
**Qualité du sol — Extraction assistée par
micro-ondes de la fraction soluble dans
l'eau régale pour la détermination des
éléments**

*Soil quality — Microwave-assisted extraction of the aqua regia soluble
fraction for the determination of elements*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 12914:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3efde360-03fa-4004-81ca-def0457ab684/iso-12914-2012)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3efde360-03fa-4004-81ca-
def0457ab684/iso-12914-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3efde360-03fa-4004-81ca-def0457ab684/iso-12914-2012)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 12914:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3efde360-03fa-4004-81ca-def0457ab684/iso-12914-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3efde360-03fa-4004-81ca-def0457ab684/iso-12914-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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.org
Web www.iso.org

Publié 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 2.

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 du présent document 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 12914 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 12914:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3efde360-03fa-4004-81ca-def0457ab684/iso-12914-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3efde360-03fa-4004-81ca-def0457ab684/iso-12914-2012>

Introduction

La présente Norme internationale est un module pour l'analyse des paramètres inorganiques dans le sol et les matériaux du sol. La présente Norme internationale concerne l'extraction avec de l'eau régale pour l'analyse ultérieure des éléments.

L'eau régale ne dissoudra pas totalement la plupart des sols et des matériaux du sol et l'efficacité d'extraction des éléments particuliers diffère d'un élément à l'autre. Une telle efficacité peut également différer pour un même élément présent dans différentes matrices. Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale exécutent un programme d'analyse à l'aide de matériaux de référence pour s'assurer que la méthode mentionnée ici répond à leurs besoins. Par conséquent, les éléments extractibles dans l'eau régale ne peuvent pas être considérés comme «totaux»; en revanche, ils ne peuvent pas être considérés comme étant la fraction «biodisponible» car le mode opératoire d'extraction est trop énergétique pour représenter un procédé biologique.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 12914:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3efde360-03fa-4004-81ca-def0457ab684/iso-12914-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3efde360-03fa-4004-81ca-def0457ab684/iso-12914-2012>

Qualité du sol — Extraction assistée par micro-ondes de la fraction soluble dans l'eau régale pour la détermination des éléments

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode d'extraction assistée par micro-ondes d'éléments d'échantillons en utilisant l'eau régale comme solution d'extraction pour la détermination des éléments. La méthode s'applique à tous les types de sols et de matériaux du sol.

L'extraction dans l'eau régale convient à la libération des fractions d'éléments traces et majeurs dans le sol. L'eau régale n'est pas appropriée à l'extraction des éléments provenant de composés réfractaires tels que SiO_2 , TiO_2 et Al_2O_3 .

L'extraction avec de l'eau régale est définie d'un point de vue opérationnel et ne permettra pas nécessairement de libérer tous les éléments de manière complète.

La méthode reposant sur l'utilisation de micro-ondes est générique et peut être mise en place à l'aide de plusieurs appareils, à condition que:

- a) le rapport du mélange d'extraction demeure inchangé;
- b) la température d'extraction soit connue.

Les solutions produites par la méthode reposant sur l'utilisation de micro-ondes conviennent à l'analyse, par exemple en utilisant la spectrométrie d'absorption atomique (flamme: FAAS, génération d'hydrure: HGAAS, vapeur froide: CVAAS, four à graphite: GFAAS), la spectrométrie d'émission avec plasma à couplage inductif (ICP/OES) et la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP/MS).

NOTE En raison de la présence de chlorure dans la solution d'extraction, il peut exister des limitations concernant l'application des techniques d'analyse.

