
**Qualité du sol — Mise en solution pour la
détermination des teneurs élémentaires
totales —**

Partie 1:

**Mise en solution par l'acide fluorhydrique
et l'acide perchlorique**

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Soil quality — Dissolution for the determination of total element content —
Part 1: Dissolution with hydrofluoric and perchloric acids*

ISO 14869-1:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db2f95ae-31bc-4d5e-bc54-2e3423a2c313/iso-14869-1-2001>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14869-1:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db2f95ae-31bc-4d5e-bc54-2e3423a2c313/iso-14869-1-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db2f95ae-31bc-4d5e-bc54-2e3423a2c313/iso-14869-1-2001>

© ISO 2001

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax. + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

Imprimé en Suisse

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente partie de l'ISO 14869 peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 14869-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

L'ISO 14869 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité du sol — Mise en solution pour la détermination des teneurs élémentaires totales*:

- *Partie 1: Mise en solution par l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db2f95ae-31bc-4d5e-bc54-2e3423a2c313/iso-14869-1-2001>
- *Partie 2: Mise en solution par fusion alcaline*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14869-1:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db2f95ae-31bc-4d5e-bc54-2e3423a2c313/iso-14869-1-2001>

Qualité du sol — Mise en solution pour la détermination des teneurs élémentaires totales —

Partie 1 :

Mise en solution par l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique

AVERTISSEMENT — Plusieurs étapes du mode opératoire de la présente partie de l'ISO 14869 peuvent être dangereuses, en particulier celles qui impliquent l'utilisation d'acide fluorhydrique et d'acide perchlorique. Il convient que les utilisateurs se familiarisent avec les précautions de sécurité nécessaires et, le cas échéant, avec les exigences légales relatives à l'emploi de ces produits. En cas de doute, consulter l'avis d'un professionnel.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 14869 spécifie une méthode de mise en solution totale, par l'acide fluorhydrique et l'acide perchlorique, des éléments suivants dans les sols:

Al, Ba, Cd, Ca, Cs, Cr, Co, Cu, Fe, K, Li, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, Sr, V et Zn.

Le présent mode opératoire peut aussi être utilisé pour doser ultérieurement d'autres éléments, sous réserve que leur concentration soit suffisante par rapport à la sensibilité des méthodes de mesurage.

La faible concentration d'acide dans la solution finale permet d'utiliser un large éventail d'instruments de dosage et l'évaporation du silicium simplifie les méthodes d'analyse.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 14869. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente partie de l'ISO 14869 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

ISO 11464:1994, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques*.

ISO 11465:1993, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*.

ISO 14869-2:—¹⁾, *Qualité du sol — Mise en solution pour la détermination des teneurs élémentaires totales — Partie 2: Mise en solution par fusion alcaline*.

1) À publier.

3 Principe

Un échantillon séché et broyé est soumis à un traitement préalable pour destruction des matières organiques, puis digéré au moyen d'un mélange d'acide fluorhydrique et d'acide perchlorique. Après évaporation jusqu'à siccité presque totale, le résidu est mis en solution dans de l'acide nitrique ou chlorhydrique dilué.

L'acide fluorhydrique décompose les silicates par réaction de F avec Si pour donner du SiF₄ volatil. Étant donné qu'il s'évapore en dernier, l'acide perchlorique donne des sels de perchlorate aisément solubles.

Pour réduire au minimum le danger lié à une projection d'acide due à l'oxydation violente des matières organiques par l'acide perchlorique, deux modes opératoires ont été adoptés pour détruire les matières organiques avant la digestion:

- calcination à 450 °C (voir 6.1.2);
- traitement préalable à l'acide nitrique (voir 6.1.3).

NOTE La méthode de destruction des matières organiques par calcination a été appliquée aux sols de référence et comparée à d'autres méthodes permettant la détermination de la teneur totale. Aucune perte significative d'éléments n'a été détectée, toutefois, lorsque l'on suspecte la présence de composés organométalliques volatils, il est recommandé de n'utiliser que le traitement préalable à l'acide nitrique.

4 Réactifs

Les réactifs utilisés doivent satisfaire aux exigences de pureté de l'analyse décrite dans la présente partie de l'ISO 14869.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

- 4.1 **Eau**, conforme à la qualité 2 de l'ISO 3696.
- 4.2 **Acide fluorhydrique**, $c(\text{HF}) = 27,8 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$, $\rho = 1,16 \text{ g}\cdot\text{ml}^{-1}$
- 4.3 **Acide perchlorique**, $c(\text{HClO}_4) = 11,6 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$, $\rho = 1,67 \text{ g}\cdot\text{ml}^{-1}$.
- 4.4 **Acide chlorhydrique**, $c(\text{HCl}) = 12,1 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$, $\rho = 1,19 \text{ g}\cdot\text{ml}^{-1}$.
- 4.5 **Acide nitrique**, $c(\text{HNO}_3) = 15,2 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$, $\rho = 1,41 \text{ g}\cdot\text{ml}^{-1}$.
- 4.6 **Acide nitrique**, $c(\text{HNO}_3) = 1,5 \text{ mol}\cdot\text{l}^{-1}$; diluer 100 ml d'acide nitrique (4.5) avec de l'eau pour compléter à 1 l.

