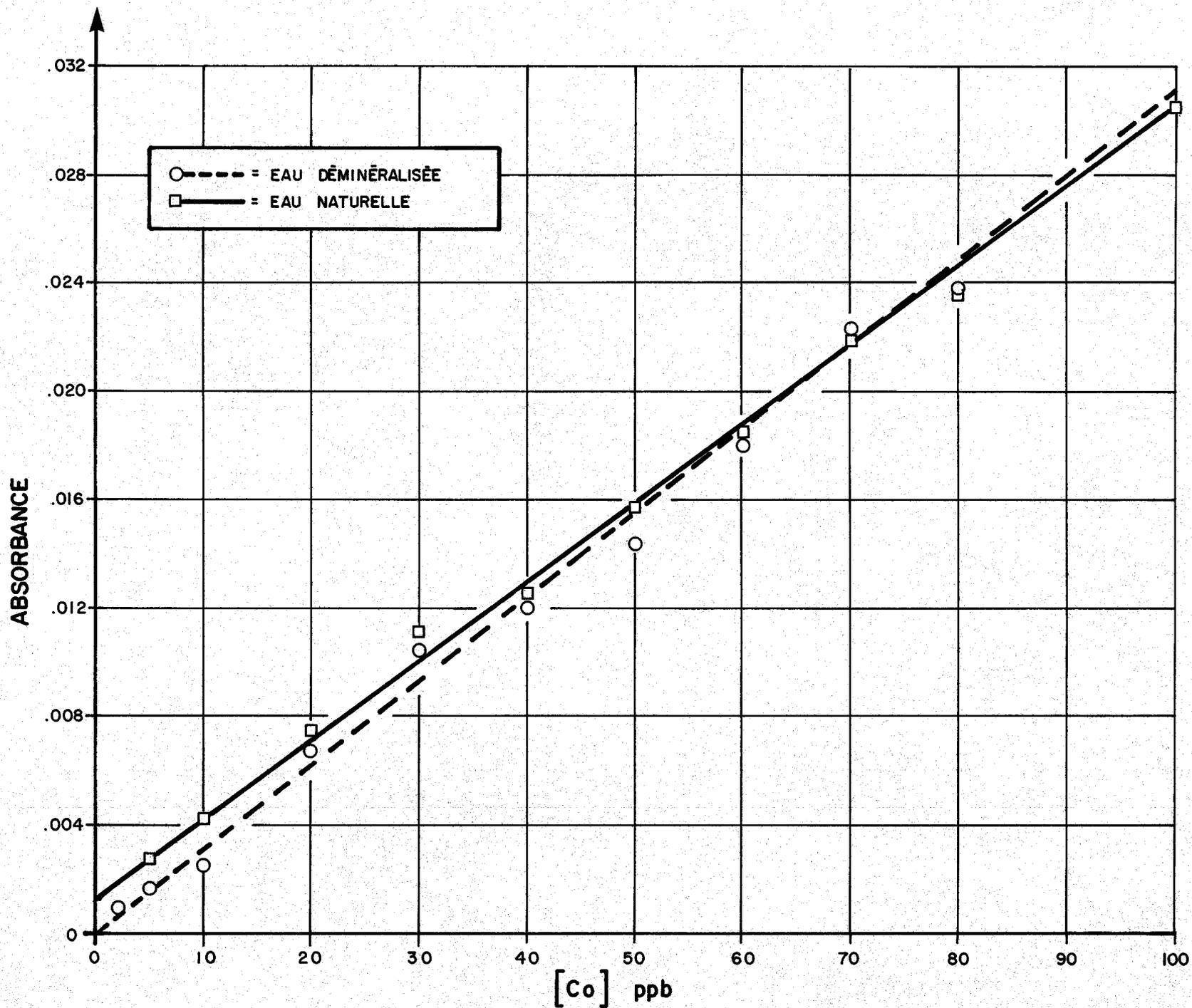


Figure 3.3 Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le cobalt

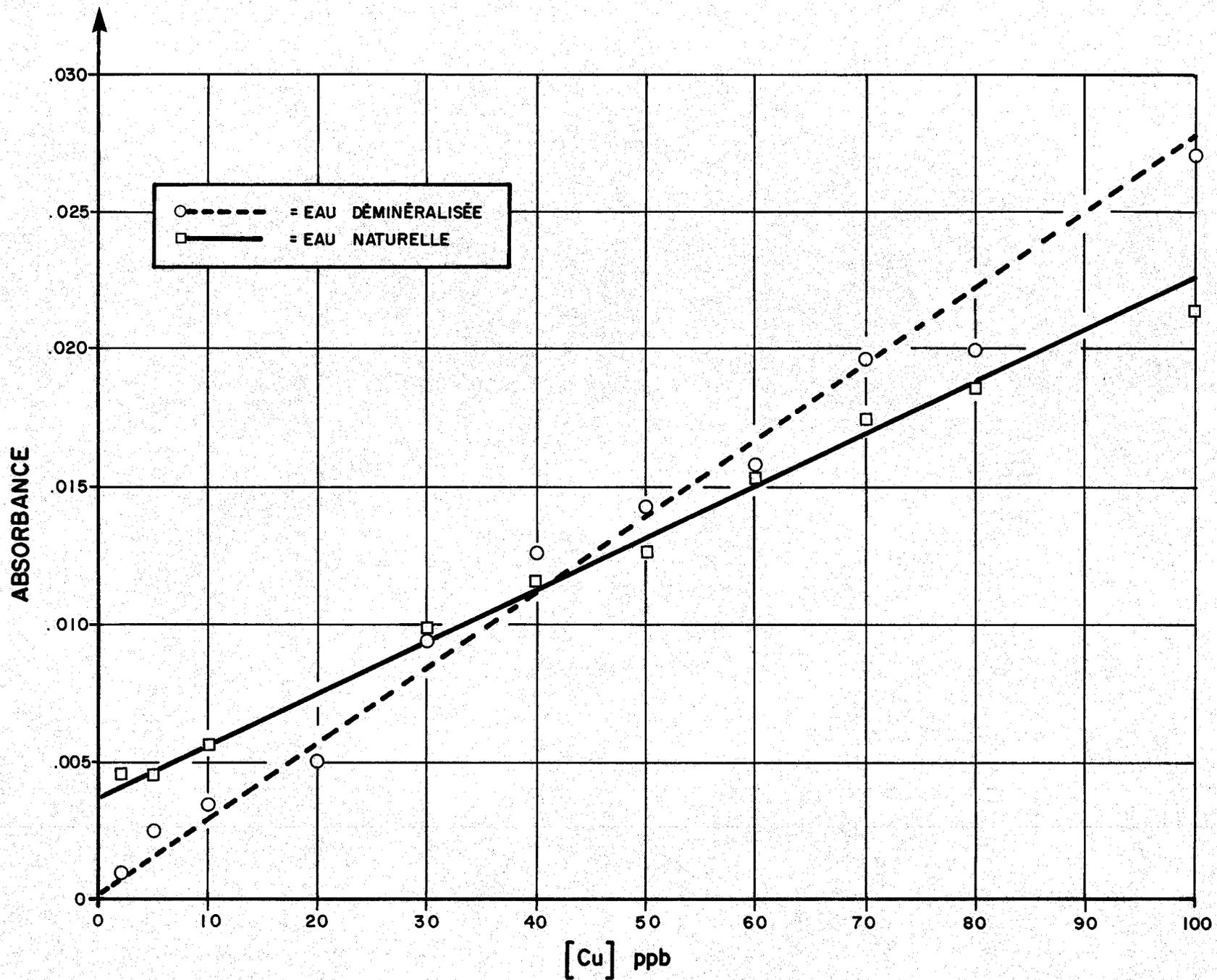


Figure 3.4 Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le cuivre

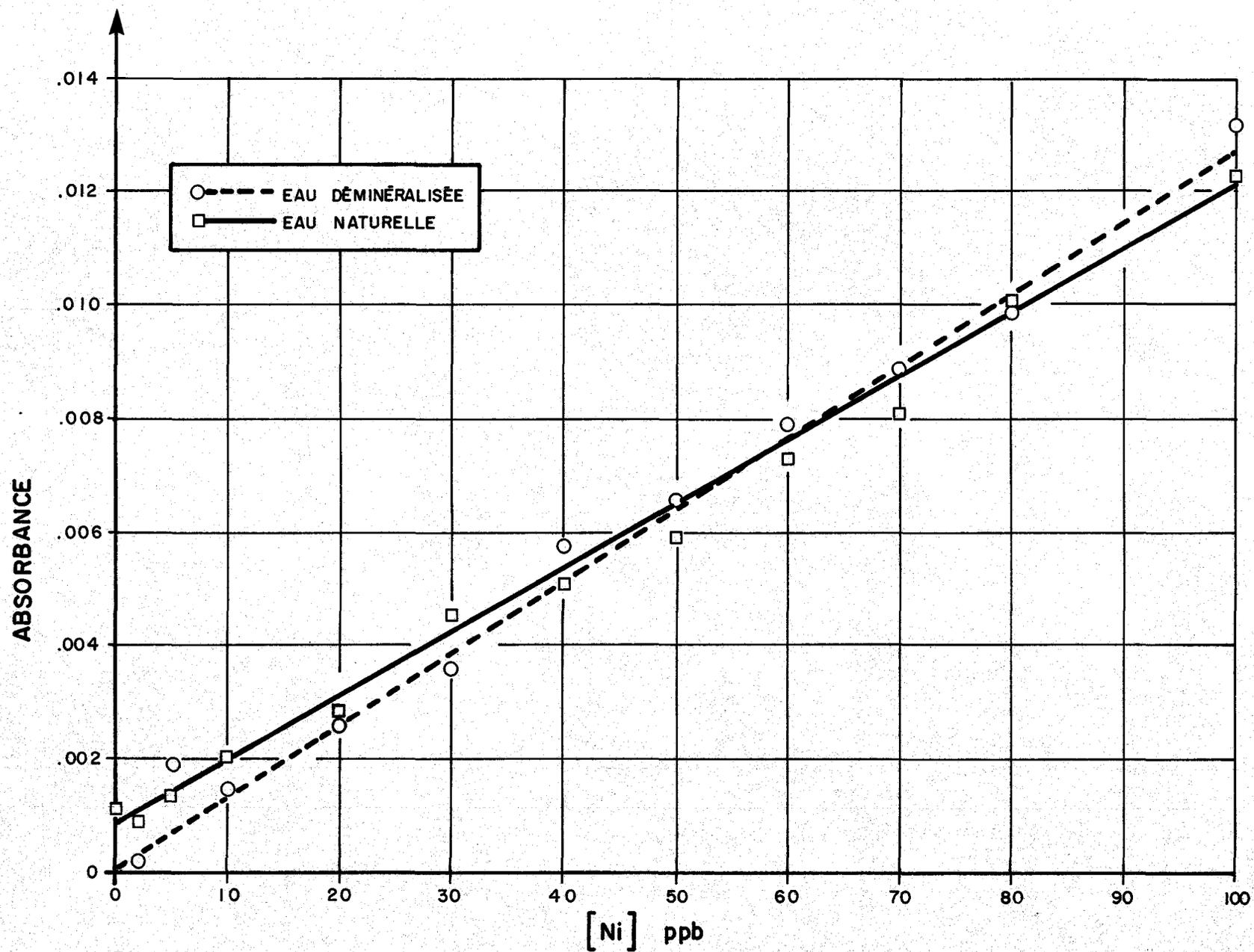


Figure 3,5 Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le nickel

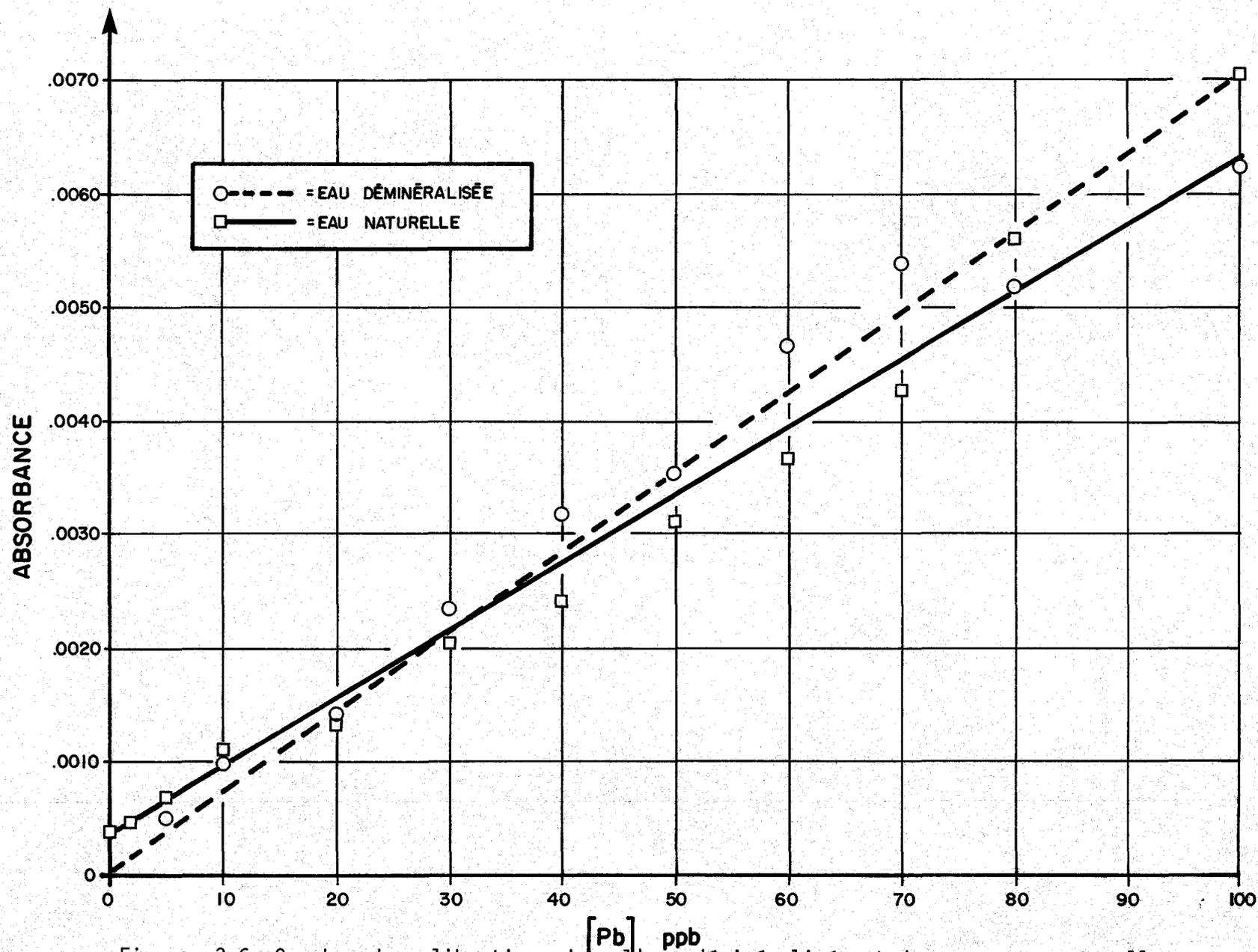