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

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

ISO 10381-1, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 1: Lignes directrices pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*

ISO 11464, *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 18512, *Qualité du sol — Lignes directrices relatives au stockage des échantillons de sol à long et à court termes*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

3.1 eau régale
solution d'extraction obtenue en mélangeant 1 volume d'acide nitrique, $w(\text{HNO}_3) = 65\%$ à 70% et 3 volumes d'acide chlorhydrique, $w(\text{HCl}) = 35\%$ à 37%

3.2 extraction
minéralisation de la matière organique d'un échantillon et dissolution de sa partie minérale, plus ou moins complètement, lors de sa réaction avec le mélange réactionnel

3.3 échantillon
partie de matériaux du sol choisie dans une quantité de matériaux plus grande

[ISO 11074:2005]

3.4 échantillon pour laboratoire
échantillon destiné à être utilisé pour un contrôle ou pour des essais en laboratoire

[ISO 11074:2005]

3.5 échantillon pour essai
prise de matériau, issue de l'échantillon pour laboratoire, au moyen d'une méthode appropriée de traitement préalable des échantillons, et ayant la taille (volume/masse) nécessaire pour les essais ou l'analyse souhaités

[ISO 11074:2005]

3.6 prise d'essai fraction analytique
quantité de matériau, issue de l'échantillon pour essai, de taille appropriée, nécessaire à la détermination de la concentration ou d'autres propriétés d'intérêt

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 12914:2012
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3efde360-03fa-4004-81ca-4ef0457ab684/iso-12914-2012>

NOTE 1 La prise d'essai peut être directement prélevée de l'échantillon primaire ou de l'échantillon pour laboratoire si aucune préparation de l'échantillon n'est requise (par exemple, utilisation de liquides). Toutefois, elle est généralement prélevée de l'échantillon pour essai préparé.

NOTE 2 On peut considérer comme prise d'essai une unité ou un prélèvement élémentaire suffisamment homogène, de taille et de finesse adéquates, et ne nécessitant aucune préparation supplémentaire.

[ISO 11074:2005]

3.7 matière sèche
fraction massique du résidu sec d'un échantillon, après séchage effectué selon le procédé spécifié

NOTE Elle est exprimée en pourcentage.

[ISO 11465:1993]

4 Consignes de sécurité

L'ensemble de ces tâches doit être effectué par des personnes formées à cet effet.

Les réactifs utilisés dans la présente Norme internationale sont extrêmement corrosifs et potentiellement très dangereux. Des précautions de sécurité sont absolument nécessaires en raison de la présence de fumées toxiques, de réactifs très corrosifs, de températures élevées et de hautes pressions.

L'ensemble des modes opératoires doit être effectué sous une hotte ou un système hermétique à ventilation forcée. L'utilisation de réactifs très oxydants peut entraîner la formation d'intermédiaires

organiques explosifs, notamment en cas de manipulation d'échantillons à forte teneur en matière organique. Ne pas ouvrir les récipients pressurisés avant refroidissement. Éviter tout contact avec les produits chimiques et les produits de réaction gazeux.

5 Principe

Il convient de traiter l'échantillon pour laboratoire conformément aux principes de l'ISO 11464 afin de produire un échantillon pour essai homogène à partir duquel une prise d'essai peut être sous-échantillonnée et digérée par de l'eau régale selon le mode opératoire de chauffage suivant.

Extraction par micro-ondes à $175\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ pendant $10\text{ min} \pm 1\text{ min}$ dans un récipient hermétique, suivie d'une filtration et d'un ajustement du volume dans une fiole jaugée.

6 Interférences et sources d'erreurs

En raison de la volatilité de certains composés, il est important de veiller à ne pas chauffer l'échantillon avant l'extraction et à empêcher la diffusion des produits de réaction volatils susceptibles de se former pendant l'extraction. Le broyage des échantillons comporte un risque de contamination de l'échantillon par l'environnement (par exemple air, poussière, usure de l'équipement de broyage). Une perte des composés volatils est possible en raison de températures élevées (par exemple une température de séchage supérieure à 40 °C peut entraîner une perte de mercure).

Pendant le dosage des éléments traces, toute contamination doit être évitée. Le récipient dans lequel l'échantillon est livré et stocké peut être une source d'erreurs. Le matériau du récipient doit être choisi de façon qu'il n'absorbe pas les éléments à doser (par exemple du Hg élémentaire peut s'infiltrer dans les parois en polyéthylène très rapidement et dans les deux directions; le verre peut quant à lui contaminer les échantillons avec ses éléments constitutifs tels que B, Na, K et Al).

