
**Sols, biodéchets traités, boues et
déchets — Digestion des éléments
solubles dans l'eau régale**

*Soil, treated biowaste, sludge and waste — Digestion of aqua regia
soluble fractions of elements*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 54321:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/069f9f0d-a52c-4334-8363-3c46d3a9a0c8/iso-54321-2020)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/069f9f0d-a52c-4334-8363-
3c46d3a9a0c8/iso-54321-2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/069f9f0d-a52c-4334-8363-3c46d3a9a0c8/iso-54321-2020)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 54321:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/069f9f0d-a52c-4334-8363-3c46d3a9a0c8/iso-54321-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8

CH-1214 Vernier, Genève

Tél.: +41 22 749 01 11

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 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Interférences et sources d'erreur	2
6 Réactifs	3
7 Appareillage	3
7.1 Généralités.....	3
7.2 Méthode A — Appareillage de chauffage thermique en conditions atmosphériques.....	3
7.2.1 Méthode A1 — Chauffage thermique en conditions atmosphériques.....	3
7.2.2 Méthode A2 — Chauffage thermique, à l'aide d'un bloc chauffant avec des récipients.....	4
7.3 Méthode B — Digestion par micro-ondes, avec régulation de la température, dans des récipients fermés.....	4
8 Mode opératoire	5
8.1 Généralités.....	5
8.2 Essai à blanc.....	6
8.3 Méthode A — Chauffage thermique en conditions atmosphériques.....	6
8.3.1 Méthode A1 — Chauffage thermique en conditions atmosphériques.....	6
8.3.2 Méthode A2 — Chauffage thermique, à l'aide d'un bloc chauffant avec des récipients.....	7
8.4 Méthode B — Digestion par micro-ondes, avec régulation de la température, dans des récipients fermés.....	7
9 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Données de répétabilité et de reproductibilité relatives aux échantillons de sol, de biodéchet et de boue	9
Annexe B (informative) Données de répétabilité et de reproductibilité relatives aux échantillons de déchets	10
Bibliographie	38

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 attirée 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.

(standards.iteh.ai)

Pour une explication de la nature volontaire des normes, 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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques physiques*, en collaboration avec le comité technique CEN/TC 444, *Méthodes d'essai pour la caractérisation environnementale des matrices solides*, du Comité européen de normalisation (CEN) conformément à l'Accord de coopération technique entre l'ISO et le CEN (Accord de Vienne).

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

En ce qui concerne la comparabilité du mode opératoire décrit dans le présent document avec ceux des autres normes mentionnées ci-dessus, les remarques suivantes peuvent être faites:

- le présent document décrit la digestion d'échantillons solides par de l'eau régale;
- les différences entre les modes opératoires des différentes normes sont minimales. Une différence importante entre les modes opératoires de reflux décrits dans l'ISO 11466, l'EN 13657 et l'EN 16174 porte sur le temps d'attente après l'ajout de l'acide à l'échantillon, avant le début de la digestion. L'ISO 11466 spécifie un temps d'attente de 16 h; les deux Normes européennes indiquent que la digestion peut commencer après la fin des premières réactions fortes. Il a été prouvé, lors de travaux de validation, que la différence entre 2 h et 16 d'attente était négligeable, c'est pourquoi le présent document suit l'approche de l'EN 13657 et de l'EN 16174;
- le mode opératoire avec bloc chauffant a été ajouté aux modes opératoires de digestion par micro-ondes et à reflux. Le mode opératoire a été tiré de la norme néerlandaise NEN 6961 qui spécifie un temps d'ébullition de 2 h à 4 h. Le présent document spécifie un temps d'ébullition de 2 h.

Les méthodes spécifiées dans le présent document fournissent des techniques de digestion à l'eau régale de plusieurs éléments contenus dans les sols, les biodéchets traités, les boues et les déchets avant l'analyse. Il est connu que la digestion à l'eau régale d'échantillons prélevés dans l'environnement ne conduit pas nécessairement à une décomposition complète des éléments et que l'extrait obtenu à partir d'un échantillon pour essai peut ne pas refléter les concentrations totales des analytes cibles. Cependant, pour la plupart des applications environnementales, les résultats obtenus par les méthodes de digestion spécifiées dans le présent document sont considérés comme pertinents pour la finalité prévue.

