
**Qualité du sol — Digestion des
éléments solubles dans l'acide nitrique**

Soil quality — Digestion of nitric acid soluble fractions of elements

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16729:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d03c819-2f39-47fd-bc1c-16f297eebef0/iso-16729-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d03c819-2f39-47fd-bc1c-16f297eebef0/iso-16729-2013>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16729:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d03c819-2f39-47fd-bc1c-16f297eebef0/iso-16729-2013>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au 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

Sommaire

	Page
Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	2
4 Interférences et sources d'erreurs	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Mode opératoire de digestion	4
8 Rapport d'essai	5
Annexe A (informative) Données de répétabilité et de reproductibilité	6
Bibliographie	8

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 16729:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d03c819-2f39-47fd-bc1c-16f297eebef0/iso-16729-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d03c819-2f39-47fd-bc1c-16f297eebef0/iso-16729-2013>

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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou sur la liste ISO des déclarations de brevets reçus (voir www.iso.org/brevets).

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, aussi bien que pour des informations au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d03c819-2f39-47fd-bc1c-167292013>

Le comité responsable de ce document est l'ISO/TC 190, *Qualité du sol*, Sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

Introduction

La présente méthode est destinée à assurer une digestion rapide de plusieurs éléments contenus dans les boues, les bio-déchets traités et les sols avant l'analyse. Il est connu que la digestion à l'acide nitrique d'échantillons prélevés dans l'environnement ne conduit pas nécessairement à une minéralisation complète de l'élément et que l'extrait obtenu à partir d'un échantillon pour essai peut ne pas refléter les concentrations totales en analytes cibles. Toutefois, pour la plupart des applications environnementales, le résultat est adapté à l'usage prévu.

La présente Norme internationale est applicable et validée pour plusieurs types de matrices, telles qu'indiquées dans le [Tableau 1](#) (voir aussi l'[Annexe A](#) pour les résultats de la validation).

Tableau 1 — Matrices pour lesquelles la présente Norme internationale est applicable et validée

Matrice	Matériaux utilisés pour la validation
Boues	Boues urbaines
Biodéchets	Compost
Sols	Sols amendés par les boues

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 16729:2013](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d03c819-2f39-47fd-bc1c-16f297eebef0/iso-16729-2013>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16729:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5d03c819-2f39-47fd-bc1c-16f297eebef0/iso-16729-2013>

Qualité du sol — Digestion des éléments solubles dans l'acide nitrique

AVERTISSEMENT — Il convient que l'utilisateur de la présente Norme internationale connaisse bien les pratiques courantes de laboratoire. Les réactifs utilisés dans le cadre de la présente Norme internationale sont fortement corrosifs et certains sont très toxiques. Il est absolument nécessaire de prendre des mesures de sécurité, non seulement en raison des réactifs fortement corrosifs, mais aussi de la température et de la pression élevées. Un matériel à micro-ondes de laboratoire muni de dispositifs de sécurité isolés et résistants à la corrosion doit être utilisé. Les fours à micro-ondes à usage domestique (cuisine) ne doivent pas être utilisés car la corrosion par les vapeurs acides peut compromettre le fonctionnement des dispositifs de sécurité et empêcher l'arrêt du magnétron à l'ouverture de la porte, ce qui pourrait entraîner une exposition de l'opérateur à l'énergie des micro-ondes. Toutes les étapes du mode opératoire doivent être réalisées sous une hotte ventilée ou dans un équipement fermé à ventilation forcée. Du fait de l'utilisation de réactifs fortement oxydants, la formation de produits organiques intermédiaires explosifs est possible, en particulier lors du traitement d'échantillons à forte teneur en matières organiques. Ne pas ouvrir les récipients sous pression avant qu'ils n'aient refroidi. Éviter tout contact avec les produits chimiques et les produits de réaction gazeux.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais conduits conformément à la présente Norme internationale soient exécutés par du personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application (standards.iteh.ai)

La présente Norme internationale spécifie une méthode de digestion par micro-ondes des boues, des bio-déchets traités et des sols en utilisant de l'acide nitrique.

