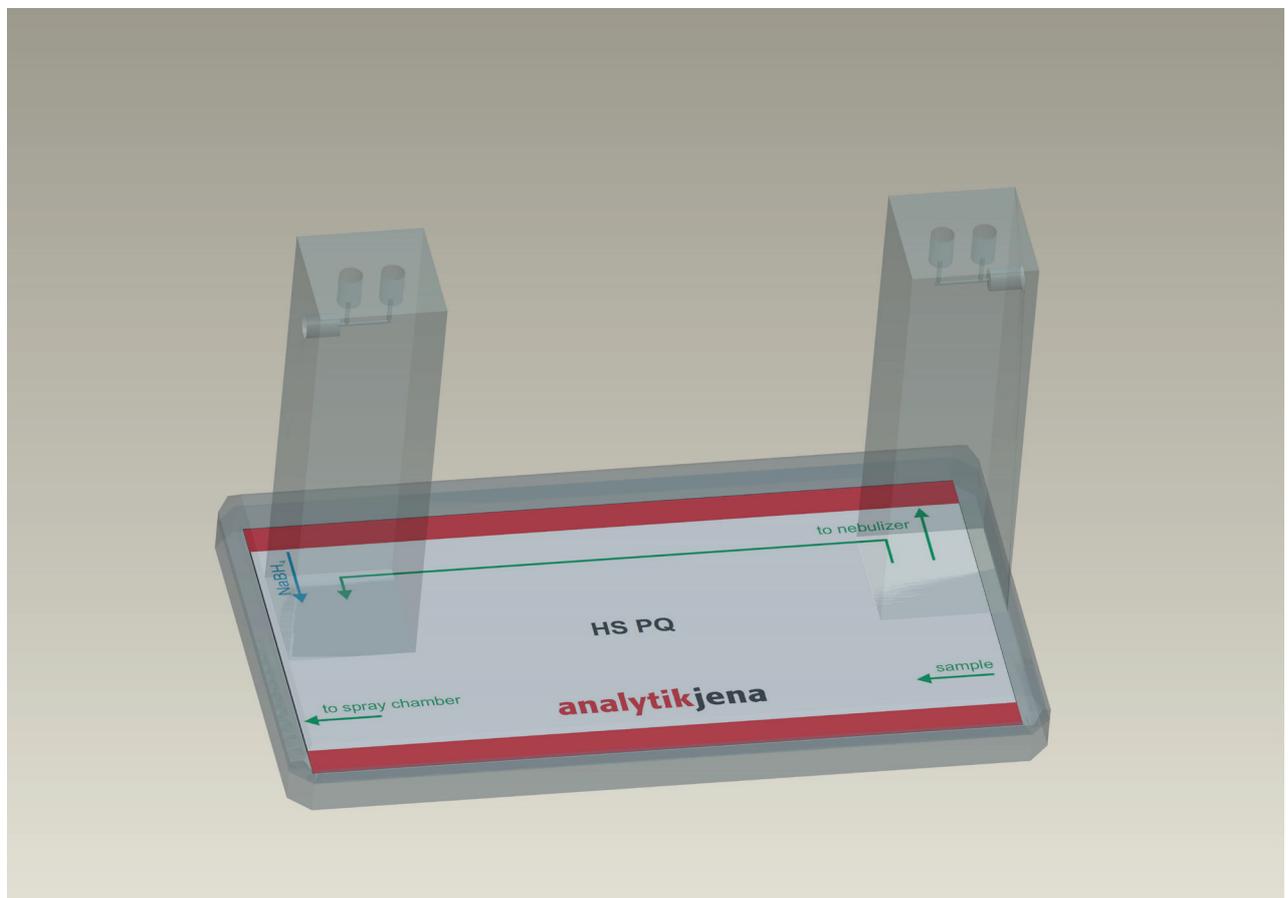


## Mode d'emploi

HS PQ

Système hydrures pour ICP-OES



---

Fabricant                   Analytik Jena GmbH+Co. KG  
Konrad-Zuse-Str. 1  
07745 Jena · Allemagne  
Téléphone + 49 3641 77 70  
Fax       + 49 3641 77 92 79  
E-mail   info@analytik-jena.com

Service après-vente       Analytik Jena GmbH+Co. KG  
Konrad-Zuse-Str. 1  
07745 Jena · Allemagne  
Téléphone + 49 3641 / 77-7407 (Hotline)  
E-mail   service@analytik-jena.com

Informations générales   <http://www.analytik-jena.com>

Copyrights et marques déposées   PlasmaQuant est une marque déposée en Allemagne de la société Analytik Jena. Dans ce manuel, aucun marquage ® ou TM n'est utilisé.

Edition                    B (07/2023)