Le présent document est validé pour plusieurs types de matrices, comme indiqué dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Matrices pour lesquelles le présent document est validé

Matrice	Matériaux utilisés dans l'essai de validation
Boues	Boues urbaines Boues industrielles Boues produites par l'industrie électronique Boues d'encre usagées Boues de curage
Biodéchets (méthode A)	Composte Boues compostées
Sol	Sols agricoles Sols amendés par des boues
Déchet	Cendres volantes d'incinération des déchets urbains (matrice «oxydée») Mâchefers d'incinération des déchets urbains (matrice «silicatée») Boues résiduelles d'encre (matrice «organique») Boues d'industrie électronique (matrice «métallique») BCR 146R (boues de curage) BCR 176 (cendres d'incinération des déchets urbains)

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs du présent document connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire. Certains des réactifs utilisés dans le présent document sont fortement corrosifs et 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 est requis. 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 des niveaux dangereux d'énergie de micro-ondes.

Il convient que toutes les étapes des modes opératoires soient 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 réalisés conformément au présent document soient effectués par du personnel ayant suivi une formation appropriée.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 54321:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/069f9f0d-a52c-4334-8363-3c46d3a9a0c8/iso-54321-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/069f9f0d-a52c-4334-8363-3c46d3a9a0c8/iso-54321-2020>

Sols, biodéchets traités, boues et déchets — Digestion des éléments solubles dans l'eau régale

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie deux méthodes de digestion de sols, de biodéchets traités, de boues et de déchets en utilisant une digestion à l'eau régale.

La digestion à l'eau régale n'aboutit pas nécessairement à une décomposition totale de l'échantillon. Les concentrations des analytes extraits peuvent ne pas nécessairement refléter les teneurs totales dans l'échantillon, mais représentent les métaux solubles dans l'eau régale dans les conditions du présent mode opératoire d'essai. Il est généralement admis qu'aux fins d'analyses environnementales, les résultats sont adaptés à la finalité prévue, à savoir la protection de l'environnement.

Le présent document est applicable aux éléments suivants:

aluminium (Al), antimoine (Sb), arsenic (As), baryum (Ba), béryllium (Be), bore (B), cadmium (Cd), calcium (Ca), chrome (Cr), cobalt (Co), cuivre (Cu), fer (Fe), plomb (Pb), magnésium (Mg), manganèse (Mn), mercure (Hg), molybdène (Mo), nickel (Ni), phosphore (P), potassium (K), sélénium (Se), argent (Ag), sodium (Na), strontium (Sr), soufre (S), tellure (Te), thallium (Tl), étain (Sn), titane (Ti), vanadium (V) et zinc (Zn).

Le présent document peut également être appliqué à la digestion d'autres éléments, à condition que l'utilisateur en ait vérifié l'applicabilité.

2 Références normatives

ISO 54321:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/06919f0d-a52c-4334-8363-3c46d3a9a0c8/iso-54321-2020>

Le présent document ne contient aucune référence normative.

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants 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:

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

3.1

eau régale

solution de *digestion* (3.2) obtenue en mélangeant 1 volume d'acide nitrique (fraction massique de 65 % à 70 %) et 3 volumes d'acide chlorhydrique (fraction massique de 35 % à 37 %)

Note 1 à l'article: Ces pourcentages massiques sont en accord avec les concentrations indiquées en 6.2 et 6.3.

3.2

digestion

minéralisation de la matière organique d'un échantillon et dissolution de sa partie minérale, plus ou moins complètement, quand elle est mise en réaction avec un mélange de réactifs

3.3

matière sèche

résidu sec exprimé en pourcentage massique après séchage à 105 °C ± 5 °C jusqu'à poids constant

3.4

échantillon pour laboratoire

échantillon (3.5) destiné à être utilisé pour un contrôle ou pour des essais en laboratoire

[SOURCE: ISO 11074:2015, 4.3.7]

3.5

échantillon

partie de matériau choisie dans une quantité de matériau plus grande

[SOURCE: ISO 11074:2015, 4.1.17]

3.6

prise d'essai

partie analysée

quantité de matériau, prélevée dans l'*échantillon pour essai* (3.7), suffisante pour permettre la mesure de la concentration ou de toute autre propriété étudiée

Note 1 à l'article: Si, en l'absence de toute préparation, la prise d'essai peut être prélevée directement dans l'échantillon pour laboratoire (par exemple dans le cas de liquides), elle est généralement prélevée dans l'échantillon préparé pour essai.

Note 2 à l'article: On peut considérer comme prise d'essai une unité ou un prélèvement élémentaire suffisamment homogène et pur(e), de taille appropriée, et qui ne nécessite aucune autre préparation.