Figure 3,6 Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le plomb

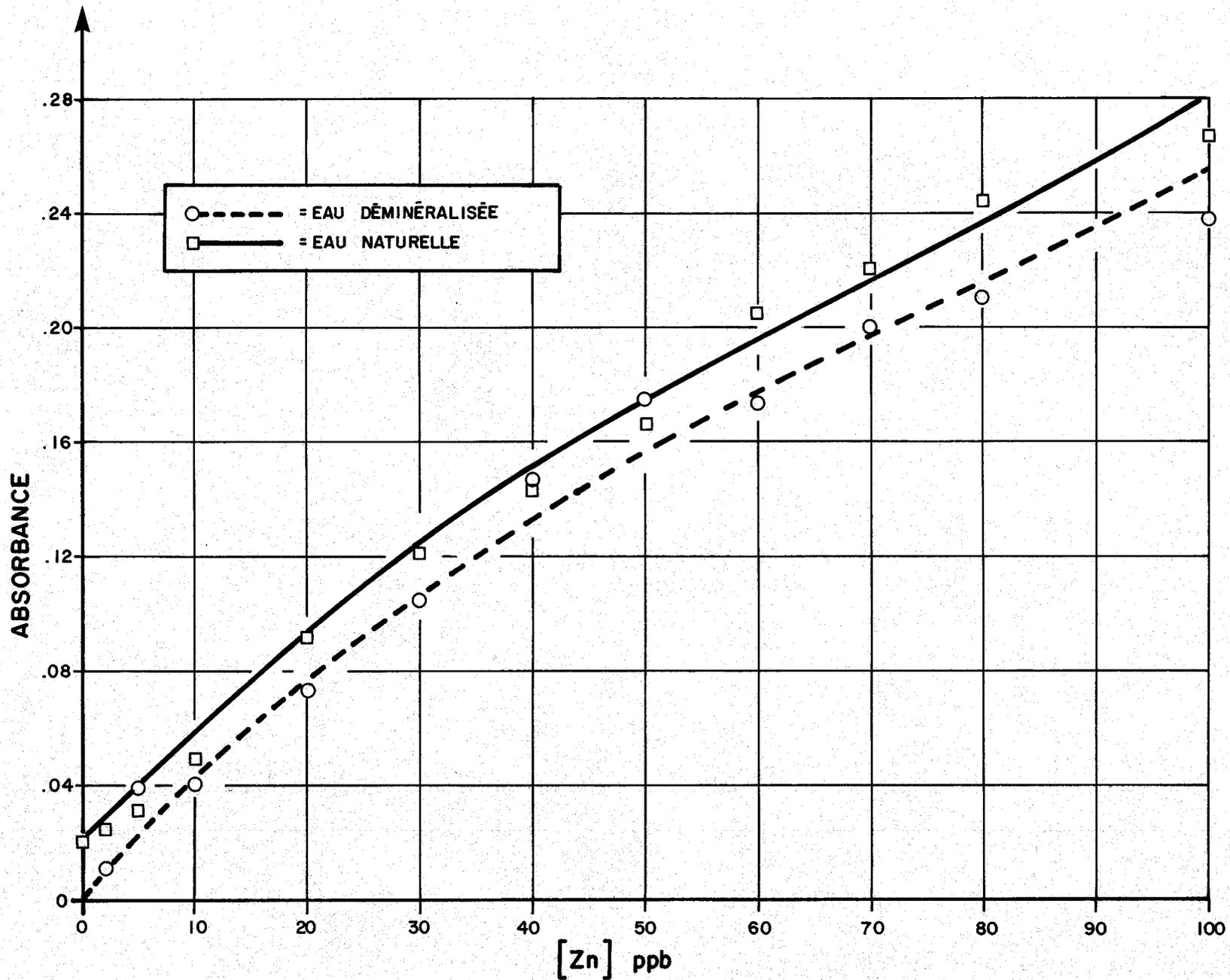


Figure 3.7 Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le zinc

Le gain de sensibilité représente le gain obtenu en mesurant, par absorption atomique, le métal dans l'extrait (après la chélation-extraction) plutôt que directement dans l'échantillon d'eau.