Pour le dosage des éléments formant les composés volatils (par exemple Hg, As), une attention particulière doit être prêtée au traitement des échantillons.

En utilisant les modes opératoires d'extraction décrits, il est possible que de grandes parties de l'échantillon demeurent non dissoutes.

Un extrait ayant une matrice très acide et très riche en sel dissous peut provoquer des interférences lors des opérations de mesurage.

Selon la concentration des éléments recherchés, une attention particulière doit être prêtée au nettoyage de l'équipement de laboratoire. Il est recommandé de nettoyer soigneusement l'ensemble de l'équipement de laboratoire et de laisser l'équipement tremper pendant au moins une nuit dans de l'acide nitrique à 1 % à 5 %.

Un soin particulier doit être apporté afin de s'assurer que la prise d'essai est en contact avec le mélange acide dans le récipient de réaction. Il convient d'utiliser des régulateurs d'ébullition tels que des billes de verre, à condition qu'ils ne contiennent aucun composant contaminant l'échantillon.

Certains éléments recherchés peuvent être perdus en raison de la précipitation avec les ions présents dans la solution d'extraction, par exemple les composés faiblement solubles des chlorures. Pendant la filtration de la solution extraite, il est nécessaire que cette étape n'introduise aucun contaminant.

7 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

7.1 Eau, déminéralisée ou distillée, au moins conforme à la qualité 2 de l'ISO 3696.

Il est recommandé d'utiliser une eau provenant d'un même lot pour une série de dosages donnée. Des essais à blanc sont effectués dans chaque série de dosage des échantillons.

7.2 **Acide chlorhydrique**, $c(\text{HCl}) = 12 \text{ mol/l}$; $\rho = 1,18 \text{ g/ml}$; $w(\text{HCl}) = 36 \%$.

7.3 **Acide nitrique**, $c(\text{HNO}_3) = 14,3 \text{ mol/l}$; $\rho = 1,4 \text{ g/ml}$; pas moins de $w(\text{HNO}_3) = 65 \%$.

7.4 **Acide nitrique, dilué**, $c(\text{HNO}_3) = 0,5 \text{ mol/l}$, compléter 35 ml d'acide nitrique (7.3) à 1 l avec de l'eau (7.1).

7.5 **Agent anti-mousse**, par exemple le *n*-dodécane ($\text{C}_{12}\text{H}_{26}$) ou l'éther de *p*-(1,1,2,3-tétraméthylbutyl)-phényle de polyéthylène glycol [$\text{C}_{14}\text{H}_{22}\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O})_n$] est approprié.

8 Appareillage

8.1 Généralités

L'ensemble de la verrerie et du matériel plastique doit être nettoyé et stocké de façon appropriée, afin d'éviter toute contamination.

8.2 Système d'extraction assistée par micro-ondes

8.2.1 Exigences concernant l'appareil à micro-ondes

L'appareil d'extraction par micro-ondes doit comporter soit un système de régulation thermique, soit un réglage de puissance, combiné à un étalonnage de la température et un mesurage de la pression. L'appareil à micro-ondes doit garantir une répartition uniforme de l'énergie sur les échantillons. Ces dispositifs doivent être étalonnés pour établir la relation entre la température et la durée décrite en 10.3.

La cavité de l'appareil à micro-ondes doit être bien ventilée et résistante à la corrosion. De plus, la ventilation dans les appareils avec réglage de puissance doit être suffisante pour maintenir la température ambiante à l'intérieur de la cavité.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3efde360-03fa-4004-81ca->

Pour un fonctionnement sûr, tous les éléments électroniques doivent être protégés contre la corrosion. Un four à micro-ondes de laboratoire équipé d'un système de contrôle de la puissance par mesurage de la température est préféré. Les exigences de performance thermique nécessitent un système de décomposition par micro-ondes capable de détecter la température avec une précision de $\pm 2,5 \text{ }^\circ\text{C}$ et d'ajuster automatiquement la puissance de sortie du champ de micro-ondes dans les 2 s suivant la détection. Il convient que les capteurs de température soient précis à $\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ (y compris à la température de réaction finale de $175 \text{ }^\circ\text{C} \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$). Le contrôle de la puissance en fonction de la température est le principal facteur influant sur les performances de la méthode. En raison de la variabilité au sein des matrices d'échantillons et de l'appareil d'extraction par micro-ondes (c'est-à-dire différents types de récipients et conceptions de micro-ondes), le réglage de la température pendant l'extraction est important pour garantir un chauffage par micro-ondes reproductible et obtenir des données comparables entre différents appareils.