Implémentation de la documentation technique   Analytik Jena GmbH+Co. KG

© Copyright 2023, Analytik Jena GmbH+Co. KG

# Table des matières

<b>1</b>	<b>Généralités .....</b>	<b>5</b>
1.1	Remarques sur le manuel d'utilisation .....	5
1.2	Domaine d'application .....	6
1.3	Garantie et responsabilités .....	6
<b>2</b>	<b>Consignes de sécurité .....</b>	<b>7</b>
2.1	Consignes de base.....	7
2.2	Exigences posées au personnel d'utilisation .....	7
2.3	Instructions de sécurité pour le transport .....	7
2.4	Consignes de sécurité pour l'exploitation .....	8
2.4.1	Généralités .....	8
2.4.2	Manipulation des échantillons et des réactifs.....	8
<b>3</b>	<b>Description technique.....</b>	<b>9</b>
3.1	Principe de fonctionnement .....	9
3.2	Construction du HS PQ.....	9
3.3	Plaque signalétique.....	11
<b>4</b>	<b>Installation .....</b>	<b>12</b>
4.1	Installer le HS PQ .....	12
4.2	Consignes relatives à l'installation.....	13
<b>5</b>	<b>Utilisation .....</b>	<b>14</b>
5.1	Préparation des réactifs et des échantillons .....	14
5.2	Effectuer une mesure.....	15
5.2.1	Créer une méthode de détermination avec le HS PQ.....	15
5.2.2	Réglages des conditions d'allumage du plasma .....	17
5.2.3	Contrôler l'étanchéité du système du HS PQ et allumer le plasma .....	17
<b>6</b>	<b>Remarques d'application .....</b>	<b>19</b>
6.1	Préparation des échantillons et des étalons .....	19
6.1.1	Réduction de l'arsenic (V) en arsenic (III) .....	19
6.1.2	Oxydation de l'arsenic (III) en arsenic (V) .....	19
6.1.3	Prétraitement de l'antimoine.....	19
6.1.4	Préréduction du sélénium.....	19
6.1.5	Préréduction du tellure .....	20
6.1.6	Préréduction du bismuth .....	20
6.1.7	Préparation des échantillons pour le mercure .....	20
6.2	Détermination de plusieurs éléments à partir d'une solution d'échantillon .....	20
<b>7</b>	<b>Maintenance et entretien .....</b>	<b>21</b>
7.1	Remplacement d'une section de tuyau .....	21
7.2	Nettoyage de la chambre de nébulisation.....	21
<b>8</b>	<b>Résolution des pannes.....</b>	<b>22</b>
<b>9</b>	<b>Caractéristiques techniques.....</b>	<b>23</b>



# 1 Généralités

## 1.1 Remarques sur le manuel d'utilisation

Contenu	<p>Le système Hg/hydrures HS PQ est conçu pour être utilisé par un personnel qualifié dans le respect de ces instructions d'utilisation.</p> <p>Ces instructions d'utilisation vous informent sur la construction et le fonctionnement du HS PQ et donnent au personnel d'exploitation familiarisé avec l'analyse élémentaire les connaissances indispensables à une manipulation sûre de l'appareil et de ses composants. Les instructions d'utilisation donnent de plus des consignes de maintenance et d'entretien de l'appareil ainsi que sur les causes possibles d'éventuels dysfonctionnements et la manière d'y remédier.</p>
Conventions	<p><b>Les instructions</b> nécessitant de suivre un ordre chronologique sont numérotées et résumées en unités de procédure.</p> <p><b>Les consignes de sécurité</b> sont indiquées par un triangle d'alerte et un mot-clé. Le type, l'origine et les conséquences du danger sont mentionnés et des consignes sont données pour l'éviter.</p> <p>Les éléments du logiciel de commande et d'évaluation ASpect PQ sont désignés comme suit :</p> <ul style="list-style-type: none"><li>▪ Les points de menu sont en petites majuscules (p.ex. menu FILE).</li><li>▪ Les boutons sont marqués par des crochets (p.ex. [OK])</li><li>▪ Les points de menu d'une série d'ordres sont séparés par une flèche (p.ex. FILE ► OPEN)</li></ul>
Symboles et mots-clés	<p>Les symboles et mots-clés suivants sont utilisés dans les instructions d'utilisation pour indiquer des dangers ou des consignes. Les consignes de sécurité se trouvent avant l'action concernée.</p>



---

### AVERTISSEMENT

Indique une situation potentiellement dangereuse. Si elle n'est pas évitée, elle peut entraîner des blessures graves ou mortelles.

---

## 1.2 Domaine d'application

Le HS PQ ne peut être utilisé qu'en association avec un ICP-OES d'Analytik Jena. Toute utilisation s'écartant de l'utilisation conforme décrite dans ce document entraîne des restrictions de garantie et de responsabilité du fabricant en cas de dommage.

Lorsque les consignes de sécurité ne sont pas respectées lors du maniement du HS PQ, cette utilisation est considérée comme utilisation non conforme. Les consignes de sécurité sont apposées en particulier sur l'appareil, sont indiquées dans le paragraphe " et dans la description des étapes de travail correspondantes.

## 1.3 Garantie et responsabilités

La durée de la garantie ainsi que les responsabilités sont conformes aux dispositions légales ainsi qu'aux dispositions des conditions générales de vente d'Analytik Jena.

Le non-respect de l'utilisation prévue décrite dans ces instructions d'utilisation entraîne en cas de dommages une restriction de la garantie et des responsabilités. Les dommages des pièces d'usure ainsi que les bris de verre ne sont pas couverts par la garantie.

Les droits à la garantie et au dédommagement en cas de blessures ou de dommages matériels sont exclus si les blessures ou dommages sont dus à une ou plusieurs des causes suivantes :

- utilisation incorrecte du HS PQ
- mise en service, utilisation et maintenance non conformes du HS PQ
- modifications du HS PQ sans accord préalable d'Analytik Jena
- Utilisation de l'appareil avec des dispositifs de sécurité défectueux ou des dispositifs de sécurité et de protection montés de manière non conforme
- surveillance insuffisante des pièces de l'appareil soumises à l'usure
- utilisation de pièces de rechange, d'usure ou de matières d'exploitation non originales
- réparations incorrectes
- erreurs dues au non-respect de ces instructions d'utilisation

## 2 Consignes de sécurité

### 2.1 Consignes de base

Pour votre propre sécurité, lire ce chapitre avant la mise en service afin d'assurer le bon fonctionnement du HS PQ.

Respecter les règles de sécurité présentées dans ces instructions d'utilisation ainsi que les messages et les remarques affichés par le logiciel de commande et d'évaluation Aspect PQ sur l'écran de l'ICP-OES.

Outre les consignes de sécurité de ces instructions d'utilisation et les règles de sécurité locales s'appliquant à l'utilisation de l'appareil, respectez les consignes générales de prévention des accidents ainsi que les consignes de protection du travail et de l'environnement.

Les mentions de danger potentiel ne remplacent pas les consignes de sécurité du travail devant être respectées.

### 2.2 Exigences posées au personnel d'utilisation

L'appareil doit être utilisé uniquement par du personnel qualifié et formé à sa manipulation. Cette formation doit comprendre la transmission des contenus de ces instructions d'utilisation et des instructions d'utilisation des composants raccordés du système.

