
**Qualité de l'eau — Digestion pour la
détermination de certains éléments dans
l'eau —**

**Partie 1:
Digestion à l'eau régale**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Water quality — Digestion for the determination of selected elements in
water*

Part 1: Aqua regia digestion

ISO 15587-1:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c122a5-5503-4e3d-a87e-488704beb41c/iso-15587-1-2002>



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 15587-1:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c122a5-5503-4e3d-a87e-488704beb41c/iso-15587-1-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c122a5-5503-4e3d-a87e-488704beb41c/iso-15587-1-2002>

© ISO 2002

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

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Principe	2
5 Réactifs	3
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	4
8 Mode opératoire	4
9 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Digestion dans un système ouvert avec chauffage électrique	7
Annexe B (informative) Digestion dans un système ouvert avec chauffage aux micro-ondes	9
Annexe C (informative) Digestion dans un système fermé avec chauffage aux micro-ondes	11
Annexe D (informative) Digestion dans un système fermé utilisant un autoclave	16
Annexe E (informative) Contrôles des performances	19
Bibliographie	20

ISO 15587-1:2002

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c122a5-5503-4e3d-a87e-488704beb41c/iso-15587-1-2002>

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.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 15587 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.

L'ISO 15587-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 147, *Qualité de l'eau*, sous-comité SC 2, *Méthodes physiques, chimiques et biochimiques*.

L'ISO 15587 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité de l'eau — Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau*:

- IT-1 STANDARD PREVIEW**
(standards.iteh.ai)
- *Partie 1: Digestion à l'eau régale* <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c122a5-5503-4e3d-a87e-488704beb41c/iso-15587-1-2002>
- *Partie 2: Digestion à l'acide nitrique*

Les annexes A, B, C, D et E de la présente partie de l'ISO 15587 sont données uniquement à titre d'information.

Qualité de l'eau — Digestion pour la détermination de certains éléments dans l'eau —

Partie 1: Digestion à l'eau régale

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes utilisant la présente partie de l'ISO 15587 soient familières des pratiques courantes de laboratoire. La présente partie de l'ISO 15587 ne prétend pas aborder tous les éventuels problèmes de sécurité liés à son utilisation. Il est de la responsabilité de l'utilisateur d'établir des pratiques de santé et de sécurité appropriées et de s'assurer de la conformité aux exigences réglementaires nationales.

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 15587 spécifie une méthode d'extraction d'éléments sous forme de traces dans un échantillon d'eau, en utilisant de l'eau régale comme agent de digestion. La méthode est applicable à tous les types d'eaux dont la concentration massique en solides en suspension est inférieure à 20 g/l et la concentration massique en carbone organique total (COT), exprimée en carbone, est inférieure à 5 g/l.

La méthode de digestion à l'eau régale est empirique et elle n'extrait pas toujours en totalité les éléments. Toutefois, pour la plupart des applications environnementales, le résultat répond aux besoins.

La digestion à l'eau régale permet la libération des éléments suivants: Ag, Al, As, B, Ba, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, P, Pb, Sb, Se, Sn, Sr, Ti, V, Zn. La méthode ne convient pas à la digestion de composés réfractaires comme SiO₂, TiO₂ et Al₂O₃. La présence de chlorures dans la solution de digestion peut limiter l'application des techniques analytiques.

La méthode est générique et peut être mise en œuvre à l'aide d'une grande variété de matériels sous réserve

- que la composition de la digestion ne soit pas modifiée,
- que la température de digestion soit connue, et
- que la durée de digestion corresponde à cette température.

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 15587. 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 15587 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 5667-3:1994, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Guide général pour la conservation et la manipulation des échantillons*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 15587, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1

eau régale

solution obtenue par mélange d'un volume d'acide nitrique avec trois volumes d'acide chlorhydrique

3.2

digestion (en solution)

traitement avec des produits chimiques réactifs liquides dont l'objectif est d'amener les éléments à analyser en solution dans un état permettant leur analyse ultérieure

NOTE Le degré de mise en solution des éléments à analyser qui convient pour une analyse ultérieure peut dépendre du principe de cette analyse. Certaines méthodes analytiques exigent que l'élément soit en solution, indépendamment de son état chimique, tandis que d'autres exigent une valence particulière ou des espèces ioniques spécifiques, par exemple la spectrométrie d'absorption atomique hydrure, la photométrie et les méthodes électrochimiques. Pour ces dernières, il convient de porter une attention particulière à la présence d'organométalliques chimiquement stables [5].