Le tableau 3.7 regroupe les valeurs obtenues pour la sensibilité la limite de sensibilité et le gain de sensibilité. Ces valeurs ne sont pas absolues; elles correspondent à un ajustement particulier des conditions d'opération de l'appareil d'absorption atomique (chaleur de la flamme, débit des gaz, vitesse d'aspiration, etc.) ainsi qu'à une efficacité donnée des étapes de chélation-extraction. Ces résultats sont les meilleurs qu'on a pu obtenir avec le montage actuel opérant dans les conditions décrites à l'annexe A.

TABLEAU 3.7 Sensibilité, limite de sensibilité et gain de sensibilité pour les six métaux étudiés

Métal	Sensibilité (ppb)	Limite de sensibilité (ppb)	Gain de sensibilité
Cadmium	2.1	1	12X
Cobalt	15	6	10X
Cuivre	10	2	8X
Nickel	15	10	10X
Plomb	46	10	11X
Zinc	1.5	1	12X

#### 4- STABILITE DES CHELATES EXTRAITS

Lorsque plusieurs échantillons doivent être analysés, il peut devenir avantageux d'effectuer les opérations par étapes. Il est possible, par exemple, que les extractions soient effectuées sur réception des échantillons, que les extraits soient conservés pendant un certain temps et que l'analyse des éléments traces soit effectuée par spectrométrie d'absorption atomique lorsque le nombre d'échantillons est suffisant et/ou le personnel est disponible. C'est dans le but de permettre un peu plus de flexibilité aux opérations de laboratoire qu'on a voulu vérifier la stabilité des chélates extraits.

Pour chaque métal, des étalons ont donc été préparés dans une eau naturelle (eau de la rivière Yamaska, station de Scheffer Vale). Pour rendre plus claire la méthodologie suivie, les opérations effectuées pour vérifier la stabilité des chélates sont résumées dans le tableau 4.1. On note que:

- les extraits de  $R_1, R_2, R_3, R_1', R_2'$  et  $R_3'$  servent à corriger les résultats obtenus à la fois pour les changements de sensibilité de l'absorption atomique et pour les changements d'efficacité de l'extraction (p.e. lorsqu'on veut comparer les extraits de  $E_1$  et  $E_1'$ ).
- l'extrait préparé manuellement sert à corriger pour les changements de sensibilité de l'absorption atomique au cours du dosage et, également, à corriger pour les changements de sensibilité de l'absorption atomique entre les jours 1, 2 et 10.

TABLEAU 4.1 Résumé des opérations effectuées pour vérifier la stabilité des chélates d'un métal donné

Jour	Opérations effectuées	Code
1	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Préparation d'étalons dans l'eau naturelle, à deux concentrations désirées</li> <li>- Préparation en triple dans l'eau déminéralisée, d'un étalon de référence de 100 ppb</li> <li>- Chélation-extraction de 6 aliquots de E<sub>1</sub> et de E<sub>2</sub> et de 3 aliquots de R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> et R<sub>3</sub></li> <li>- Dosage par absorption atomique de 3 extraits de R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub> et R<sub>3</sub> et à plusieurs reprises d'un extrait du métal préparé manuellement (Campbell <i>et al.</i>, 1976)</li> <li>- Entreposage à 4°C et en absence de lumière des 6 extraits de E<sub>1</sub> et E<sub>2</sub>.</li> </ul>	<p>E<sub>1</sub>, E<sub>2</sub> R<sub>1</sub>, R<sub>2</sub>, R<sub>3</sub></p>
2 ou 10	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Préparation d'étalons dans l'eau naturelle de mêmes concentrations que E<sub>1</sub> et E<sub>2</sub></li> <li>- Préparation en triple, dans l'eau déminéralisée, d'un étalon de référence de 100 ppb</li> <li>- Chélation-extraction de 3 aliquots de E<sub>1</sub><sup>1</sup>, E<sub>2</sub><sup>1</sup>, R<sub>1</sub><sup>1</sup>, R<sub>2</sub><sup>1</sup> et R<sub>3</sub><sup>1</sup></li> <li>- Dosage par absorption atomique:               <ul style="list-style-type: none"> <li>. des trois extraits de E<sub>1</sub><sup>1</sup>, E<sub>2</sub><sup>1</sup>, R<sub>1</sub><sup>1</sup>, R<sub>2</sub><sup>1</sup> et R<sub>3</sub><sup>1</sup></li> <li>. de trois des six extraits de E<sub>1</sub> et E<sub>2</sub></li> <li>. à plusieurs reprises, d'un extrait préparé manuellement (Campbell <i>et al.</i>, 1976)</li> </ul> </li> </ul>	<p>E<sub>1</sub><sup>1</sup>, E<sub>2</sub><sup>1</sup> R<sub>1</sub><sup>1</sup>, R<sub>2</sub><sup>1</sup>, R<sub>3</sub><sup>1</sup></p>

Les résultats obtenus, une fois les diverses corrections apportées, sont présentés dans le tableau 4.2. Sur la base de ces résultats, on peut admettre que les chélates de cadmium, cobalt, plomb et zinc se conservent pour au moins dix jours; on n'observe ni perte ni gain importants de ces métaux. Les chélates de cuivre et de nickel semblent se bien conserver pendant deux jours. Cependant, pour ces deux métaux, un entreposage de dix jours est trop long et amène des changements évidents, surtout pour le nickel.

TABLEAU 4.2 Stabilité des chélates de cadmium, cobalt, cuivre, nickel, plomb et zinc \*

Métal	Concentration ajoutée (ppb)	Extraction le 1 <sup>er</sup> jour et dosage 1e		Extraction et dosage le	
		2 <sup>e</sup> jour	10 <sup>e</sup> jour	2 <sup>e</sup> jour	10 <sup>e</sup> jour
Cd	5	.0119 ± .0015	.0105 ± .0010	.0112 ± .0011	.0098 ± .0010
	25	.0573 ± .0019	.0533 ± .0010	.0530 ± .0014	.0528 ± .0010
Co	20	.0048 ± .0005	.0042 ± 0	.0043 ± 0	.0066 ± .0006
	100	.0247 ± .0014	.0283 ± .0019	.0219 ± 0	.0264 ± .0012
Cu	5	.0022 ± .0002	.0020 ± .0016	.0021 ± .0002	.0038 ± .0009
	25	.0113 ± .0008	.0100 ± .0038	.0091 ± .0006	.0174 ± .0011
Ni	20	.0062 ± .0006	.0016 ± .0034	.0049 ± .0005	.0080 ± .0012
	100	.0279 ± .0011	.0045 ± .0055	.0200 ± .0019	.0293 ± .0009
Pb	20	.0021 ± .0003	.0023 ± .0003	.0023 ± .0003	.0024 ± .0007
	100	.0105 ± .0006	.0115 ± .0003	.0101 ± .0003	.0120 ± .0007
Zn	5	.0319 ± .0024	.0314 ± .0025	.0310 ± .0020	.0364 ± .0025
	25	.0959 ± .0041	.0919 ± .0030	.0925 ± .0040	.0907 ± .0054

\* Les résultats indiqués représentent la moyenne de trois mesures et l'erreur est l'écart-type.