La précision du système de mesure de la température doit être contrôlée périodiquement à une température élevée, conformément aux instructions du fabricant. Si la température s'écarte de plus de $2,5 \text{ }^\circ\text{C}$ par rapport à la température mesurée par un système de mesure de la température externe et étalonné, il convient d'étalonner le système de mesure de la température de l'appareil à micro-ondes.

8.2.2 Plateau rotatif

Il convient que la vitesse minimale du plateau rotatif soit de 3 min^{-1} . D'autres types d'appareils utilisés pour faciliter l'uniformisation du champ de micro-ondes peuvent également être appropriés.

8.2.3 Récipients d'extraction par micro-ondes

Le matériau des récipients d'extraction doit être transparent aux micro-ondes et résistant aux réactifs et à la température. Il peut s'agir notamment de fluorocarbone (par exemple PTA ou TFM) ou de quartz. Les récipients peuvent être placés dans différents conteneurs transparents aux micro-ondes dans un souci de stabilité, de durabilité et de sécurité. Il convient que le volume interne des récipients d'extraction soit de préférence 50 ml

ou 100 ml. La paroi interne des récipients doit être inerte et ne doit pas libérer de substances dans l'extrait à un niveau supérieur aux exigences de pureté de l'analyse ultérieure. Les récipients doivent être adaptés à une application fiable dans la gamme de température et de pression appliquée, capables de supporter des pressions d'au moins 30 bar (435 psi) et équipés d'un dispositif de sécurité de surpression. Le contrôle de la température dans les récipients d'extraction du système d'extraction par micro-ondes en milieu fermé constitue le principal facteur influant sur les performances de la méthode. Un capteur de température doit ainsi être installé dans un ou plusieurs récipients pendant toute la durée de la décomposition.

8.3 Papier filtre, à base de cellulose, durci et résistant à l'eau régale.

La filtration sur membrane (0,45 µm) peut également être utilisée.

8.4 Fioles jaugées, d'une capacité de 50 ml ou 100 ml.

8.5 Balance, d'une précision de 1 mg ou plus.

9 Échantillonnage et prétraitement des échantillons

9.1 Échantillonnage

Il convient d'effectuer l'échantillonnage conformément à l'ISO 10381-1, selon le cas.

Il convient de conserver les échantillons pour laboratoire conformément à l'ISO 18512.

9.2 Prétraitement des échantillons

Prétraiter les échantillons conformément à l'ISO 11464.

9.3 Prétraitement de l'échantillon pour essai

L'échantillon pour essai doit être une partie représentative de l'échantillon pour laboratoire concernant les éléments à l'étude, et doit être suffisamment homogène pour l'analyse.

Il convient que le prétraitement inclue le séchage et la réduction granulométrique à une granulométrie inférieure à 250 µm. La masse des échantillons pour essai doit être suffisante pour les multiples modes opératoires d'extraction et pour la détermination de la teneur en matière sèche. La détermination de la teneur en matière sèche conformément à l'ISO 11465 doit être effectuée en utilisant une partie séparée de l'échantillon pour essai.

10 Mode opératoire

10.1 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc parallèlement au dosage, en utilisant le même mode opératoire, les mêmes quantités de réactifs, mais en omettant la prise d'essai (10.2).

10.2 Prise d'essai

Peser au moins 0,5 g à 1,0 g (sur la base de la masse sèche) de l'échantillon pour essai, à 1 mg près, préparé conformément à 9.3 et transférer dans le récipient d'extraction par micro-ondes (8.2.3).

Conformément aux spécifications du fabricant, il convient de tenir compte des limites supérieures de la masse de la prise d'essai.