4 Principe

La prise d'essai est digérée avec de l'eau régale à une température définie. La température doit atteindre au moins la température d'ébullition (103 °C à 101,3 kPa) et être au plus de 175 °C. Au point d'ébullition (101,3 kPa), la durée minimale nécessaire à la libération de la fraction digestible est de 120 min. La durée maximale est fixée à quatre fois la durée minimale à cette même température. Par convention, il est supposé que la durée minimale et la durée maximale requises sont divisées par deux pour chaque augmentation de 15 °C de la température au-dessus du point d'ébullition (voir la Figure 1).

Après digestion, le résultat de la digestion est clarifié si nécessaire.

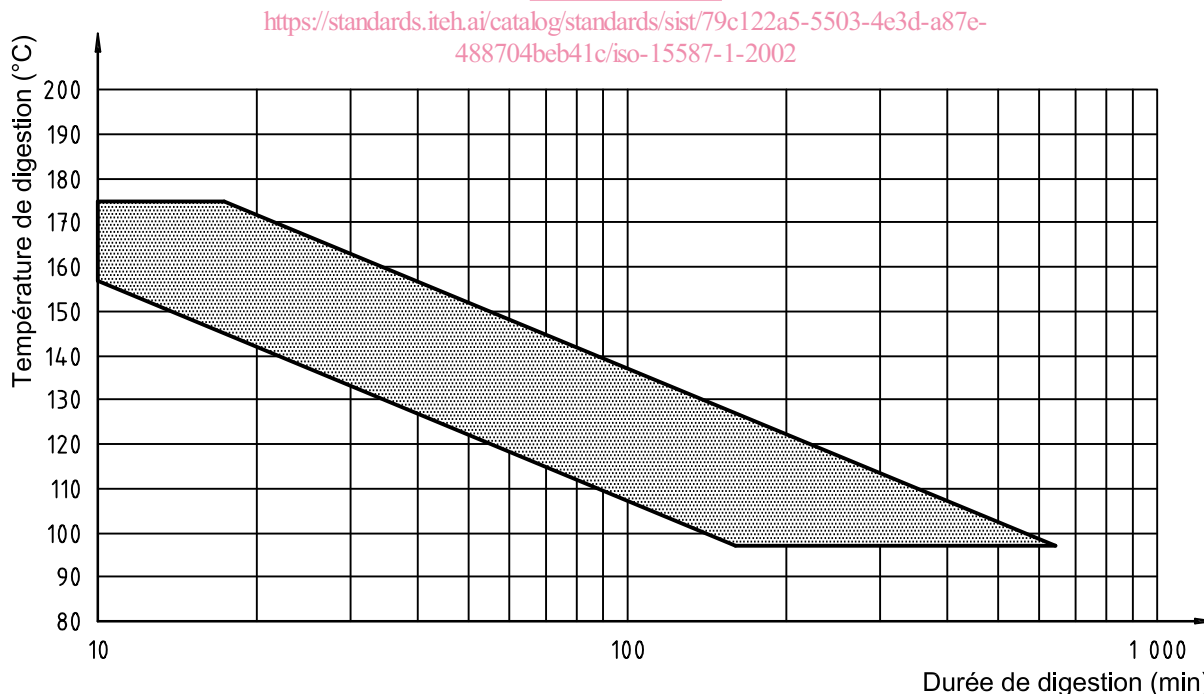


Figure 1 — Domaine des températures et durées de digestion admises

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue répondant aux exigences de pureté de l'analyse ultérieure. Contrôler leur pureté en réalisant un essai à blanc.

5.1 Eau, conforme à la qualité 1 de l'ISO 3696. La qualité 2 peut être utilisée si elle satisfait aux exigences de pureté de l'analyse ultérieure.