Outre les consignes de sécurité de ces instructions d'utilisation, respectez les consignes générales de sécurité et de prévention des accidents du pays d'utilisation. L'utilisateur doit s'informer de l'état actuel de la réglementation.

Les instructions d'utilisation doivent être accessibles au personnel d'utilisation et de maintenance !

### 2.3 Instructions de sécurité pour le transport

Respectez les consignes suivantes :

- Avant le transport, le HS PQ ainsi que les tuyaux de dosage et des pompes doivent être rincés avec de l'eau distillée puis entièrement purgés, afin d'éviter toute fuite de la solution de réduction ou d'acide. Ces solutions sont agressives et peuvent attaquer les vêtements.
- Transporter impérativement le HS PQ dans son emballage d'origine.

## 2.4 Consignes de sécurité pour l'exploitation

### 2.4.1 Généralités

Respectez les consignes suivantes :

- L'utilisateur du HS PQ est tenu de s'assurer avant chaque mise en service du bon état de l'appareil.
- Les tuyaux doivent être contrôlés avant l'utilisation. Les tuyaux des pompes doivent être remplacés s'ils ne sont plus élastiques ou présentent une forte usure. Les tuyaux servant au transfert des échantillons et des réducteurs doivent être remplacés lorsque des dépôts se sont formés.

### 2.4.2 Manipulation des échantillons et des réactifs

L'utilisateur se charge de sélectionner les substances utilisées lors du processus et de les manipuler avec précaution. Ceci concerne plus particulièrement les matériaux radioactifs, infectieux, toxiques, corrosifs, combustibles, explosibles ou qui sont dangereux pour une raison ou une autre.

Lors de la manipulation de substances dangereuses, il est impératif de respecter les consignes et réglementations de sécurité locales en vigueur ainsi que les consignes figurant dans les fiches de données de sécurité CE des fabricants des matières auxiliaires et consommables.

Avec le HS PQ, les produits chimiques suivants sont utilisés en tant que réducteurs ou pour préparer des échantillons :

- borohydrure de sodium
- hydroxyde de sodium
- acide chlorhydrique
- acide nitrique
- mélange bromure/bromate

Le borohydrure de sodium ( $\text{NaBH}_4$ ) et l'hydroxyde de sodium ( $\text{NaOH}$ ) sont fortement corrosifs, hygroscopiques et extrêmement agressifs en solution. L'acide chlorhydrique concentré ( $\text{HCl}$ , 37 %) est très corrosif. L'acide nitrique concentré ( $\text{HNO}_3$ , 65 %) est très corrosif et oxydant. Les mélanges bromure/bromate sont potentiellement cancérigènes. La prudence est recommandée lors de la manipulation et de la mise au rebut de ces produits dangereux.

Lorsque vous manipulez les substances mentionnées ci-avant, portez des équipements de protection adaptés (lunettes de protection, gants de protection, combinaisons de protection).

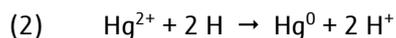
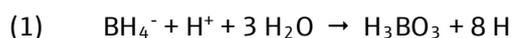
Borohydrure de sodium

Pendant la mise au rebut du borohydrure de sodium il existe un risque de réaction de gaz détonant ! La réaction du borohydrure de sodium avec des acides libère de l'hydrogène. Ce qui peut entraîner une réaction de gaz détonant. Ne jamais éliminer le borohydrure de sodium dans la poubelle de collecte réservée aux acides !

## 3 Description technique

### 3.1 Principe de fonctionnement

L'échantillon acidifié (en général du borohydrure de sodium) est mélangé à un réducteur. Le mercure y est réduit en particules de vapeur de mercure, tandis que l'arsenic, l'antimoine, le sélénium, le bismuth et le tellure forment des hydrures volatils.



La formation des hydrures volatils dépend essentiellement de l'étage d'oxydation des analytes à mesurer. C'est la raison pour laquelle il est impératif que les analytes des étalons et des échantillons aient le même étage d'oxydation. L'étage d'oxydation bas entraîne ici des sensibilités de mesure respectives plus élevées. C'est pourquoi il faut pré-réduire les échantillons et les étalons avant la mesure pour former l'étage d'oxydation bas - ou bien les oxyder de manière ciblée si l'on souhaite effectuer la mesure à l'étage d'oxydation élevé.

### 3.2 Construction du HS PQ

Le HS PQ est conçu pour la détermination des éléments hydrurables et du mercure ainsi que des éléments non hydrurables en même temps.

Le HS PQ est composé des éléments suivants :

- Bloc de base
- Kit de tuyaux
- Chambre de nébulisation avec deux entrées

## Bloc de base

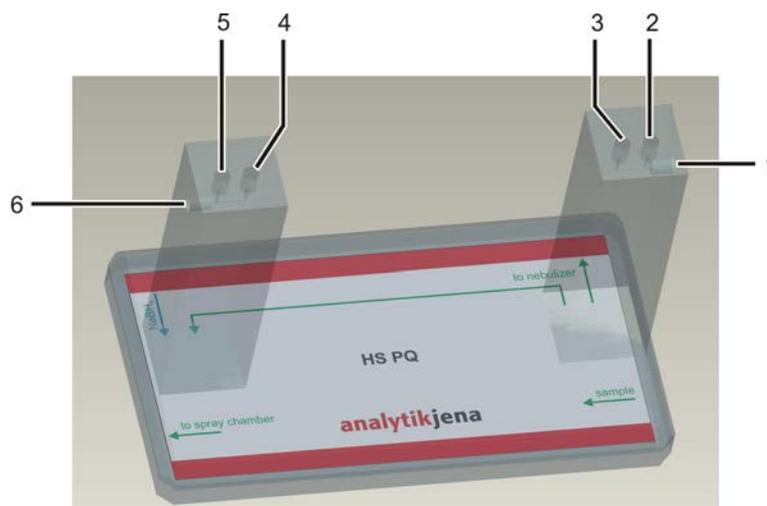


Fig. 1 Bloc de base du HS PQ

- |   |  |   |  |
|---|--|---|--|
| 1 | Alimentation en échantillons « sample »            | 4 | Raccord du tuyau échantillon   |
| 2 | Sortie en direction du nébuliseur « to nebulizer » | 5 | Alimentation en réducteur « NaBH <sub>4</sub> »                        |
| 3 | Raccord du tuyau échantillon                       | 6 | Sortie en direction de la chambre de nébulisation « to spray chamber » |

Le bloc de base du HS PQ porte les deux blocs de mélange. Au premier bloc l'échantillon acidifié est séparé en deux parties. Une partie de l'échantillon est pompé directement jusqu'au nébuliseur, il y est mélangé avec de l'argon et est atomisé dans la chambre de nébulisation.