5 Appareillage

- 5.1 **Broyeur**, capable de broyer des sols séchés sans contamination par les éléments dosés.
- 5.2 **Étuve de séchage et dessiccateur**, permettant de déterminer la teneur en matière sèche conformément à l'ISO 11465.
- 5.3 **Balance analytique**, ayant un échelon de résolution de 0,000 1 g.
- 5.4 **Creuset**, en silice fondue ou en platine, ayant une capacité approximative de 10 ml. Bien qu'ils soient plus chers, il est possible d'utiliser des creusets en platine de plus grande capacité (au moins 30 ml) pendant plusieurs étapes consécutives du mode opératoire (voir 6.1.2).
- 5.5 **Four**, pouvant atteindre une température de 450 °C ± 25 °C en 1 h.

5.6 Capsules, en polytétrafluoroéthylène (PTFE), ayant une capacité approximative de 30 ml et un diamètre d'environ 5 cm.

Après utilisation, il convient de laisser tremper les capsules dans de l'acide nitrique dilué (4.6) jusqu'au lendemain, puis de les rincer à l'eau (4.1). Il est recommandé de remplacer les capsules régulièrement pour éviter toute contamination croisée due à un accroissement de l'adsorption et de la désorption des éléments sur la surface soumise au vieillissement. Il convient de contrôler l'apparition d'une éventuelle contamination croisée en effectuant des digestions à blanc dans des capsules ayant récemment été utilisées pour la digestion de sols.

5.7 Plaque chauffante, réglée à 150 °C ±10 °C.

5.8 Hotte, pour vapeurs d'acide fluorhydrique et d'acide perchlorique, avec système approprié de lavage des vapeurs.

5.9 Fiole jaugée, en polypropylène, d'une capacité de 50 ml.

6 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — L'acide fluorhydrique est dangereux s'il est inhalé sous forme de vapeur ou s'il entre en contact avec la peau et les muqueuses. Les effets d'une exposition à cet acide peuvent ne pas être apparents avant plusieurs heures, notamment sur la peau, durée après laquelle le traitement médical peut être difficile. Il est recommandé aux utilisateurs de la présente partie de l'ISO 14869 de se familiariser avec les précautions nécessaires à prendre en consultant l'avis d'un professionnel et d'un médecin, le cas échéant. Il est indispensable d'utiliser une hotte d'aspiration efficace, des gants en caoutchouc, des lunettes ou une protection faciale et des dispositifs de pipettage protégés.

(standards.iteh.ai)

6.1 Traitement préalable

6.1.1 Préparation de l'échantillon

ISO 14869-1:2001

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db2f95ae-31bc-4d5e-bc54-2e3423a2c313/iso-14869-1-2001>

Broyer une prise d'essai représentative de l'échantillon séché (préparé conformément à l'ISO 11464) aussi finement que possible afin d'obtenir un sous-échantillon d'environ 20 g. Utiliser une partie de l'échantillon broyé pour déterminer la teneur en eau conformément à l'ISO 11465.

Il convient de respecter scrupuleusement les traitements préalables destinés à oxyder les matières organiques (voir 6.2) pour éviter les explosions au cours du processus de digestion.

NOTE L'expérience montre que la mise en solution de l'échantillon peut être considérablement prolongée si les particules de matériau broyé sont de taille supérieure ou égale à 250 µm.

6.1.2 Calcination

Peser avec exactitude 0,250 g d'échantillon broyé au moyen de la balance (5.3) et transvaser dans un creuset (5.4). Introduire le creuset dans le four (5.5) et augmenter la température progressivement, sur une durée de 1 h, jusqu'à 450 °C. Maintenir cette température pendant 3 h. Laisser le four refroidir jusqu'à la température ambiante, puis transférer quantitativement les cendres dans une capsule en PTFE (5.6) avec une quantité minimale d'eau (4.1). L'utilisation d'un creuset en platine d'environ 30 ml permet d'éviter de transvaser les cendres dans une capsule de PTFE et d'effectuer la digestion dans le même récipient que la calcination.

6.1.3 Traitement préalable à l'acide nitrique

Peser avec exactitude 0,250 g d'échantillon broyé au moyen de la balance (5.3), transvaser dans une capsule (5.6) et ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.5). Mettre la capsule sur la plaque chauffante (5.7) à 150 °C et laisser évaporer jusqu'à ce qu'il ne reste qu'environ 1 ml d'acide nitrique. Noter que plusieurs ajouts successifs d'acide nitrique peuvent s'avérer nécessaires pour éliminer toutes les matières organiques, c'est-à-dire jusqu'à ce que les émissions de vapeurs nitreuses cessent. Si c'est le cas, retirer la capsule de la plaque chauffante et la laisser refroidir jusqu'à la température ambiante avant d'ajouter la prise suivante d'acide nitrique.

Après le dernier ajout d'acide nitrique, retirer la capsule de la plaque chauffante et laisser refroidir jusqu'à la température ambiante avant de commencer la digestion.