5.2 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 12,0 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,2 \text{ kg/l}$, environ 37 % en masse.

5.3 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 15,8 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,4 \text{ kg/l}$.

L'acide nitrique existe à la fois sous la forme $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40 \text{ kg/l}$, environ 65 % en masse et $\rho(\text{HNO}_3) = 1,42 \text{ kg/l}$, environ 69 % en masse. Les deux formes conviennent.

5.4 Agent antimoissant, par exemple *n*-dodécane ($\text{C}_{12}\text{H}_{26}$).

6 Appareillage

6.1 Récipient de digestion, résistant à la température et à la pression, pouvant contenir le mélange de l'échantillon et de la solution de digestion.

Si le récipient est fermé, sa paroi interne doit être inerte et ne doit pas libérer de substances dans la solution de digestion au-delà des exigences de pureté de l'analyse ultérieure.

6.2 Système de récupération des vapeurs, permettant de récupérer la solution de digestion qui s'évapore lors d'une digestion dans un système ouvert (par exemple réfrigérant de Soxhlet à reflux) et conçu de manière à réduire les pertes au minimum.

[ISO 15587-1:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c122a5-5503-4e3d-a87e-4887046c541c/iso-15587-1-2002)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c122a5-5503-4e3d-a87e-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c122a5-5503-4e3d-a87e-4887046c541c/iso-15587-1-2002)

Les matériaux en contact avec les vapeurs doivent être inertes et conformes aux exigences de pureté de l'analyse ultérieure.

6.3 Piège pour les substances volatiles, servant, dans un système de digestion ouvert, à piéger une ou plusieurs substance(s) volatile(s) qui pourrai(en)t s'échapper du système de récupération des vapeurs (6.2).

Ce piège peut être constitué d'un matériel de condensation ou d'un matériel qui absorbe ces substances dans l'acide nitrique ou dans l'eau régale. Les matériaux en contact avec les vapeurs doivent être inertes et conformes aux exigences de pureté de l'analyse ultérieure.

6.4 Dispositif de chauffage, capable de maintenir la température désirée pendant la période de temps requise.

6.5 Papier-filtre, sans cendres et en cellulose, avec des pores d'une taille moyenne adaptée à l'appareillage utilisé pour l'analyse.

Il ne doit pas pouvoir libérer de substances dans la solution de digestion au-delà des exigences de pureté de l'analyse ultérieure et ne doit pas absorber de substances au-delà du niveau d'impact négligeable sur la justesse du résultat analytique.

6.6 Billes de régulation de l'ébullition ou **bâtonnets en verre dépoli**, de 2 mm à 3 mm de diamètre, lavés à l'acide [par exemple avec de l'acide nitrique (5.3) chaud dilué à 10 % en volume dans l'eau (5.1)].

6.7 Fiole jaugée, généralement de 50 ml ou de 100 ml de capacité nominale.

6.8 Pipettes graduées ou **éprouvettes**, de volume approprié à l'utilisation prévue.

7 Échantillonnage

Conserver et manipuler l'échantillon d'eau conformément à l'ISO 5667-3.

La procédure de digestion (voir l'article 8) est mise en œuvre sur une prise d'essai de $25,0 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$, prélevée dans un échantillon d'eau homogène et bien agité. Toute prise d'essai d'un volume supérieur à 20 ml est autorisée, sous réserve que le volume d'eau régale soit modifié en proportion.

Si la présence de solides en suspension empêche d'obtenir une prise d'essai représentative d'un volume connu, il est possible de recourir à une autre méthode, par exemple à une pesée. Calculer le volume à partir de la détermination de la masse, éventuellement corrigée en fonction de la masse et de la masse volumique des solides. Mentionner dans le rapport l'incertitude sur le volume si elle est supérieure à 0,1 ml pour un volume de 25 ml.