## 5- RECOMMANDATIONS

### 5.1 Préparation du matériel

Etant donné les faibles concentrations de métaux traces rencontrées dans les eaux naturelles, il est nécessaire de prendre certaines précautions avec le matériel qui vient en contact avec les échantillons d'eau. Il est recommandé:

- . *que tout le matériel (verrerie, contenants, etc) en contact avec les échantillons d'eau soit en Pyrex ou en polyéthylène et qu'il soit nettoyé, avant usage, selon la procédure décrite dans l'Annexe A;*
- . *que les membranes filtrantes soient traitées avant usage, selon la procédure décrite dans l'Annexe A;*
- . *qu'on ne filtre pas de solutions acides avec les membranes filtrantes; on risquerait alors de solubiliser des métaux de la membrane;*
- . *qu'avant d'utiliser un nouveau réactif, on vérifie sa contamination en métaux traces; les réactifs mentionnés dans l'Annexe A ont tous été vérifiés*

### 5.2 Traitement avant analyse

Si on veut doser les métaux traces en solution, il est recommandé, étant donné les dangers de changements de concentration qui peuvent se produire:

- . *de filtrer sur le terrain et d'acidifier, aussitôt après, les échantillons d'eau avec 5 ml d'acide nitrique (Aristar) par litre d'échantillon, ce qui correspond à un pH d'environ 1.2.*

Si on veut doser les métaux traces "totaux" incluant ceux qui sont contenus dans le matériel en suspension, il est recommandé:

- . *d'acidifier sur le terrain, aussitôt après le prélèvement, les échantillons d'eau avec 5 ml d'acide nitrique (Aristar) par litre d'échantillon;*
- . *d'effectuer une digestion des échantillons avant de les soumettre à la chélation-extraction*

### 5.3 Méthode d'analyse

Suite aux résultats obtenus et à l'expérience acquise, il est recommandé:

- . *que la méthode de chélation-extraction en continu soit utilisée;*
- . *que les résultats soient dépouillés très méticuleusement, surtout pour les faibles concentrations;*
- . *qu'on ne dose, par absorption atomique, qu'un métal par extrait (ce qui facilite le dépouillement des résultats en donnant un plateau plus long) même s'il y a possibilité d'en doser deux;*
- . *qu'on utilise la technique des ajouts dosés pour le cuivre;*
- . *que pour les autres métaux, on vérifie, pour différents types d'eau naturelle, qu'on n'a pas d'effets de matrice (on pourra alors utiliser une courbe de calibration préparée dans l'eau déminéralisée);*
- . *de doser les extraits d'abord à la flamme;*
- . *dans le cas où les concentrations ne sont pas assez élevées, d'entreposer les extraits (en respectant les conditions et les délais d'entreposage décrits ci-dessous) et de les doser en utilisant l'absorption atomique sans flamme (après avoir vérifié que cette technique n'introduit pas d'effets de matrice).*

#### 5.4 Entreposage des extraits

En tenant compte des résultats obtenus sur la conservation des extraits, il est recommandé, si ces extraits ne peuvent être dosés immédiatement par absorption atomique:

- . *qu'ils soient entreposés à 4°C, en absence de lumière;*
- . *que le temps d'entreposage ne dure pas plus de deux jours pour le cuivre et le nickel, à moins qu'on ait vérifié qu'ils peuvent être conservés pour plus longtemps;*
- . *que le temps d'entreposage ne dure pas plus de dix jours pour le cadmium, le cobalt, le plomb et le zinc, à moins qu'on ait vérifié qu'ils peuvent être conservés pour plus longtemps.*

#### 5.5 Améliorations suggérées

Quelques suggestions sont faites ci-dessous dans le but, soit de réduire le travail nécessaire pour effectuer les opérations, soit de permettre plus de flexibilité au laboratoire.

Pour réduire le temps nécessaire pour l'ajustement du pH, on pourrait ajouter une solution tampon à l'échantillon; cet ajout pourrait même être effectué de façon automatique dans la cartouche. Il faudrait cependant s'assurer que la solution tampon ne contamine pas en métaux trace et qu'elle ne compétitionne pas efficacement avec l'APDC pour la chélation.

Le couplage *sortie de la cartouche analytique-spectrophotomètre d'absorption atomique* pourrait être effectué assez facilement. Il faudrait cependant vérifier s'il n'y a pas de changements de sensibilité du spectrophotomètre (p.e. suite à un blocage partiel du nébulisateur).

L'utilisation de la technique d'absorption atomique sans flamme (four au graphite) n'apporte probablement pas d'effets de matrice, étant donné qu'il est assez facile de se débarrasser du solvant par pré-chauffage et que la matrice inorganique a été éliminée par l'extraction; ce serait cependant souhaitable de le vérifier.

Finalement, afin de permettre plus de flexibilité aux opérations de laboratoire, il serait souhaitable de vérifier la conservation des échantillons d'eau.

## BIBLIOGRAPHIE

Campbell, P.G.C., Tessier, A. et Bisson M.

"Etude intégrée de la qualité des eaux des bassins versants des rivières Saint-François et Yamaska". Volume 1: Secteur des métaux traces. Ministère des Richesses naturelles, Direction générale des eaux, Service Qualité des eaux, 141 p.

Goulden, P.D., Brooksbank, P. et Ryan, J.F.

"Automated solvent extraction for the determination of trace metals in water by AAS". Amer. Lab., 5, 10-17 (1973).

Pierce, F.D., Gortatowski, M.J., Mecham, H.D. et Fraser, R.S.

"Improved automated extraction method for atomic absorption spectrometry". Anal. Chem., 47, 1132-1135 (1975).

## ANNEXE A

Procédure pour la chélation-extraction  
des métaux traces en continu

## PROCEDURE POUR LA CHELATION-EXTRACTION DES METAUX TRACES EN CONTINU

## 1- Pré-traitement et préparation du matériel

Pour la filtration sur membrane 0.45  $\mu\text{m}$ , celles-ci doivent avoir été traitées préalablement de la façon suivante:

- . laisser tremper les membranes pendant 2 heures dans l'acide nitrique (3%  $\text{HNO}_3$  v/v);
- . les laver à l'eau déminéralisée.

Tout le matériel (verrerie, contenant, etc) en contact avec les échantillons d'eau sont lavés de la façon suivante:

- . laisser tremper dans l'acide nitrique (ACS) 14% v/v pendant 24 heures;
- . rincer abondamment avec de l'eau déminéralisée.

## 2- Principe de la méthode

Après un ajustement du pH (fait manuellement), les métaux traces sont complexés par l'APDC et, ensuite, extraits dans le MIBK. La cartouche analytique est montée de façon à permettre deux systèmes parallèles de chélation-extraction en continu; l'échantillon d'eau est séparé, mélangé avec l'APDC, extrait dans le MIBK et recombéné avant d'entrer dans le séparateur de phases. Les volumes d'extraits obtenus permettent le dosage de deux métaux. La figure A.1 montre le montage expérimental.

## 3- Réactifs

- MIBK (*Fisher ACS*)
- APDC (*Fisher Scientific, grade réactif*)

Dissoudre 1 g d'APDC dans 100 ml d'eau déminéralisée. Effectuer deux extractions successives de cette solution avec 20 ml de MIBK.