6.2 Digestion

6.2.1 Ajouter 5 ml d'acide fluorhydrique (4.2) et 1,5 ml d'acide perchlorique (4.3) à la prise d'essai prétraitée (voir 6.1.1) dans la capsule en PTFE (5.6) ou dans le creuset de platine de 30 ml (5.4). Chauffer ce mélange sur la plaque chauffante (5.7) jusqu'à ce que cesse le dégagement des vapeurs denses d'acide perchlorique et de tétrafluorure de silicium. Ne pas laisser le mélange s'évaporer jusqu'à siccité complète. Retirer la capsule de la plaque chauffante, la laisser refroidir, puis ajouter 1 ml d'acide chlorhydrique (4.4) ou 1 ml d'acide nitrique (4.5) et environ 5 ml d'eau (4.1) afin de dissoudre le résidu. Faire chauffer rapidement la capsule sur la plaque chauffante pour faciliter la mise en solution. Transvaser cette solution quantitativement dans la fiole jaugée de 50 ml (5.9), compléter au volume, puis bien mélanger.

Une phase solide restant dans la solution ainsi obtenue indique une mise en solution incomplète. Il se peut que cela n'ait pas d'importance pour les éléments considérés, en particulier lorsque cette phase solide est constituée par de la silice pure; toutefois, dans ce cas, il faut compléter le mode opératoire par l'une des opérations suivantes.

NOTE Pour la mise en solution du résidu, l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique ont la même efficacité. L'utilisation de l'un ou de l'autre est fonction des méthodes d'analyse utilisées ensuite. Avec l'ICP-MS, il est préférable d'utiliser l'acide nitrique car le chlorure peut engendrer différentes interférences. En revanche, son emploi doit être évité pour la détermination colorimétrique du phosphore au moyen d'un réactif sulfomolybdique. De plus, certains éléments qui ne sont pas énumérés à l'article 1 peuvent se précipiter en cas d'utilisation d'acide chlorhydrique (par exemple Ag).

6.2.2 Le mode opératoire est arrêté à ce stade et il est noté dans le rapport d'essai qu'il y a échec de la mise en solution totale avec effet possible sur la détermination des teneurs totales.

6.2.3 Le mode opératoire est ajusté de façon à améliorer la mise en solution. Il est procédé à l'un des trois traitements suivants ou à une combinaison de ceux-ci.

- a) Le mode opératoire est recommencé avec une nouvelle prise d'essai, mais une deuxième dose de 5 ml d'acide fluorhydrique (4.2) et de 1,5 ml d'acide perchlorique (4.3) est ajoutée après évaporation de la première jusqu'à siccité presque totale. Cette deuxième dose est également évaporée comme indiqué ci-dessus et le mode opératoire est poursuivi comme décrit en 6.2.1.
- b) Le mode opératoire est recommencé avec une nouvelle prise d'essai, mais après l'ajout de l'acide fluorhydrique et de l'acide perchlorique, on laisse le mélange reposer jusqu'au lendemain à la température ambiante avant de le chauffer comme décrit en 6.2.1.
- c) L'ensemble du mode opératoire n'est pas modifié mais la masse de la prise d'essai est réduite.

S'il subsiste une phase solide en dépit des traitements ultérieurs, le rapport d'essai mentionne un échec de la mise en solution totale.

6.2.4 Une digestion acide est effectuée par la fusion de borate de lithium, conformément à l'ISO 14869-2 et au traitement préalable indiqué ci-après.

Décanter le contenu de la fiole jaugée (5.9) sur un papier-filtre sans cendre. Recueillir le filtrat. Rincer la fiole à l'eau pour transvaser quantitativement le résidu sur le filtre. Soigneusement laver ce dernier à l'eau et le laisser sécher.

Le résidu et le filtre sont considérés comme une prise d'essai et sont ensuite traités conformément au mode opératoire décrit dans l'ISO 14869-2. Selon la quantité de résidu restant, il est possible de réduire la masse de borate de lithium et le volume final.

L'ajout des quantités trouvées pour un élément donné après les deux étapes de mise en solution décrites ci-dessus conduit à la teneur totale dans l'échantillon.

6.3 Essai à blanc

Appliquer le même mode opératoire, mais sans l'échantillon, pour effectuer au moins un essai à blanc dans chaque lot de digestions.

7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai peut être rédigé séparément ou conjointement avec le rapport d'essai du mesurage analytique ultérieur.

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) une référence à la présente partie de l'ISO 14869, c'est-à-dire ISO 14869-1;
- b) l'identification complète de l'échantillon;
- c) tout détail non spécifié dans la présente partie de l'ISO 14869 ou considéré comme facultatif, ainsi que tout facteur ayant pu influencer sur les résultats, en particulier toute information concernant les résidus insolubles.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14869-1:2001](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db2f95ae-31bc-4d5e-bc54-2e3423a2c313/iso-14869-1-2001)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/db2f95ae-31bc-4d5e-bc54-2e3423a2c313/iso-14869-1-2001>