Pour améliorer la limite de détection, l'échantillon peut être concentré par évaporation. L'évaporation est effectuée après ajout d'acide nitrique (5.3) et avant ajout d'acide chlorhydrique (5.2). Cependant, l'échantillon d'eau concentré doit satisfaire aux exigences de l'article 1. L'évaporation n'est pas permise si des substances volatiles sont éventuellement présentes.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation

Laver soigneusement à l'acide le matériel de digestion en contact avec la solution de digestion et le matériel volumétrique [par exemple avec de l'acide nitrique (5.3) chaud dilué à 10 % en volume dans l'eau (5.1)] et rincer à l'eau (5.1).

Placer une prise d'essai de $25,0 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$ dans le récipient de digestion (6.1).

Ajouter $6,0 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$ d'acide chlorhydrique (5.2), puis $2,0 \text{ ml} \pm 0,1 \text{ ml}$ d'acide nitrique (5.3). Le point d'ébullition de ce mélange est égal à $103 \text{ }^\circ\text{C}$.

Le rapport des volumes entre l'échantillon et l'eau régale est d'environ trois. Un rapport allant jusqu'à quatre est autorisé.

En cas de formation trop importante de mousse, ajouter une ou plusieurs goutte(s) d'agent antimoissant (5.4).

Agiter et laisser reposer jusqu'à l'arrêt de toute réaction visible.

Si le récipient de digestion est de type ouvert, continuer comme indiqué en 8.2. Sinon, continuer comme indiqué en 8.3.

8.2 Digestion dans un système ouvert

Raccorder le récipient de digestion (6.1) au système de récupération des vapeurs (6.2).

Raccorder le piège pour les substances volatiles (6.3) afin d'éviter que des substances à mesurer volatiles puissent s'échapper du système de récupération des vapeurs.

Placer le récipient de digestion dans le dispositif de chauffage (6.4).

Élever la température jusqu'au point d'ébullition.

Maintenir l'ébullition pendant au moins 120 min. Comme la température du point d'ébullition diminue avec l'altitude, ajouter 20 min à la durée minimale pour chaque tranche d'altitude de 1 000 m au-dessus du niveau de la mer. La durée maximale autorisée est égale à quatre fois la durée minimale.

Laisser refroidir le récipient de digestion lorsque la digestion est terminée.

Si un piège pour les substances volatiles (6.3) est utilisé, en ajouter le contenu à celui du récipient de digestion.

Rincer le piège et/ou le réfrigérant à l'eau (5.1) et décanter. Recueillir l'eau de rinçage dans le récipient de digestion.

Démonter le récipient de digestion du système de digestion.

Continuer comme indiqué en 8.4.

Des exemples de digestion dans un système ouvert sont donnés dans les annexes A et B.

8.3 Digestion dans un système fermé

Fermer le récipient de digestion (6.1) et le peser.

Raccorder le récipient de digestion au matériel micro-ondes ou le placer sur le dispositif de chauffage (6.4).

Élever lentement la température du mélange à digérer jusqu'à la température T_d comprise entre le point d'ébullition (103 °C à 101,3 kPa) et 175 °C.

Maintenir la digestion pendant une période de temps Δt d'au moins 10 min et d'au plus 480 min (101,3 kPa).

Avec une durée de digestion Δt , exprimée en minutes, la température de digestion T_d , exprimée en degrés Celsius, doit satisfaire à la condition suivante:

$$206,6 - 21,64 \times \ln(\Delta t) < T_d < 236,6 - 21,64 \times \ln(\Delta t) \quad (1)$$

NOTE 1 Les conditions de limites de l'équation (1) reflètent les hypothèses de l'article 4 sur les cinétiques et les durées.

Le domaine des températures et des durées de digestion admises est représenté à la Figure 1.

Laisser refroidir le récipient de digestion lorsque la digestion est terminée.

Peser le récipient de digestion et accepter le résultat de la digestion si la perte de masse est cohérente avec la perte de masse d'un matériau de référence bien documenté conduisant à des résultats acceptables.

Ouvrir et ventiler le récipient de digestion sous une hotte.

Des exemples de digestion dans un système fermé sont donnés dans les annexes C et D.

NOTE 2 Plusieurs dispositifs à micro-ondes contrôlent la puissance plutôt que la température. Une procédure permettant d'établir la relation entre la puissance du dispositif à micro-ondes et la température est indiquée en C.6.

