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

Partie 3:

**Mise en solution par l'acide
fluorhydrique, l'acide chlorhydrique et
l'acide nitrique à l'aide de la technique
de micro-ondes pressurisées**

ISO 14869-3:2017
*Soil quality — Dissolution for the determination of total element
content*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ecc22071-079e-49c9-bd82-7ad2c8489f92/iso-14869-3-2017>

*Part 3: Dissolution with hydrofluoric, hydrochloric and nitric acids
using pressurised microwave technique*



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14869-3:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eed22071-079e-49c9-bd82-7ad2c8489f92/iso-14869-3-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	2
4 Consignes de sécurité	2
5 Principe	2
6 Interférences et sources d'erreur	2
7 Réactifs	3
8 Appareillage	3
9 Échantillonnage et prétraitement des échantillons	5
9.1 Prétraitement des échantillons.....	5
9.2 Prétraitement de la prise d'essai.....	5
10 Mode opératoire	5
10.1 Essai à blanc.....	5
10.2 Prise d'essai.....	5
10.3 Mise en solution.....	5
11 Contrôle qualité	6
12 Rapport d'essai	7
13 Caractéristiques de performance	7
Annexe A (informative) Données de validation	8
Bibliographie	10

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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, 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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html

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

Une liste de toutes les parties de la série ISO 14869 est disponible sur le site Internet de l'ISO.

Introduction

Le présent document est un module d'analyse des paramètres inorganiques dans les sols et les matériaux du sol. Le présent document concerne la mise en solution complète en vue de l'analyse ultérieure des éléments.

Un mélange d'acide nitrique, d'acide fluorhydrique et d'acide chlorhydrique sera utilisé pour complètement mettre en solution la plupart des sols et matériaux similaires. Les solutions obtenues peuvent être déterminées séparément ou après combinaison par spectrométrie d'absorption atomique (AAS), spectrométrie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES) ou spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS).

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 14869-3:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ecc22071-079e-49c9-bd82-7ad2c8489f92/iso-14869-3-2017)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ecc22071-079e-49c9-bd82-7ad2c8489f92/iso-14869-3-2017>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14869-3:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eed22071-079e-49c9-bd82-7ad2c8489f92/iso-14869-3-2017>

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

Partie 3:

Mise en solution par l'acide fluorhydrique, l'acide chlorhydrique et l'acide nitrique à l'aide de la technique de micro-ondes pressurisées

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de mise en solution assistée par micro-ondes d'échantillons de sol pour la détermination des teneurs élémentaires totales de:

Al, As, Ba, Ca, Cd, Co, Cr, Cs, Cu, Fe, Hg, K, Li, Mg, Mn, Na, Ni, P, Pb, S, Se, Sb, Sr, Tl, V et Zn

à l'aide d'un mélange d'acide nitrique (HNO₃), d'acide fluorhydrique (HF) et d'acide chlorhydrique (HCl). La méthode s'applique à tous les types de sols et de matériaux du sol.

Le principal domaine d'application est le domaine géologique et pédologique.

Le mélange acide permet de complètement mettre en solution les éléments contenus dans le sol (majeurs, mineurs et traces) mais certains composés réfractaires tels que le SiO₂, le TiO₂, le spinelle, l'Al₂O₃ ou d'autres composés peuvent rester sous forme de résidus. Dans ce cas, il est recommandé d'utiliser la fusion alcaline, conformément à l'ISO 14869-2, pour déterminer les teneurs élémentaires totales réelles.

NOTE 1 Dans les études environnementales, l'extraction à l'eau régale est généralement appliquée conformément à l'ISO 12914 ou l'ISO 11466.

Les solutions produites par la méthode des micro-ondes conviennent à l'analyse, par exemple, en utilisant la spectrométrie d'absorption atomique (FAAS, HGAAS, CVAAS, GFAAS), la spectrométrie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP-OES) et la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif (ICP-MS).