L'autre partie de l'échantillon est pompé jusqu'au deuxième bloc de mélange où il est mélangé avec le réducteur. L'échantillon est réduit, ce qui libère des hydrures métalliques gazeux et/ou du vapeur de mercure. Le mélange gaz-liquide est pompé jusqu'à l'injecteur.

Dans la chambre de nébulisation les deux parties de l'échantillon sont réunies. Le gaz de mesure contenant les hydrures volatils et/ou le mercure atomique ainsi que les éléments non hydrurables s'écoule dans le plasma, tandis que le liquide est pompé en direction de la poubelle de collecte

Le schéma fonctionnel pour le raccordement des kits de tuyaux se trouve dans le pied du bloc de base.

## Système de tuyaux

Le système de tuyaux comprend les tuyaux suivants

- Tuyaux d'alimentation en échantillon et en réducteur
- Alimentation de la chambre de nébulisation avec injecteur
- Adaptateur et tuyau de raccordement pour les déchets
- Tuyaux des pompes (pour l'alimentation en échantillons et réducteur noir – noir, pour les déchets violet – orange)

## Chambre de nébulisation

Une chambre de nébulisation cyclonique avec volume de 50 mL est utilisée dans le HS PQ. La chambre de nébulisation a deux entrées pour le nébuliseur et l'injecteur et sert à séparer le mélange gaz-liquide.



Fig. 2 Chambre de nébulisation cyclonique 50 mL avec deux entrées

### 3.3 Plaque signalétique

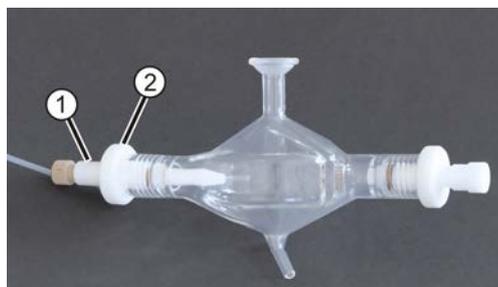
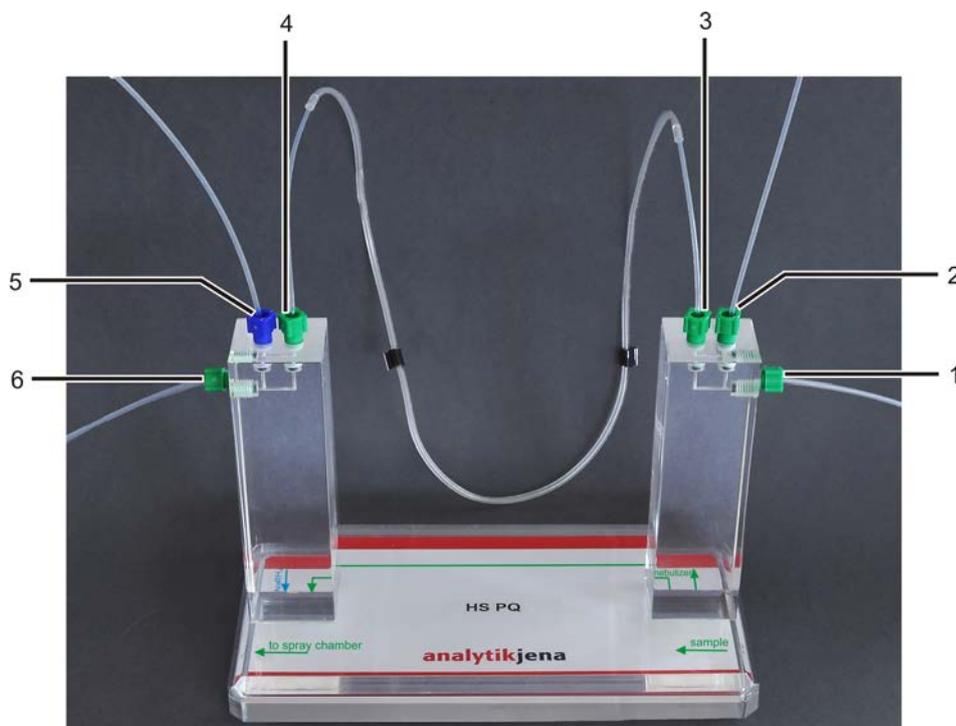
La plaque signalétique se trouve sur la face inférieure du pied et comprend les informations suivantes :

- Adresse du fabricant
- Désignation du type d'appareil et du modèle
- Numéro de série
- Marquage CE
- Consignes de mise au rebut
- Année de fabrication
- Indication relative à l'observation des instructions d'utilisation pendant le fonctionnement