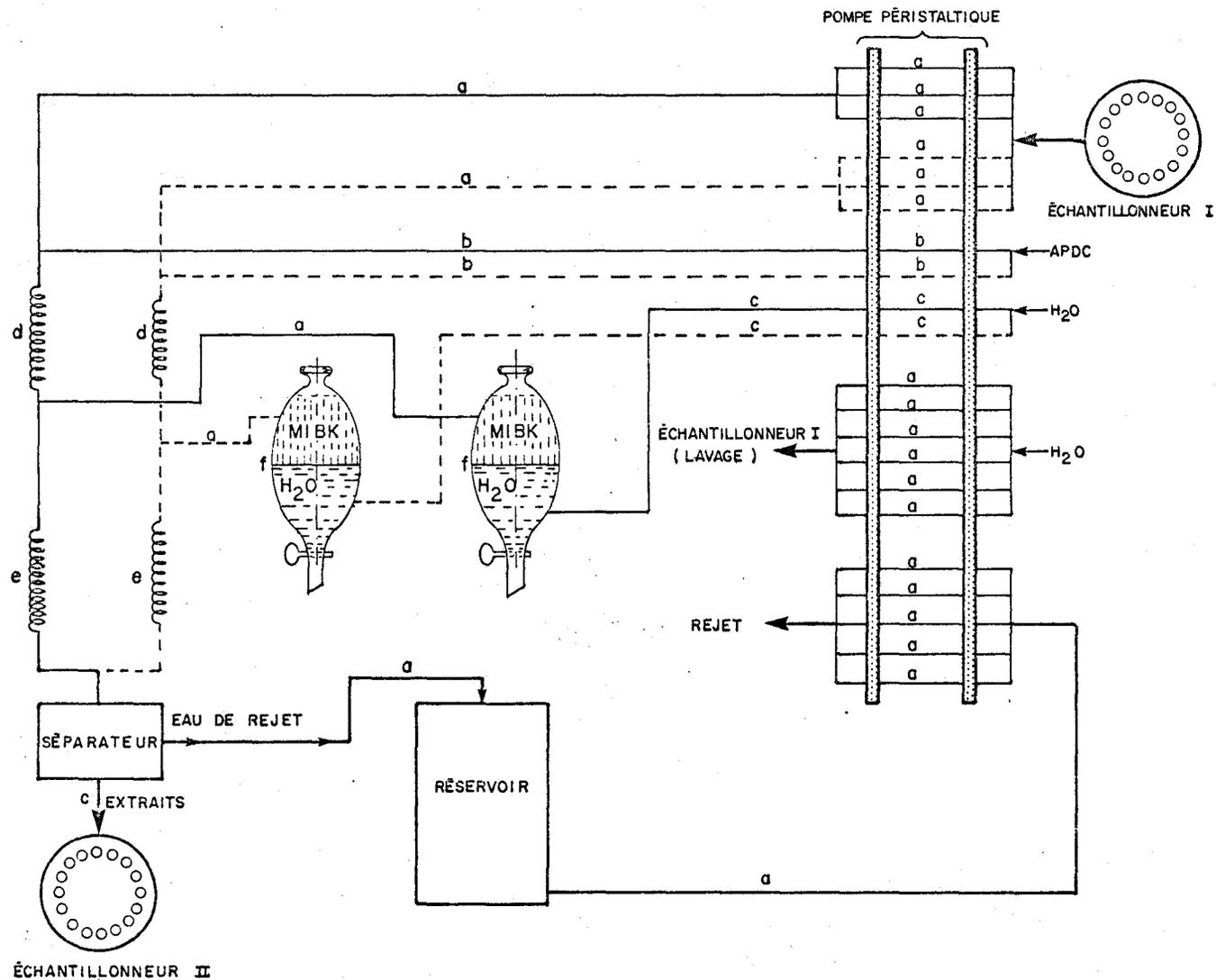


Figure A.1 Schéma du montage expérimental pour la chélation-extraction des métaux traces.

## Notes explicatives pour la Figure A.1

- a: tube de silicone; diamètre interne 0.110 po.
- b: tube de silicone; diamètre interne 0.025 po.
- c: tube de silicone; diamètre interne 0.065 po.
- d: bobine de mélange (Technicon Instruments Corporation, COIL 27.50TS2.4 mm LH2)
- e: bobine d'extraction (Technicon Instruments Corporation, COIL 30.00TS3.4 mm EXTRACTR)
- f: fioles à décantation d'un litre, modifiées pour servir de réservoir de MIBK; l'ouverture supérieure qui sert à introduire le volume de MIBK est fermée hermétiquement; le robinet, à la partie inférieure, est conservé pour drainer l'eau accumulée après utilisation du système. Il faut éviter de lubrifier le robinet car la plupart des graisses sont solubles dans le MIBK.

- $HNO_3$  (grade Aristar)
- $NH_4OH$  (grade de laboratoire)
- étalons de cadmium, cobalt, cuivre, nickel, plomb, zinc (Fisher Scientific, 1000 ppm)
- eau déminéralisée ajustée à pH 1.5 ou 4.0 pour alimenter le système de lavage du montage expérimental.

#### 4- Procédure analytique

- Ajuster le pH manuellement:
  - . à  $4.0 \pm 0.5$  pour le cadmium, le cobalt, le plomb et le zinc
  - . à  $1.5 \pm 0.05$  pour le cuivre et le nickel
- Ajouter le MIBK aux deux réservoirs de solvant (laisser un coussin d'air d'environ 10 cc) et les fermer hermétiquement.
- . Mettre en opération la cartouche pendant environ 15 minutes; cette opération a pour but de laver le montage.
- Intercaler les échantillons à analyser avec des aliquots d'eau déminéralisée (ajustés à pH 1.5 ou 4.0). Lorsqu'on veut mesurer l'absorbance des réactifs, il est nécessaire d'intercaler deux aliquots successifs d'eau déminéralisée et de mesurer l'absorbance du deuxième.
- Intercaler de temps à autre des étalons.
- A la fin des opérations, laisser fonctionner la cartouche pendant environ cinq minutes afin de laver le montage.
- Pour la construction d'une courbe de calibration, les échantillons sont remplacés par des étalons.
- Lorsqu'on utilise la méthode des ajouts dosés, ces ajouts sont effectués avant l'ajustement du pH.

#### 5- Dosage par spectrophotométrie d'absorption atomique

Les conditions d'opération du spectrophotomètre Perkin-Elmer, modèle 360 sont données dans le Tableau A.1.

TABLEAU A.1 Conditions d'opération du spectrophotomètre d'absorption atomique Perkin-Elmer, modèle 360

	Cadmium	Cobalt	Cuivre	Nickel	Plomb	Zinc
Mode	ABS	ABS	ABS	ABS	ABS	ABS
Longueur d'onde (Å)	2288	2407	3248	2320	2833	2139
Largeur de la fente (µm)	0.7	0.2	0.7	0.2	0.7	0.7
Courant de la lampe (mA)	4	30	15	25	10	15
Flamme	air-acétylène	air-acétylène	air-acétylène	air-acétylène	air-acétylène	air-acétylène
Débit de l'air (lecture sur l'unité de contrôle du débit)	40	40	40	40	40	40
Débit de l'acétylène	15	15	15	15	15	15
Amortissement	TC-2	TC-2	TC-1	TC-2	TC-2	TC-2
Ouverture du nébulisateur (nombre de rotations complètes)	0	0	0	0	0	0

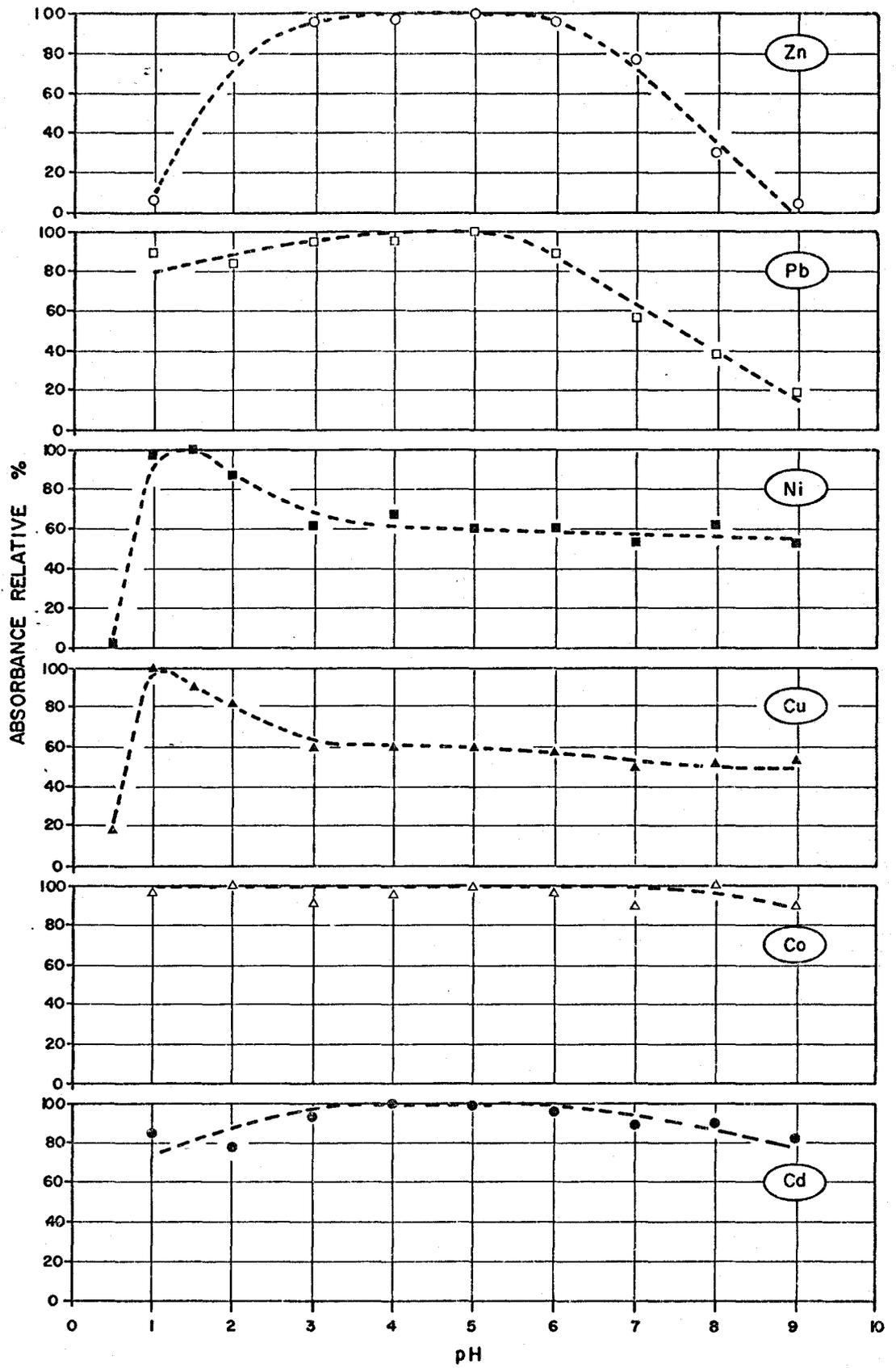


Figure 3.1 Efficacité relative de l'extraction (APDC - MIBK ) en fonction du pH .