NOTE 2 En raison de la présence de chlorure dans la solution de minéralisation, il peut exister des limitations concernant l'application de certaines techniques d'analyse.

2 Références normatives

Les documents suivants sont référencés dans le texte de sorte qu'une partie ou la totalité de leur contenu constitue les exigences 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 11074, *Qualité du sol — Vocabulaire*

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

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

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 11074, l'ISO 11464 et l'ISO 11465 s'appliquent.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>
- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <http://www.iso.org/obp>

4 Consignes de sécurité

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

Les réactifs utilisés dans le présent document sont extrêmement corrosifs et potentiellement très dangereux. Des précautions de sécurité sont absolument nécessaires en raison de la présence 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 de 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 réactionnels gazeux.

DANGER — 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. Il convient de noter que 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 du présent document 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. Respecter les précautions de sécurité relatives à la manipulation de l'acide fluorhydrique.

AVERTISSEMENT — Plusieurs étapes du mode opératoire sont potentiellement dangereuses, notamment celles impliquant l'utilisation d'acides concentrés sous des conditions pressurisées. Il convient que les utilisateurs du présent document 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, demander l'avis d'un professionnel.

5 Principe

L'échantillon pour laboratoire doit être traité conformément aux principes de l'ISO 11464 afin de produire un échantillon pour essai homogène à partir duquel une prise d'essai représentative peut être sous-échantillonnée et complètement mise en solution dans un mélange acide par chauffage assisté par micro-ondes.

6 Interférences et sources d'erreur

Pendant la détermination des éléments traces, toute contamination doit être évitée. Le conteneur dans lequel l'échantillon est livré et stocké peut être une source d'erreurs. Le matériau du conteneur doit être choisi de façon qu'il n'absorbe pas les éléments à déterminer (par exemple, le Hg élémentaire peut pénétrer très rapidement dans les parois en polyéthylène et ce, dans les deux sens).

Le broyage ou le meulage des échantillons comporte un risque de contamination de l'échantillon par l'environnement (par exemple, air, poussière, usure de l'équipement de broyage). En raison de la

volatilité de certains composés, il est important de veiller à ne pas chauffer l'échantillon avant la mise en solution et à empêcher la diffusion des produits réactionnels volatils susceptibles de se former pendant la mise en solution.

Pour la détermination des éléments formant les composés volatils (par exemple, Hg, As, Cr, Se), une attention particulière doit être prêtée pendant le prétraitement des échantillons et les minéralisations pressurisées.

Des concentrations élevées en acides et en éléments majeurs dissous dans la solution de mise en solution peuvent provoquer des interférences dans la méthode analytique.

Selon la concentration des éléments étudiés, 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 au moins de laisser l'équipement tremper toute une nuit dans de l'acide nitrique à 5 %.

Certains éléments étudiés peuvent être perdus en raison de la précipitation avec les ions présents dans la solution de minéralisation, par exemple les composés faiblement solubles du chlorure, du fluorure ou du sulfate. Avant de commencer la filtration, il convient d'ajouter de l'acide borique pour neutraliser l'excédent d'acide fluorhydrique et remettre en solution les fluorures insolubles. Éviter toute contamination pendant la filtration.

7 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

7.1 Eau

L'eau déminéralisée ou distillée utilisée doit être 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 déterminations donnée. Des essais à blanc sont effectués dans chaque série de déterminations 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 Acide fluorhydrique, $c(\text{HF}) = 22,6 \text{ mol/l}$, $\rho = 1,13 \text{ g/ml}$, $w(\text{HF}) = 40 \%$.

7.6 Agent anti-mousse

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

7.7 Solution d'acide borique, $w(\text{H}_3\text{BO}_3)$ environ 4 %.

Dissoudre 20 g d'acide borique (H_3BO_3) dans 450 ml d'eau et compléter à 500 ml avec de l'eau. Conserver cette solution dans un flacon en polyéthylène. La limite de solubilité du H_3BO_3 est de 49 g dans 1 000 ml d'eau.

8 Appareillage

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