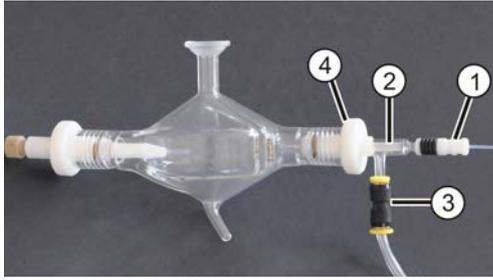
## 4 Installation

### 4.1 Installer le HS PQ

1. Visser le kit de tuyaux dans le bloc de base. Raccords dans le bloc de base, voir schéma fonctionnel sur le bloc de base :
  - Visser le tuyau d'aspiration d'échantillon (1) dans le premier bloc de mélange. Relier aux capillaires d'échantillon.
  - Visser le tuyau d'aspiration d'échantillon (2) dans le premier bloc de mélange. Relier au tuyau de la pompe (noir – noir). (Le tuyau de pompe sera relié au nébuliseur plus tard.)
  - Relier les deux courts tuyaux d'aspiration d'échantillon au tuyau de la pompe (noir – noir). Visser les connecteurs dans les raccords (3 et 4) des deux blocs de mélange.
  - Visser le tuyau d'aspiration de réducteur (5) (connecteur bleu) dans le deuxième bloc de mélange. Relier au tuyau de la pompe (noir – noir) et aux capillaires de réducteur.
  - Visser l'alimentation de la chambre de nébulisation avec injecteur (6) dans le deuxième bloc de mélange.



2. Insérer l'injecteur (1) dans la chambre de nébulisation jusqu'à la butée et serrer à la main la vis en plastique sur la chambre de nébulisation (2).



3. Relier le tuyau d'échantillon (1) au tuyau de pompe noir – noir (voir marquage « to nebulizer » sur le schéma fonctionnel) Attacher le tuyau d'échantillon sur le nébuliseur (2).
4. Attacher le tuyau de gaz porteur du PlasmaQuant PQ 9000 (3) sur le nébuliseur.
5. Sur la chambre de nébulisation, desserrer l'écrou en plastique (4). Pousser le nébuliseur jusqu'à la butée dans la chambre de nébulisation et serrer l'écrou en plastique à la main.

La tubulure de connexion du gaz porteur sur le nébuliseur doit être orientée vers le bas.



6. Fixer le tuyau de déchets sur la chambre de nébulisation. Fixer le tuyau de déchets avec l'adaptateur sur le tuyau de la pompe (violet – orange). Fixer le tuyau plus épais sur l'autre côté du tuyau de la pompe et le guider jusqu'à la poubelle de collecte.

7. Placer le bloc de base du HS PQ dans le compartiment à échantillons du PlasmaQuant PQ 9000.
8. Fixer la chambre de nébulisation à la torche du PlasmaQuant PQ 9000 à l'aide d'une attache en fourchette.
9. Serrer les tuyaux des pompes d'échantillon (2), les tuyaux de réducteur et de déchets dans la pompe tubulaire du PlasmaQuant PQ 9000. Veiller à respecter la direction de pompage !
  - ✓ Le HS PQ est maintenant installé.  
Vérifier l'étanchéité du système avant le début du travail (voir section « Contrôler l'étanchéité du système du HS PQ et allumer le plasma » p. 17).

## 4.2 Consignes relatives à l'installation

Pour que l'étanchéité du système soit assurée, il faut que les bagues d'étanchéité soient bien positionnées sur les extrémités du tuyau, devant les connecteurs à visser.

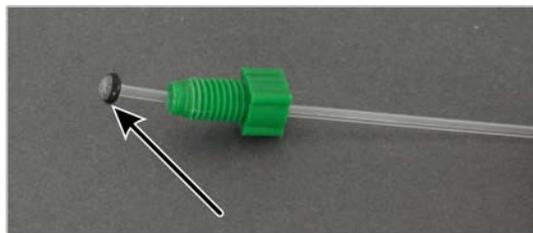


Fig. 3 Bagues d'étanchéité sur l'extrémité d'un raccord vissé

## 5 Utilisation

### 5.1 Préparation des réactifs et des échantillons



#### Avertissement

Il existe un risque de réaction de gaz détonant !

La réaction du borohydrure de sodium avec de l'acide libre de l'hydrogène. Ce qui peut entraîner une réaction de gaz détonant. Ne jamais éliminer le borohydrure de sodium dans la poubelle de collecte réservée aux acides !



#### Avertissement

De manière générale, la manipulation des produits chimiques utilisés requiert le port de lunettes de protection, gants de protection et combinaisons de protection. Il convient de respecter les indications figurant sur les étiquettes.

Au début des analyses, préparez du réducteur et de la solution de rinçage et préparez les échantillons.

Réducteur

- Peser 3 g  $\text{NaBH}_4$  et 1 g  $\text{NaOH}$  dans le récipient contenant le réducteur. Compléter avec 1 L d'eau déminéralisée.

La solution prête à l'emploi peut être conservée env. 12 heures à température ambiante.

- Ou bien :  
Peser 30 g  $\text{NaBH}_4$  et 10 g  $\text{NaOH}$  dans une fiole jaugée de 1000 mL. Compléter avec 1 L d'eau déminéralisée. Diluer à la concentration finale (1:10) le jour de la mesure.

La solution concentrée peut être conservée env. 7 jours à une température de  $4 \pm 3$  °C.

Échantillons

- Détermination des hydrures métalliques :

Les échantillons doivent contenir au moins 3% de HCl. En fonction de l'analyte, pré-réduire les échantillons.

- Détermination du mercure :

Mélanger en plus les échantillons avec du HCl,  $\text{HNO}_3$  ou un mélange de bromure/bromate.

Pour la préparation des échantillons, voir section « Préparation des échantillons et des étalons » p. 19.

Solution de rinçage

Mélanger 1 L d'eau déminéralisée avec 5 mL d' $\text{HNO}_3$  et 15 mL de HCl

## 5.2 Effectuer une mesure

### 5.2.1 Créer une méthode de détermination avec le HS PQ

1. Allumer l'appareil ICP-OES et démarrer le programme ASpect PQ.
2. Créer une nouvelle méthode et sélectionner les longueurs d'onde d'analyse.

**Remarque :**

Il est impossible de mesurer toutes les combinaisons d'éléments en même temps dans une méthode (voir section « Détermination de plusieurs éléments à partir d'une solution d'échantillon » p. 20).