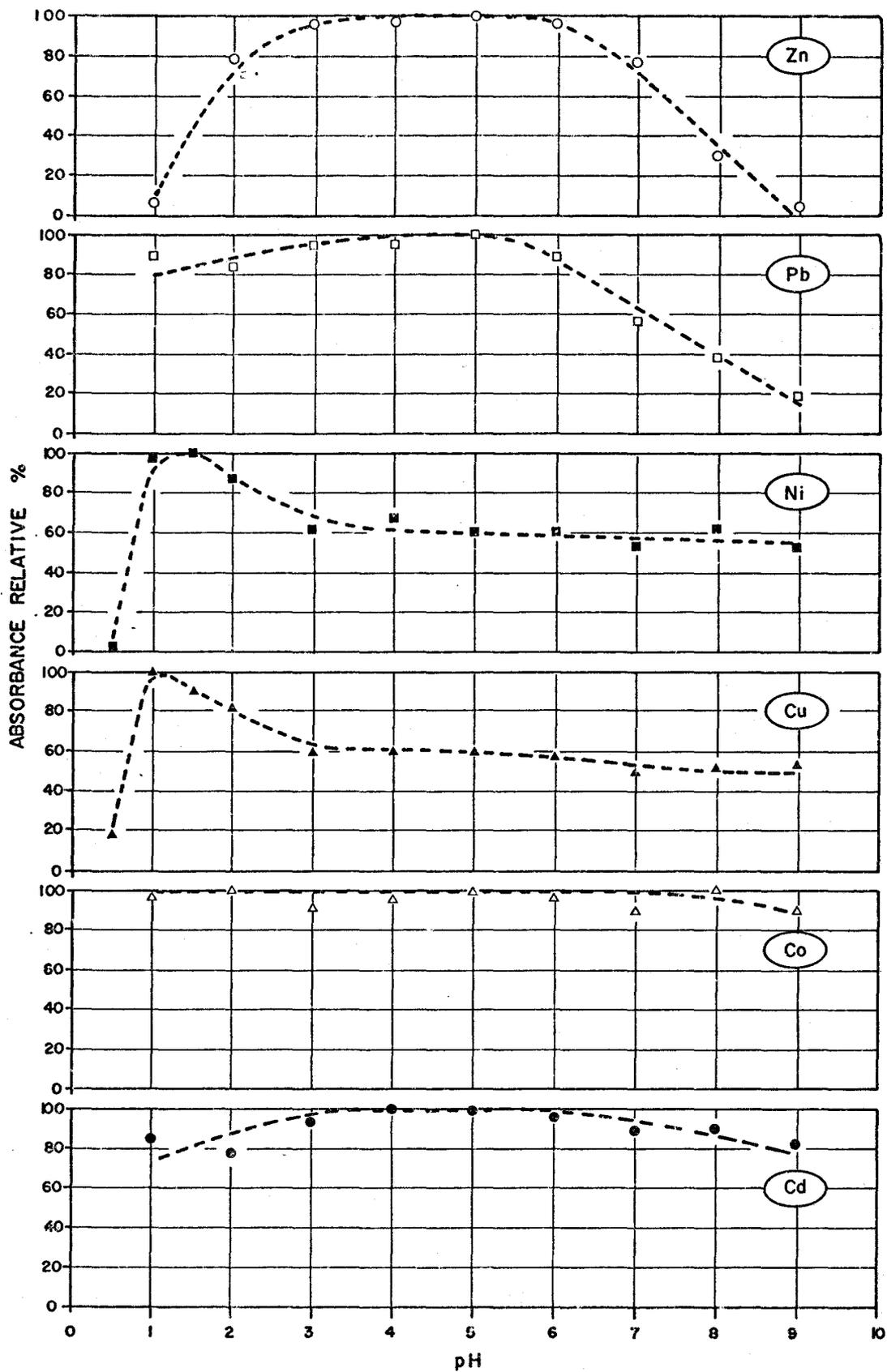


Figure 3.1 .Efficacité relative de l'extraction (APDC - MIBK ) en fonction du pH .