[SOURCE: ISO 11074:2015, 4.3.15]

3.7

échantillon pour essai

échantillon analysé

prise de matériau, issue de l'*échantillon pour laboratoire* (3.4) 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

[SOURCE: ISO 11074:2015, 4.1.3]

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

4 Principe

Une prise d'essai est digérée à l'eau régale conformément à l'un des modes opératoires de chauffage suivants:

- méthode A: mode opératoire en conditions atmosphériques:
 - A1: reflux pendant (120 ± 10) min, suivi d'une filtration/centrifugation;
 - A2: bloc chauffant à (105 ± 5) °C pendant (120 ± 10) min, suivi d'une filtration/centrifugation;
- méthode B: digestion par micro-ondes:
 - B1: mode opératoire à température contrôlée: à (175 ± 5) °C pendant (10 ± 1) min dans un réacteur fermé, suivi d'une filtration/centrifugation.

5 Interférences et sources d'erreur

Le récipient dans lequel l'échantillon est livré et conservé peut être source d'erreurs. Sa matière doit être choisie en fonction des éléments à analyser (par exemple, le mercure élémentaire peut pénétrer dans les parois en polyéthylène très rapidement, aussi bien dans un sens que dans l'autre. Le verre peut contaminer des échantillons avec ses principaux éléments, par exemple B, Na, K, Si et Al).

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). Des pertes de composés volatils sont possibles à températures élevées.

En vue de la détermination des éléments formant des composés volatils (par exemple Hg, As), un soin tout particulier doit être apporté lors du prétraitement de l'échantillon.

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

En cas de filtration de la solution après digestion, il est nécessaire de veiller à ce que le mode opératoire de filtration n'introduise pas de contaminants.

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

Certains éléments étudiés peuvent être perdus en raison d'une précipitation avec des ions présents dans la solution de digestion finale, par exemple les chlorures, fluorures et sulfates peu solubles.

6 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.

6.1 Eau, par exemple déionisée.

6.2 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) \approx 12 \text{ mol/l}$.

6.3 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) \approx 15 \text{ mol/l}$.

6.4 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) \approx 0,5 \text{ mol/l}$.

Diluer 35 ml d'acide nitrique (6.3) à 1 l avec de l'eau (6.1).

6.5 Agent antimoussant, le *n*-dodécane ($\text{C}_{12}\text{H}_{26}$) ou le *n*-octanol ($\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}$) par exemple, sont appropriés.

7 Appareillage

7.1 Généralités

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

Suivant la concentration de l'élément à analyser, il convient d'apporter un soin tout particulier au nettoyage efficace des récipients.

7.2 Méthode A — Appareillage de chauffage thermique en conditions atmosphériques

7.2.1 Méthode A1 — Chauffage thermique en conditions atmosphériques

7.2.1.1 Réacteur de digestion, résistant à la température et à la pression et pouvant contenir le mélange de l'échantillon et de la solution de digestion, par exemple un flacon en quartz. Le récipient de réaction doit avoir un volume d'au moins cinq fois celui de l'eau régale utilisée. La paroi interne des

réipients doit être inerte et ne doit pas libérer de substances dans la solution de digestion à un niveau supérieur aux exigences de pureté de l'analyse ultérieure.

NOTE 1 Des réipients en silice ou en borosilicate peuvent être utilisés à la place des réipients en quartz.

NOTE 2 Il peut être nécessaire de nettoyer périodiquement les réacteurs de digestion avec un agent tensioactif approprié afin d'éliminer les dépôts tenaces.

7.2.1.2 Réfrigérant à reflux pouvant s'adapter sur le réipient de digestion ([7.2.1.1](#)).

7.2.1.3 Chambre d'absorption, piège pour les substances volatiles servant, dans un système de digestion ouvert, à piéger une ou plusieurs substances volatiles à mesurer, pouvant s'adapter sur le réfrigérant à reflux ([7.2.1.2](#)).

7.2.1.4 Dispositif de chauffage, par exemple un chauffe-ballon avec thermostat ou un bloc chauffant en aluminium avec thermostat.

7.2.2 Méthode A2 — Chauffage thermique, à l'aide d'un bloc chauffant avec des réipients

7.2.2.1 Tube de digestion, tube en propylène de 50 ml muni d'un bouchon à vis en polypropylène.

La partie non chauffée du tube et le bouchon à vis fonctionnent comme un réfrigérant, mais ne constituent pas vraiment un système à reflux. Il est nécessaire de soumettre à essai la matière du tube et du bouchon à vis pour vérifier l'absence de libération des éléments étudiés. Il est permis d'utiliser d'autres matières et des réipients de volumes différents que ceux susmentionnés si leur adéquation a été démontrée.