Les longueurs d'onde d'analyse suivantes sont recommandées pour les hydrures métalliques et le mercure :

Élément	Longueurs d'onde d'analyse
Se	196.0280 nm
As	193.6980 nm
Sb	217.5810 nm
Te	214.2814 nm
Bi	223.0608 nm
Hg	253.6519 nm

- ✓ Les réglages standards sont enregistrés dans la méthode.
3. Pour l'analyse avec la technique d'hydrures, effectuer les réglages ci-après dans les paramètres de la méthode.
  4. Enregistrer la méthode sous un nom individuel.
    - ✓ La méthode peut être utilisée pour l'analyse suivante.

#### Réglages de méthodes

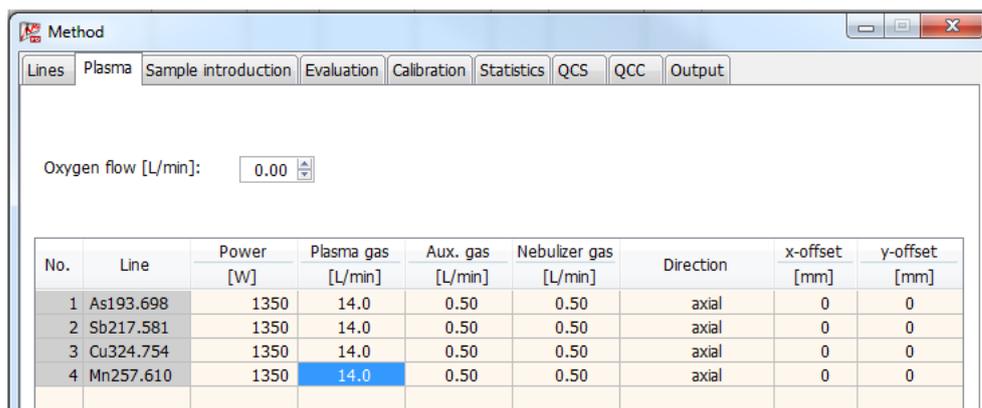
■ Carte de méthode LINES :

Paramètres	Réglage
AUTOINTEGR. RANGE	PEAK
READ TIME	10 s

No.	Elem.	Wavel. [nm]	Line	Type	Principal line	Read time [s]	Autointegr. Range	Order
1	As	193.6980	As193.698	Analyte		10.0	Peak	1
2	Sb	217.5810	Sb217.581	Analyte		10.0	Peak	2
3	Cu	324.7540	Cu324.754	Analyte		3.0	Peak	3
4	Mn	257.6100	Mn257.610	Analyte		3.0	Peak	4

■ Carte de méthode PLASMA :

Paramètres	Réglage
POWER	1350 W
PLASMA GAS	14 L/h

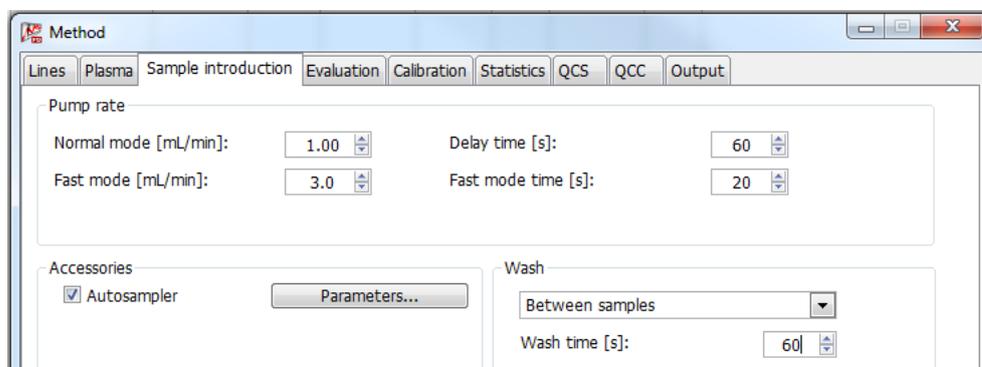


■ Carte de méthode ALIMENTATION EN ECHANTILLON

Paramètres	Réglage
NORMAL MODE [mL/min]	1
FAST MODE [mL/min]	3
DELAY TIME [s]	40 – 70
FAST MODE TIME [s]	20
WASH TIME [s]	40 – 70

**Remarque :**

La temporisation et les temps de rinçage diffèrent en fonction des analytes, ainsi que de l'utilisation ou non du distributeur d'échantillons.



■ Carte de méthode CALIBRATION

Saisir les concentrations étalon à mesurer.

Name	Unit	Cal-Zero1	Cal-Std1	Cal-Std2	Cal-Std3	Cal-Std4
Position		1	2	3	4	5
Stock						
Dil.fac.						
Recal.						
As193.698	µg/L	0	5	10	15	20
Sb217.581	µg/L	0	5	10	15	20
Cu324.754	µg/L	0	5	10	15	20
Mn257.610	µg/L	0	5	10	15	20

- Carte de méthode QCS

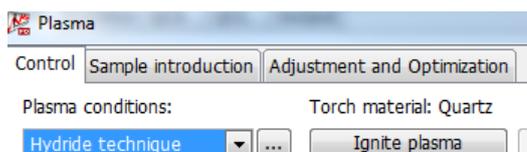
Saisir les étalons de contrôle et les récupérations.

## 5.2.2 Réglages des conditions d'allumage du plasma

Versions ASpect PQ 1.2.1 et supérieures

Sur les versions du programme d'ASpect PQ 1.2.1 et supérieures, les conditions optimisées de plasma pour le technique d'hydrures sont déjà enregistrées.

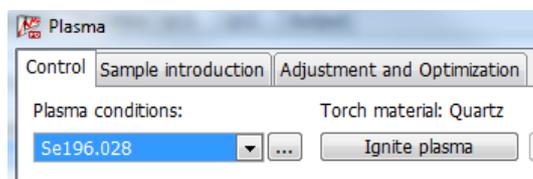
- Dans la fenêtre PLASMA / CONTROL sélectionner dans la liste PLASMA CONDITIONS l'option HYDRIDE TECHNIQUE.