8.4 Transfert de l'échantillon

Décanter l'échantillon dans une fiole jaugée adaptée (6.7), rincée à l'acide. Afin de transférer les composés à analyser quantitativement, rincer le récipient de digestion (6.1) avec de l'eau (5.1) et décanter. Recueillir l'eau dans la même fiole jaugée.

Si la décantation ne peut éviter le transfert de particules qui pourraient perturber l'analyse ultérieure, passer le résultat de la digestion à travers un papier-filtre (6.5) en recueillant le filtrat dans une fiole jaugée de taille adéquate (6.7), rincée à l'acide. Rincer le récipient de digestion à l'eau (5.1) et faire passer l'eau de rinçage à travers le papier-filtre (6.5). Recueillir les filtrats dans la même fiole jaugée.

Remplir la fiole jaugée jusqu'au trait repère après ajout des réactifs nécessaires pour le traitement et l'analyse ultérieurs de l'échantillon.

L'extrait est prêt pour la détermination.

Des exemples de vérification des performances sont donnés à l'annexe E.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai peut être préparé séparément ou conjointement avec celui de la méthode analytique ultérieure. Dans l'un ou l'autre cas, le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) une référence à la présente partie de l'ISO 15587, c'est-à-dire ISO 15587-1;
- b) l'identité de l'échantillon d'eau;
- c) le volume de la prise d'essai et l'incertitude si celle-ci est supérieure à 0,5 %;
- d) les conditions de digestion;
- e) tout écart par rapport à la présente méthode.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 15587-1:2002](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c122a5-5503-4e3d-a87e-488704beb41c/iso-15587-1-2002)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/79c122a5-5503-4e3d-a87e-488704beb41c/iso-15587-1-2002>

Annexe A (informative)

Digestion dans un système ouvert avec chauffage électrique

A.1 Principe

Une prise d'essai d'un échantillon d'eau, qui peut contenir jusqu'à 20 g/l de solides en suspension et jusqu'à 5 g/l de carbone organique, est dissoute par ébullition à reflux dans l'eau régale pendant 120 min à 480 min.

A.2 Réactifs

Utiliser les réactifs spécifiés dans l'article 5.

A.3 Appareillage

En général, le verre borosilicaté convient à tous les éléments en contact avec la solution de digestion. Si de faibles concentrations d'éléments lessivables doivent être analysés, d'autres matériaux peuvent être utilisés, par exemple le quartz (hautes températures) et le polyéthylène ou le polypropylène (basses températures). B, Na, K et Al sont des exemples d'éléments lessivables.

A.3.1 Récipient de digestion, en verre borosilicaté, de 100 ml de capacité nominale.

A.3.2 Réfrigérant de Soxhlet à reflux, de type droit avec des joints coniques rodés, en verre borosilicaté.

Les réfrigérants refroidis à l'eau d'une longueur efficace minimale d'au moins 200 mm conviennent.

A.3.3 Bâtonnets en verre dépoli, de 2 mm à 3 mm de diamètre, lavés à l'acide [par exemple avec de l'acide nitrique (5.3) chaud dilué à 10 % en volume dans l'eau de qualité 1 (5.1)].

A.3.4 Dispositif de chauffage avec réglage de la température, capable de porter le contenu du récipient de digestion à la température de reflux.

A.3.5 Fiole jaugée, en verre borosilicaté, de 100 ml de capacité nominale.

A.3.6 Pipettes graduées ou éprouvettes.

A.4 Échantillonnage

Conserver et manipuler les échantillons d'eau conformément à l'ISO 5667-3.

Prélever une prise d'essai de 50,0 ml \pm 0,2 ml dans un échantillon d'eau homogène et bien agité.

Si la présence de solides en suspension empêche d'obtenir une prise d'essai représentative d'un volume connu, il est possible de recourir à une autre méthode, par exemple à une pesée. Calculer le volume à partir de la détermination de la masse, éventuellement corrigée en fonction de la masse et de la masse volumique des solides. Mentionner dans le rapport l'incertitude sur le volume si elle est supérieure à 0,2 ml.