Cette méthode est applicable pour la digestion à l'acide nitrique assistée par micro-ondes des boues, des bio-déchets traités et des sols pour les éléments suivants:

Aluminium (Al), antimoine (Sb), arsenic (As), baryum (Ba), béryllium (Be), bismuth (Bi), bore (B), cadmium (Cd), calcium (Ca), cérium (Ce), césium (Cs), chrome (Cr), cobalt (Co), cuivre (Cu), dysprosium (Dy), erbium (Er), europium (Eu), gadolinium (Gd), gallium (Ga), germanium (Ge), or (Au), hafnium (Hf), holmium (Ho), indium (In), iridium (Ir), fer (Fe), lanthane (La), plomb (Pb), lithium (Li), lutétium (Lu), magnésium (Mg), manganèse (Mn), mercure (Hg), molybdène (Mo), néodyme (Nd), nickel (Ni), palladium (Pd), phosphore (P), platine (Pt), potassium (K), praseodyme (Pr), rubidium (Rb), rhénium (Re), rhodium (Rh), ruthénium (Ru), samarium (Sm), scandium (Sc), sélénium (Se), silicium (Si), sodium (Na), strontium (Sr), soufre (S), tellure (Te), terbium (Tb), thallium (Tl), thorium (Th), thulium (Tm), étain (Sn), titane (Ti), tungstène (W), uranium (U), vanadium (V), ytterbium (Yb), yttrium (Y), zinc (Zn) et zirconium (Zr).

La présente Norme internationale peut également s'appliquer à la digestion d'autres éléments.

La digestion à l'acide nitrique n'aboutit pas nécessairement à une minéralisation totale de l'échantillon. Les concentrations en analytes extraits ne reflètent pas nécessairement la teneur totale dans l'échantillon.

2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

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

3 Principe

Une prise d'essai est digérée dans de l'acide nitrique concentré au moyen d'un chauffage par micro-ondes dans un appareil à micro-ondes de laboratoire approprié. Les échantillons et l'acide ou les acides sont placés dans un récipient pour micro-ondes en polymère fluorocarboné ou en quartz ou revêtu de polymère fluorocarboné ou de quartz. Le récipient est fermé hermétiquement et chauffé dans l'appareil à micro-ondes. Après refroidissement, le contenu du récipient est filtré, centrifugé ou mis à décanter, et la solution limpide est séparée et diluée au volume, puis analysée par la méthode de mesure appropriée.

4 Interférences et sources d'erreurs

En raison de la volatilité de certains composés, il faut veiller à ce que l'échantillon ne soit pas chauffé avant la digestion et que les produits de réaction volatils formés pendant la digestion ne s'échappent pas.

Le récipient dans lequel l'échantillon est livré et conservé peut être source d'erreurs. Le matériau doit être choisi en fonction des éléments à déterminer, par exemple le Hg élémentaire peut pénétrer très rapidement dans les parois en polyéthylène dans les deux directions. Le verre peut contaminer des échantillons contenant du B, Na, K, Al, par exemple.

Quelques composés réfractaires de la matrice de l'échantillon, tels que le quartz, les silicates, le dioxyde de titane, l'alumine et d'autres oxydes, peuvent ne pas être dissous. Ces éléments constitutifs sont considérés comme étant non mobiles dans l'environnement et sont exclus de la plupart des mécanismes de transport de la pollution aqueuse.

Des concentrations élevées d'acide et de solutés dans le digestat peuvent causer des interférences et doivent être traitées de manière appropriée lors de la détermination.

S'assurer que la totalité de la prise d'essai est mise en contact avec le mélange acide dans le récipient de digestion.