Versions d'ASpect PQ inférieures à 1.2.1

Sur les versions du programme d'ASpect PQ inférieures à 1.2.1, les conditions d'allumage du plasma doivent être saisies manuellement :

1. Ouvrir la méthode Hydrure enregistrée.
2. Ouvrir la fenêtre PLASMA.
3. Dans la fenêtre PLASMA / CONTROL sélectionner dans la liste PLASMA CONDITIONS l'une des lignes de la méthode.



- ✓ Les réglages de méthodes pour le plasma sont transférés dans la fenêtre PLASMA.
4. Cliquer sur [...] à côté de la liste PLASMA CONDITIONS.
  5. sélectionner l'option SAVE CURRENT PLASMA PARAMETERS et attribuer le nom « Hydride technique » aux conditions d'allumage.
    - ✓ Les réglages enregistrés dans la méthode sont enregistrés comme conditions d'allumage.

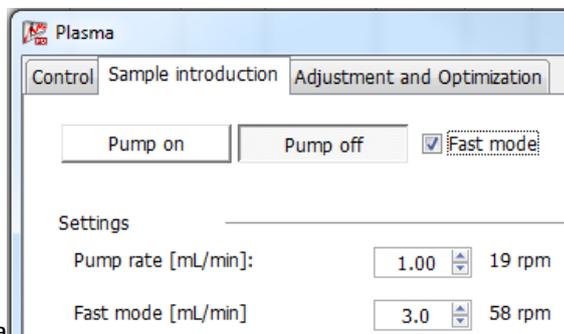
Lors de travaux ultérieurs avec le HS PQ, vous pourrez télécharger ces réglages de l'allumage du plasma dans la fenêtre PLASMA / CONTROL dans la liste PLASMA CONDITIONS.

## 5.2.3 Contrôler l'étanchéité du système du HS PQ et allumer le plasma

Avant d'allumer le plasma, il faut contrôler l'étanchéité du HS PQ installé.

1. Plonger les capillaires de réducteur et le tuyau d'aspiration d'échantillon avec capillaire d'aspiration manuel dans de l'eau déminéralisée.
2. Ouvrir la fenêtre PLASMA.

3. Sur l'onglet CONTROL, sélectionner dans la liste PLASMA CONDITIONS les conditions d'allumage HYDRIDE TECHNIQUES pour le HS PQ (voir aussi section « Réglages des conditions d'allumage du plasma » p. 17).
4. Sur l'onglet SAMPLE INTRODUCTION, régler le paramètre PUMP RATE sur la valeur 1 mL/min, le paramètre FAST MODE sur la valeur 3 mL/min.



5. Démarrer la pompe avec [SET].
6. Vérifier l'absence de bulles dans la tuyauterie.  
Il ne doit pas y avoir de bulles dans la tuyauterie.
7. Remédier aux problèmes d'étanchéité dans le système. Contrôler la bonne assise des joints dans les connecteurs à visser.
8. Plonger la canule d'aspiration de réducteur dans la solution de  $\text{NaBH}_4$ .
9. Allumer le plasma.
10. Patienter 3 min env., puis démarrer l'analyse.

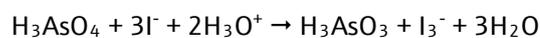
## 6 Remarques d'application

### 6.1 Préparation des échantillons et des étalons

#### 6.1.1 Réduction de l'arsenic (V) en arsenic (III)

Pour l'eau potable et les eaux de surface

- Mélanger 5 mL d'échantillon avec 5 mL d'HCl concentré.
- Ajouter 1 mL de réducteur (5 % d'iodure de potassium/ 5 % d'acide ascorbique) et laisser reposer le mélange à température ambiante pendant au moins 45 min.
- Compléter le remplissage pour obtenir un volume identique de solution (p.ex. 50 mL).



Pour les solutions de digestion contenant un excédent d'acides oxydants, il faut ajouter du chlorure d'hydroxylammonium ou de l'acide sulfamique avant la réduction.

#### 6.1.2 Oxydation de l'arsenic (III) en arsenic (V)

Pour la mesure de l'arsenic (V) il faut oxyder avant la mesure les échantillons et les étalons avec du  $\text{HNO}_3$ .

Pour l'eau potable et les eaux de surface

- Mélanger 5 mL d'échantillon avec 1 mL d' $\text{HNO}_3$  concentré.
- Faire chauffer légèrement le mélange et le laisser reposer 30 min.
- Ajouter ensuite 5 mL d'HCl concentré.
- Compléter le remplissage pour obtenir un volume de solution de 20 mL.

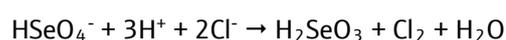
#### 6.1.3 Prétraitement de l'antimoine

La réduction ainsi que l'oxydation d'échantillons pour la détermination de l'antimoine sont les mêmes que les prétraitements pour la détermination de l'arsenic.

#### 6.1.4 Préréduction du sélénium

Étant donné que le sélénium (VI) ne forme pas d'hydrures volatils, l'élément servant à la détermination doit être quadrivalent. À cet effet, il faut le faire chauffer avec de l'acide chlorhydrique à 50%.

- Mélanger 5 mL d'échantillon avec 5 mL d'HCl concentré et faire chauffer 90 °C dans un récipient fermé pendant 45 min.
- Selon la matrice d'échantillon, il peut être nécessaire d'empêcher une réaction inverse sous l'effet du chlore formé, et ce en ajoutant un peu d'acide sulfamique.



### 6.1.5 Préréduction du tellure

La préréduction du tellure correspond à la préréduction pour la détermination du sélénium.

### 6.1.6 Préréduction du bismuth

Le bismuth est présent sous forme trivalente dans les solutions d'acide chlorhydrique. C'est pourquoi aucune préréduction supplémentaire des solutions n'est nécessaire.