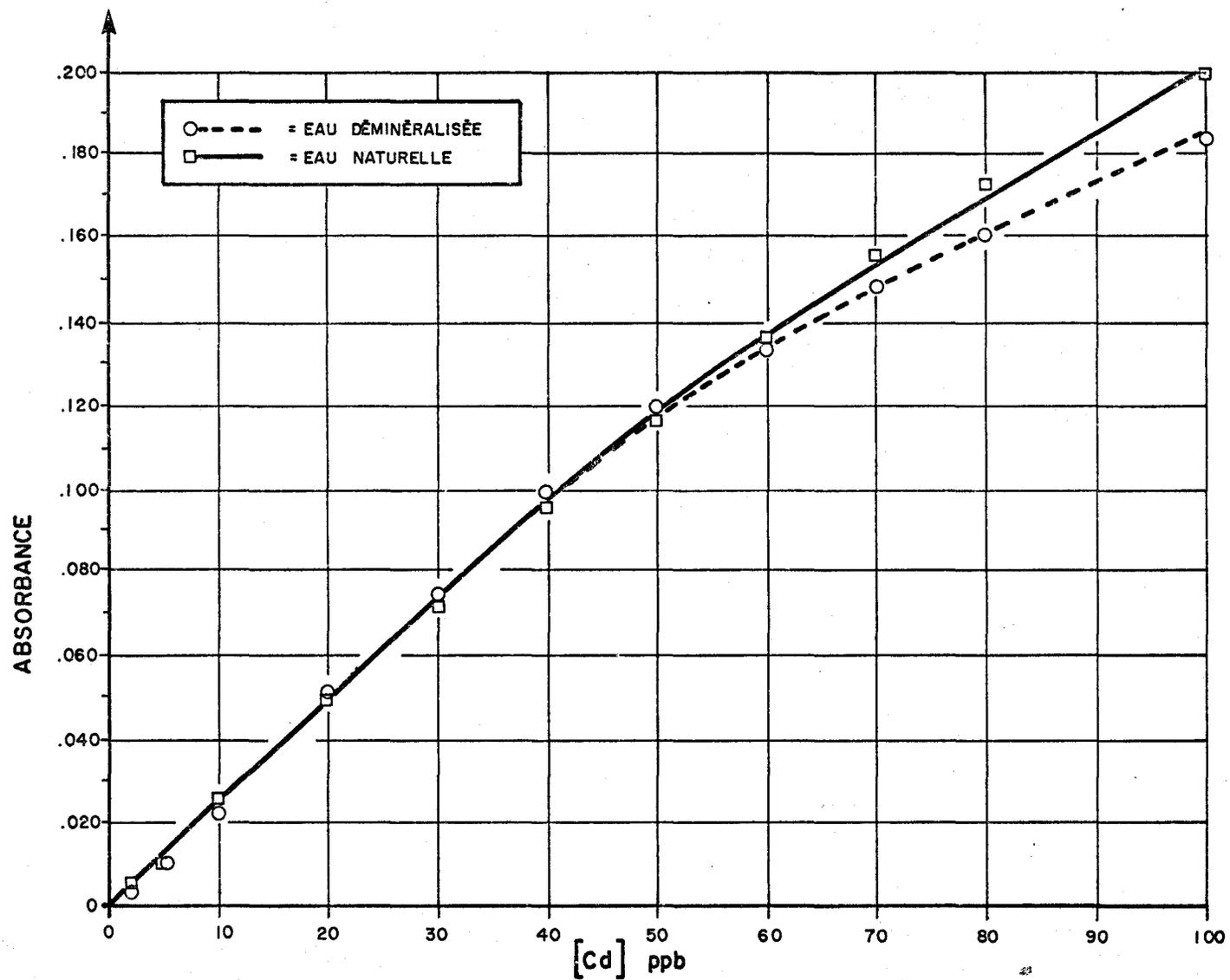


Figure 3,2 Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le cadmium

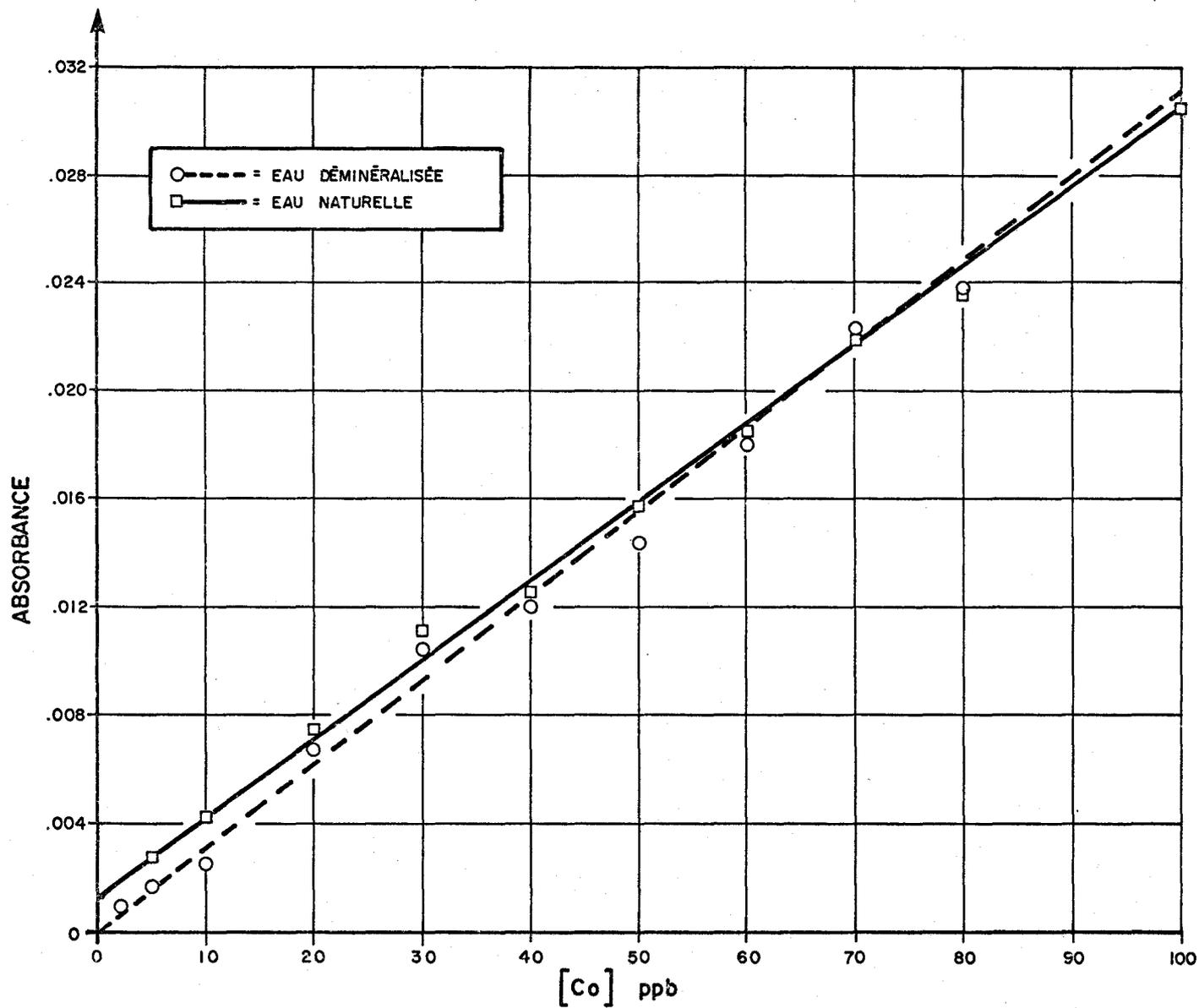


Figure 3.3 Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le cobalt

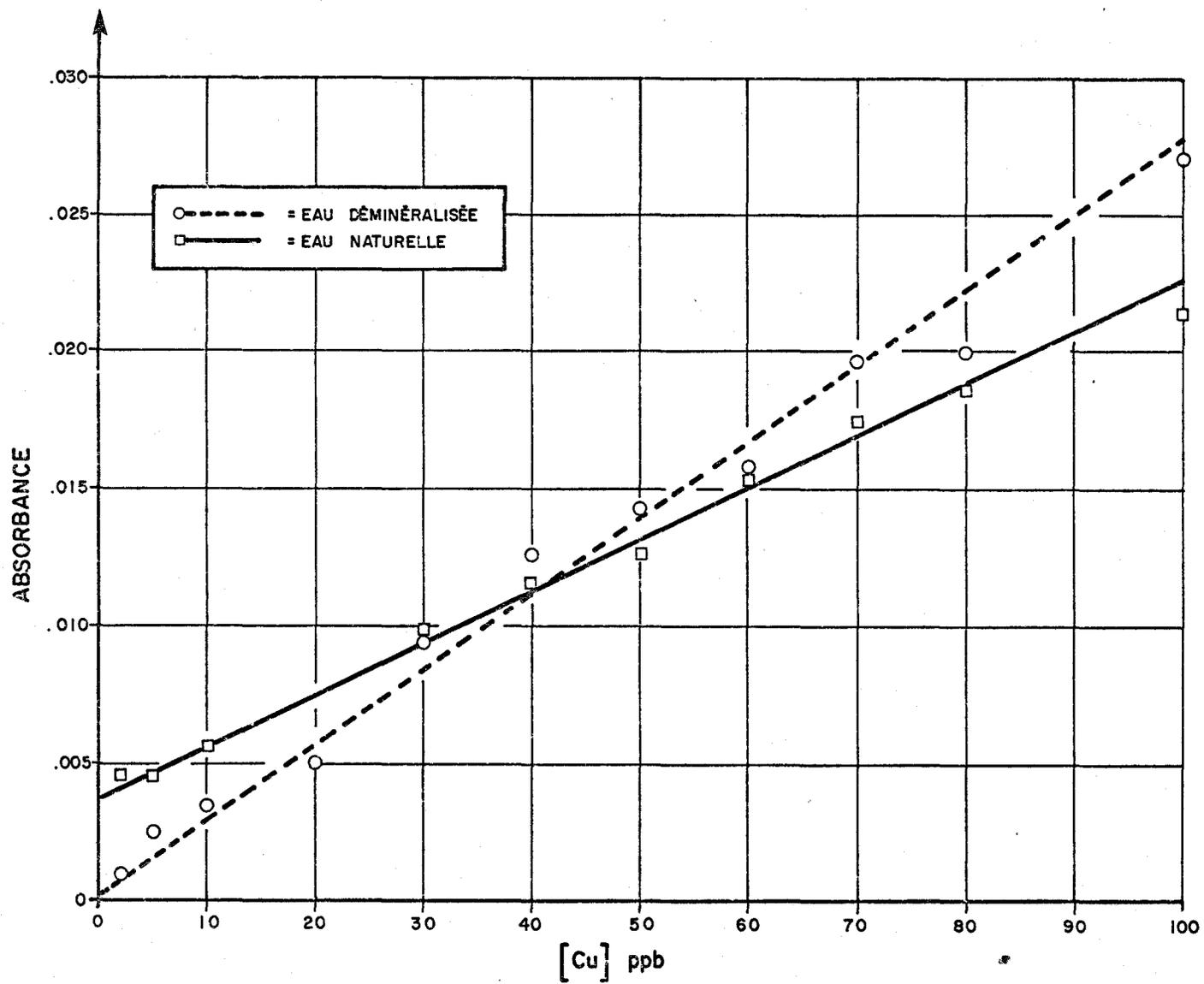


Figure 3.4 Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le cuivre