Une réaction vigoureuse est possible, notamment avec des échantillons contenant des espèces volatiles ou s'oxydant facilement. Lors de la digestion d'une matrice de ce type, ne pas utiliser plus de 0,1 g d'échantillon pour commencer. Si une réaction vigoureuse se produit lors de l'ajout du (des) réactif(s), laisser la pré-digestion de l'échantillon se dérouler dans le récipient de digestion non fermé jusqu'à ce que la réaction cesse. Un apport de chaleur peut être prévu pendant cette étape pour des raisons de sécurité (par exemple, libération rapide de dioxyde de carbone par les carbonates, matières organiques s'oxydant facilement). Une fois que la réaction initiale a cessé, il est possible de poursuivre le mode opératoire de digestion de l'échantillon.

Si la solution digérée est filtrée, veiller à ce que le mode opératoire de filtration n'introduise pas de contamination.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des acides et des réactifs de qualité analytique reconnue afin d'éviter des valeurs de blanc élevées pour les mesures analytiques ultérieures. Utiliser une solution d'essai à blanc tout au long du mode opératoire, en suivant toutes les étapes et en appliquant les mêmes quantités d'acides, mais sans inclure d'échantillon.

5.1 Eau, de qualité 2 telle que spécifiée dans l'ISO 3696 ou supérieure.

L'eau utilisée pour la préparation des réactifs doit répondre aux exigences de l'analyse ultérieure. Vérifier la pureté en réalisant un essai à blanc.

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

Une autre qualité peut être utilisée à condition que le réactif soit d'une pureté suffisante pour permettre son utilisation sans diminuer l'exactitude de l'analyse ultérieure.

5.3 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 0,5 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,0 \text{ kg/l}$.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire. Toute la verrerie et tous les éléments en matière plastique doivent être convenablement nettoyés et stockés afin d'éviter toute contamination.

Selon la concentration de l'élément étudié, une attention particulière doit être accordée au nettoyage des récipients.

6.1 Système de digestion par micro-ondes, résistant à la corrosion et bien ventilé. Toute l'électronique doit être protégée contre la corrosion pour un fonctionnement en toute sécurité.

Utiliser un four à micro-ondes de laboratoire équipé d'une régulation de la puissance couplée à une mesure de la température.

Il convient que le système de digestion par micro-ondes puisse réguler la température avec une exactitude de $\pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ et régler automatiquement la puissance de sortie du champ de micro-ondes dans les 2 s qui suivent la détection. Les capteurs de température doivent avoir une exactitude de $\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$, y compris pour la température finale de réaction de $(175 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$. La régulation de la puissance couplée à une mesure de la température constitue le principal mécanisme de performance de la méthode. En raison de la variabilité des types de matrices d'échantillons et de l'équipement de digestion par micro-ondes (c'est-à-dire différents types de réacteurs et différentes conceptions de micro-ondes), la régulation de la température pendant la digestion est importante pour la reproductibilité du chauffage aux micro-ondes et la comparabilité des données.

Il convient de contrôler périodiquement l'exactitude du système de mesure de la température à une température élevée conformément aux instructions du fabricant. Si la température s'écarte de plus de $2 \text{ }^\circ\text{C}$ de 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 du micro-ondes.

6.2 Plateau tournant, ayant une vitesse minimale de 3 min^{-1} .

6.3 Récipients à échantillons, des récipients en matière plastique ou en verre sont appropriés.

Tous les récipients doivent être convenablement nettoyés à l'acide et stockés afin d'éviter toute contamination.

6.4 Récipients de digestion en matériaux résistants aux réactifs et à la température et transparents aux micro-ondes, tels que les hydrocarbures fluorés (par exemple perfluoroalkoxylalcane (PFA), le polytétrafluoroéthylène modifié (PTFE)) ou le quartz.

Les récipients peuvent contenir des couches de différents matériaux transparents aux micro-ondes pour accroître la résistance, la durabilité et la sécurité. Le volume intérieur doit être d'au moins 45 ml, et le récipient doit être capable de supporter des pressions d'au moins 300 kPa et être protégé contre la surpression.

NOTE 1 Ces spécifications visent à fournir un réacteur approprié, sûr et durable.

La paroi interne du récipient 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. Le récipient doit être utilisable en toute sécurité dans la gamme de températures et de pressions appliquée.