### 6.1.7 Préparation des échantillons pour le mercure

Le mercure (I) a tendance à se dismuter. Les particules de mercure ainsi formées se volatilisent facilement. C'est pourquoi il est nécessaire pour cet élément de mélanger les échantillons et les étalons avec des oxydants pour que l'élément reste sous forme trivalente. Selon l'application concernée, différentes méthodes DIN sont disponibles.

DIN 16772

- Stabiliser 100 mL d'échantillon avec 2,1 mL HCl et 0,7 mL HNO<sub>3</sub>.

DIN EN 13506

- Mélanger 30 – 40 mL d'échantillon avec 2,5 mL d'HCl conc. et 1 mL de KBr-KBrO<sub>3</sub> (595 mg de KBr / 139 mg de KBrO<sub>3</sub> dans 50 mL d'eau déminéralisée).
- Laisser reposer pendant au moins 30 min à température ambiante.
- Ajouter 50 µL de NH<sub>2</sub>OH\*Cl (12%) (chlorure d'hydroxylammonium).
- Compléter avec de l'eau déminéralisée pour obtenir un volume de 50 mL.

## 6.2 Détermination de plusieurs éléments à partir d'une solution d'échantillon

En raison d'un prétraitement similaire ou concordant, on peut déterminer plusieurs éléments à partir d'une solution d'échantillon, comme par exemple As III et Sb III. Mais il est également possible de mesurer ces éléments avec une sensibilité un peu inférieure à l'étape d'oxydation élevée et de l'associer à la détermination du sélénium.

Exemples

Association d'analytes	Prétraitement de l'échantillon
Se IV, Te IV, Bi III	Voir chapitre 6.1.3 - 6.1.5
longue	Voir chapitre 6.1.1 - 6.1.2
Sb V, As V, Se IV, Te IV	Oxyder l'échantillon avec du HNO <sub>3</sub> (6.1.2), puis mélanger avec du HCl conc. 1:1 et réduire le sélénium, comme décrit au chapitre 6.1.3

## 7 Maintenance et entretien

### 7.1 Remplacement d'une section de tuyau

Si une section de tuyau du HS PQ est contaminée et que l'augmentation de la durée de la procédure de rinçage avec la solution de réducteur et l'acide ne permet pas de réduire les valeurs à blanc, alors il faut remplacer les tuyaux suivants, y compris les tuyaux de la pompe correspondante :

- Tuyau d'aspiration d'échantillon
  - Transfert à la chambre de mélange
1. Dévisser le tuyau du bloc de mélange.
  2. Visser à l'aide d'une vis creuse un nouveau tuyau dans le bloc de mélange. Veiller au bon positionnement des joints.
  3. Desserrer l'écrou en plastique de la chambre de nébulisation et sortir l'injecteur.
  4. Pousser le nouvel injecteur jusqu'à la butée dans la chambre de nébulisation et serrer la vis en plastique à la main.
  5. Remplacer les tuyaux connectant le HS PQ au nébuliseur.
- Voir également section « Installation » p. 12.

### 7.2 Nettoyage de la chambre de nébulisation

Commencer par nettoyer afin d'éliminer les précipités se trouvant dans la chambre de nébulisation. Si le nettoyage n'est pas concluant, remplacer la chambre de nébulisation.



#### Avertissement

La solution de nettoyage (acide chlorhydrique) est très corrosive. Les vapeurs irritent les voies respiratoires. Il faut porter des gants, des vêtements de protection et des lunettes de protection et travailler sous une hotte aspirante !

1. Ouvrir l'attache en fourchette se trouvant sur la torche et retirer la chambre de nébulisation.
2. Détacher le raccord du tuyau de déchets de la tubulure.
3. Desserrer légèrement l'écrou en plastique de la chambre de nébulisation et sortir l'injecteur de la chambre de nébulisation. Sortir le nébuliseur de la chambre de nébulisation.
4. Nettoyer la chambre de nébulisation avec de l'acide chlorhydrique concentré (37 %). Laisser agir l'acide pendant quelques heures.
5. Rincer ensuite la chambre de nébulisation à l'eau distillée.
6. Mettre en place la chambre de nébulisation nettoyée ou neuve (voir section « Installation » p. 12).

Le nébuliseur doit être nettoyé s'il a été obstrué par des particules ou par une teneur élevée en sel dans l'échantillon. L'augmentation de la pression du gaz porteur est un indice d'obstruction du nébuliseur. Pour le nettoyage voir les instructions d'utilisation du PlasmaQuant PQ 9000.

## 8 Résolution des pannes

Problème	Origine possible	Action
Mauvaise sensibilité de mesure ou absence de signal	Réducteur non frais ou déjà décomposé	Préparer le réducteur le jour même
	L'analyte n'est pas au bon étage d'oxydation	Pré réduire l'échantillon et l'étalon en suivant les instructions
	Fenêtre axiale du cône encrassée	Démonter la fenêtre du PlasmaQuant PQ 9000 et la nettoyer
	Le nébuliseur est obstrué	Nettoyer le nébuliseur (voir Instructions d'utilisation du PlasmaQuant PQ 9000)
Mauvaise reproductibilité (RSD)	Le pompage de la solution de déchets s'effectue de manière irrégulière	Optimiser le serrage du tuyau de la pompe, remplacer le si nécessaire (voir Instructions d'utilisation du PlasmaQuant PQ 9000)
Mauvaise récupération d'un étalon ajouté	Cinétique différente de la libération de l'hydrure volatil	Ajustement des quantités d'acide dans les échantillons et les solutions étalons
Fonction d'étalonnage non linéaire malgré des valeurs de mesure faibles / fonction d'étalonnage courbée	Effet d'entraînement de l'analyte	Augmenter les durées de rinçage et de temporisation

## 9 Caractéristiques techniques

Désignation / Type	HS PQ / Système mercure/hydrures pour ICP-OES
Dimensions du bloc de base (L x h x p)	env. 180 x 100 x 120 mm
Masse du bloc de base	env. 500 g
Matériau du bloc de base	PMMA
Chambre de nébulisation	Chambre de nébulisation cyclonique avec volume de 50 mL avec deux entrées