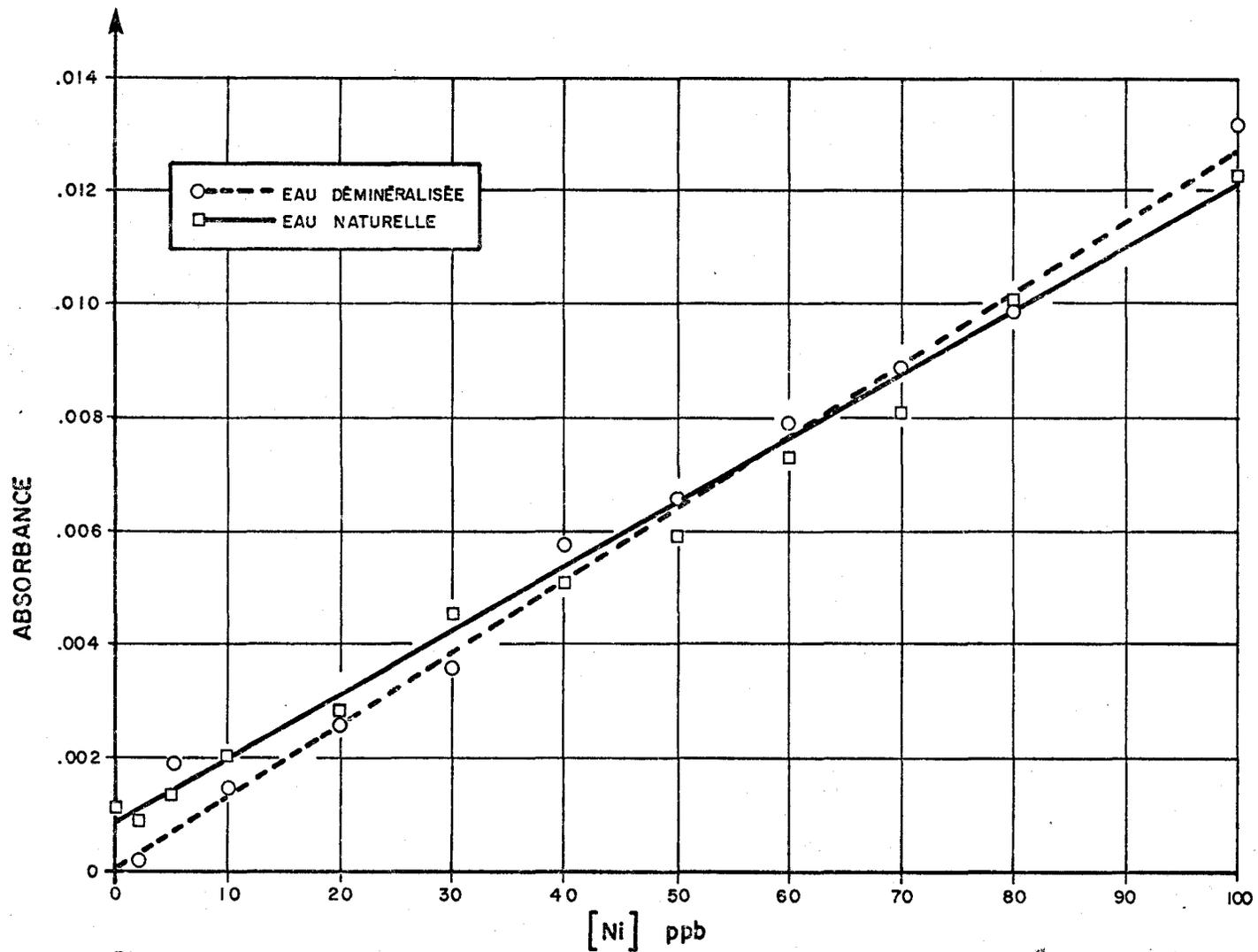


Figure 3,5 Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le nickel

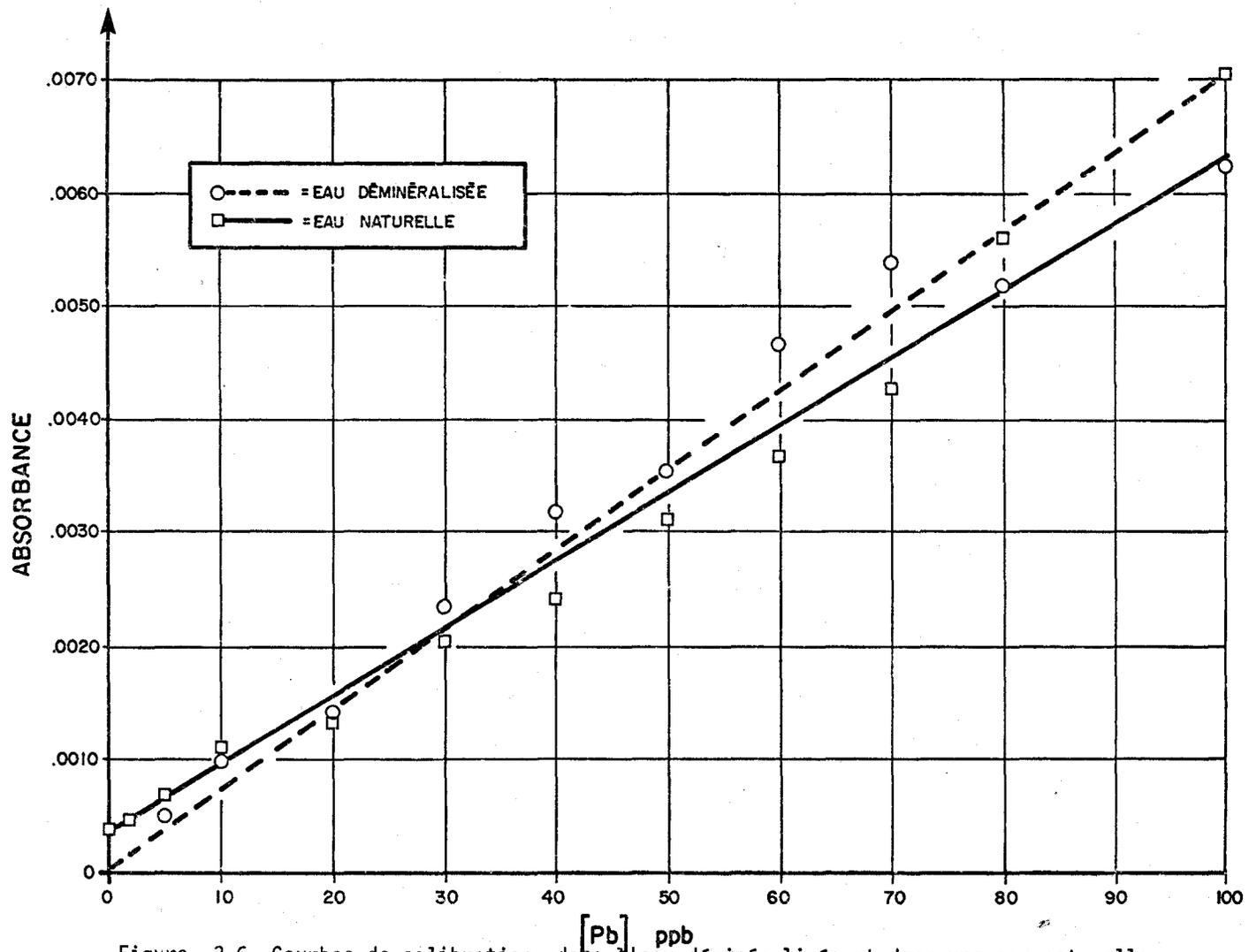


Figure 3,6 Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le plomb

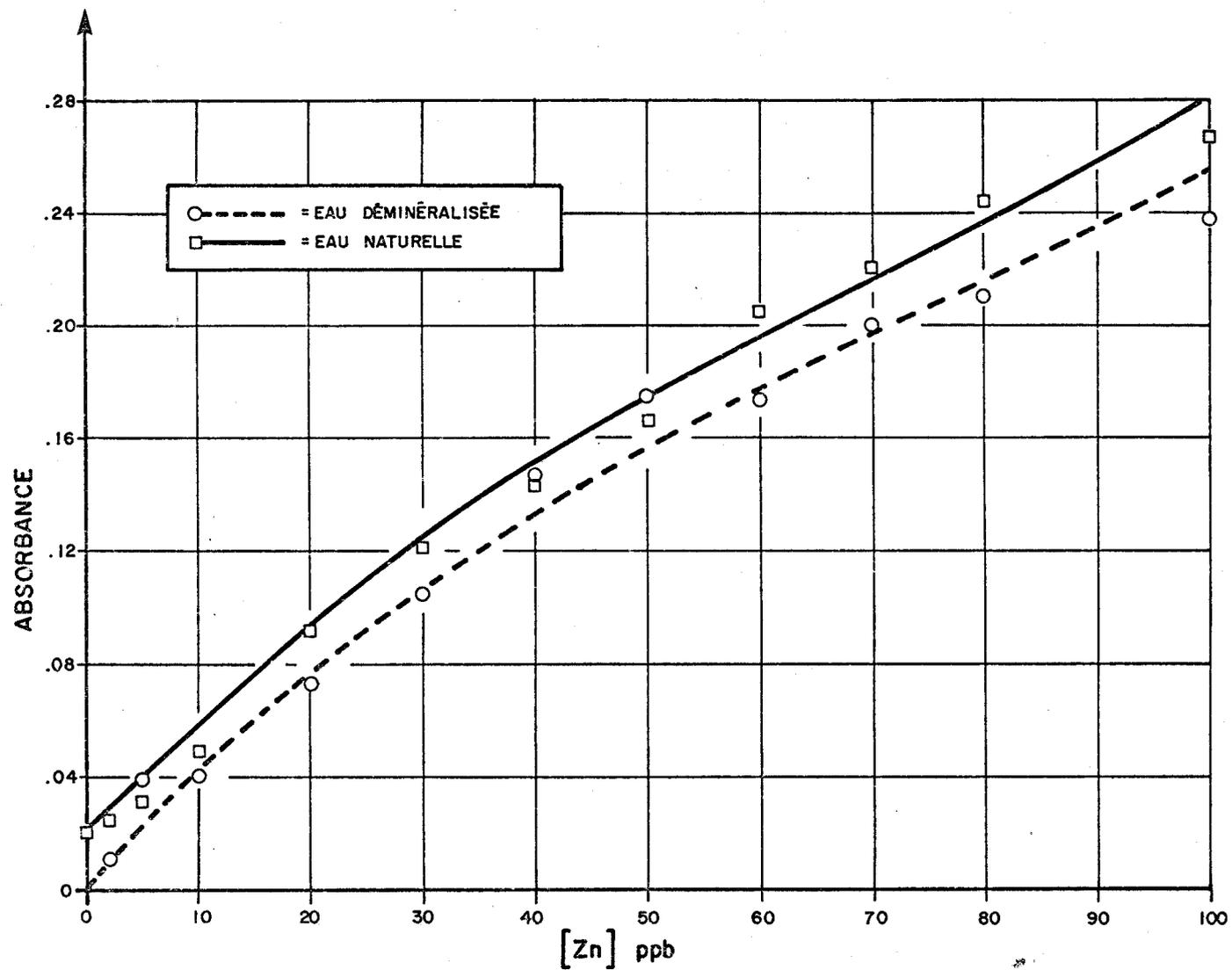


Figure 3.7 Courbes de calibration, dans l'eau déminéralisée et dans une eau naturelle, pour le zinc