7.2.2.2 Bloc chauffant avec régulation de la température, bloc chauffant pouvant chauffer le(s) tube(s) à une température de (105 ± 5) °C.

7.3 Méthode B — Digestion par micro-ondes, avec régulation de la température, dans des réipients fermés

7.3.1 Réacteur de digestion, pour digestion par micro-ondes sous pression, typiquement d'un volume de 100 ml, résistant au réactif, à la température et à la pression et pouvant contenir le mélange de l'échantillon et de la solution de digestion. Le réacteur doit être utilisable en toute sécurité dans la gamme de températures et de pressions appliquée, et doit pouvoir supporter des pressions d'au moins 3 000 kPa.

Les réacteurs de digestion utilisés doivent être en perfluoroalkoxylalcane (PFA), en polytétrafluoréthylène modifié (PTFE) ou en quartz, et doivent être équipés d'un système de protection contre la surpression permettant d'éviter leur explosion. La paroi interne du réacteur doit être inerte et ne doit pas libérer de contaminants dans la solution de digestion.

Il peut être nécessaire de nettoyer périodiquement les réacteurs de digestion avec un agent tensioactif approprié afin d'éliminer les dépôts tenaces.

7.3.2 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 soit capable de réguler la température avec une exactitude de ± 5 °C et de 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 ± 2 °C, y compris pour la température finale de réaction de (175 ± 5) °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. Les spécifications du fabricant du système de digestion par micro-ondes doivent être conformes à ces spécifications. Il convient de contrôler périodiquement l'exactitude du système de mesure de la température sur des échantillons à blanc à une température élevée conformément aux instructions du fabricant. Si la température s'écarte de plus de 2 °C de la température mesurée par un système de mesure de la température externe étalonné, il convient d'étalonner à nouveau le système de mesure de la température du four à micro-ondes.

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

7.5 Papier-filtre, habituellement d'une taille de pore de 0,45 µm et résistant à la solution de digestion dans l'eau régale finale diluée.

7.6 Fioles jaugées, habituellement d'une capacité nominale de 50 ml ou 100 ml.

7.7 Balance analytique, ayant une exactitude de 1 mg ou mieux.

7.8 Régulateurs d'ébullition, granules anti-projection ou billes de verre, de 2 mm à 3 mm de diamètre, lavées à l'acide.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

8 Mode opératoire

8.1 Généralités

ISO 54321:2020

Prétraiter les échantillons de sols, boues et biodéchets conformément à l'EN 16179 ou à l'ISO 11464 et les échantillons de déchets conformément à l'EN 15002, par exemple.

Déterminer la teneur en matière sèche, en fonction de la matrice de l'échantillon, par exemple selon les indications de l'EN 15934.

Pour les échantillons de déchets, les remarques suivantes s'appliquent:

- il convient que le prétraitement comprenne le séchage, la réduction granulométrique en dessous d'une taille de particule de 250 µm pour des déchets solides, l'homogénéisation à l'aide d'un mélangeur rapide ou la sonification pour les échantillons liquides;
- la masse de la prise d'essai à analyser pour une seule digestion doit être choisie de façon à être:
 - représentative de l'échantillon pour laboratoire;
 - conforme aux spécifications du fabricant de l'unité de digestion;

Les masses limites supérieures de la prise d'essai indiquées dans les instructions du fabricant doivent être prises en compte.

- pour des raisons de représentativité, une masse supérieure à 200 mg est préférable pour la prise d'essai. Pour des raisons de sécurité, suivre les instructions du fabricant relatives à la quantité maximale de carbone organique dans l'échantillon.

8.2 Essai à blanc

Effectuer un essai de digestion à blanc parallèlement à la détermination, en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de réactifs que pour la détermination, mais sans inclure la prise d'essai. Le laboratoire doit définir les limites acceptables.

NOTE Le mesurage d'un blanc permet de déterminer la contribution de la solution d'extraction, de la verrerie, du tube à digestion et du papier-filtre à la valeur mesurée.

8.3 Méthode A — Chauffage thermique en conditions atmosphériques

8.3.1 Méthode A1 — Chauffage thermique en conditions atmosphériques

Peser environ 3 g de l'échantillon pour essai (1 g à 10 g pour les échantillons de déchets) à 0,001 g près (ou au moins avec trois chiffres après la virgule), et les transférer dans un récipient de digestion (7.2.1.1).

Si les échantillons sont secs, humidifier la prise d'essai avec environ 0,5 ml à 1,0 ml d'eau (6.1) et ajouter tout en mélangeant, si nécessaire goutte à goutte pour réduire la formation de mousse, (21,0 ± 0,1) ml d'acide chlorhydrique (6.2) puis (7,0 ± 0,1) ml d'acide nitrique (6.3). Raccorder le réfrigérant à reflux (7.2.1.2) au réacteur de digestion (7.2.1.1). Remplir la chambre d'absorption (7.2.1.3) avec environ 15 ml d'acide nitrique (6.4). Raccorder la chambre d'absorption au réfrigérant à reflux et laisser reposer à température ambiante jusqu'à ce que l'effervescence ait presque cessé afin de permettre l'oxydation lente des matières organiques dans l'échantillon.

Le temps de repos à température ambiante peut avoir une influence sur la vitesse de digestion de l'eau régale. Pour des raisons de cohérence, il est recommandé de commencer le chauffage immédiatement après la fin de la première réaction forte.

30 ml d'eau régale suffisent pour l'oxydation d'environ 0,5 g de carbone organique. En cas de doute sur la quantité de carbone présent, estimer la quantité de carbone dans l'échantillon ou déterminer le COT. Si la prise d'essai contient plus de 0,5 g de carbone organique, procéder de la manière suivante.

Laisser la première réaction avec l'eau régale faiblir. Ajouter ensuite 1 ml supplémentaire d'acide nitrique (6.3) pour chaque 0,1 g de carbone organique au-dessus de 0,5 g. Ne pas ajouter plus de 10 ml d'acide nitrique au total et laisser la réaction s'affaiblir avant de poursuivre.

Connecter le réacteur de digestion (7.2.1.1) au dispositif de chauffage (7.2.1.4), augmenter la température du mélange réactionnel jusqu'à atteindre des conditions de reflux, maintenir la température pendant 2 h en s'assurant que la zone de condensation est inférieure au 1/3 de la hauteur du réfrigérant à reflux, puis laisser refroidir. Ajouter le contenu de la chambre d'absorption au réacteur par l'intermédiaire du réfrigérant à reflux, en rinçant la chambre d'absorption et le réfrigérant avec 10 ml supplémentaires d'acide nitrique dilué (6.4).

Transvaser quantitativement la solution contenue dans chaque récipient dans une fiole jaugée de taille adaptée et compléter au volume avec de l'eau (6.1).

Il est possible d'appliquer un autre mode opératoire, selon lequel l'ajustement au volume sans élimination du résidu solide doit être effectué immédiatement après la digestion.

Si la solution de mesurage contient des particules dues à la précipitation qui peuvent colmater les nébuliseurs ou entraver l'injection de l'échantillon dans l'appareil, il est permis de centrifuger, de laisser décanter ou de filtrer (7.5) l'échantillon.

La solution de mesurage est désormais prête pour l'analyse des éléments à l'étude en utilisant des techniques d'analyse élémentaire appropriées.

8.3.2 Méthode A2 — Chauffage thermique, à l'aide d'un bloc chauffant avec des récipients

Peser une quantité de prise d'essai n'excédant pas 2 g (généralement, de 0,5 g à 1 g d'échantillon sec) et ne contenant pas plus de 0,15 g de carbone organique, avec une exactitude de 0,001 g (ou au moins trois chiffres significatifs après la virgule), et la transférer dans le réacteur de digestion (7.2.2.1).

La quantité de l'échantillon pour essai dépend de la quantité de matière organique. La quantité maximale de carbone organique ne doit pas dépasser 0,15 g en présence de 8 ml d'eau régale. 1 ml de HNO₃ (6.3) concentré doit être ajouté pour chaque 0,1 g de carbone organique supplémentaire (plus que ce 0,15 g) avant de lancer le processus de digestion.

N.B.: Pour certains éléments, par exemple le baryum et le chrome, le volume supplémentaire de HNO₃ est essentiel à l'obtention d'une décomposition suffisante au cours de la digestion.

En cas d'échantillons secs, humidifier la prise d'essai avec quelques gouttes d'eau (6.1). Ajouter (6,0 ± 0,1) ml d'acide chlorhydrique (6.2) puis (2,0 ± 0,1) ml d'acide nitrique (6.3). Laisser reposer à température ambiante jusqu'à ce que l'effervescence ait presque cessé afin de permettre l'oxydation lente des matières organiques dans l'échantillon.

Le temps de repos à température ambiante peut avoir une influence sur la vitesse de digestion de l'eau régale. Pour des raisons de cohérence, il est recommandé de commencer le chauffage immédiatement après la fin de la première réaction forte.

Visser légèrement le bouchon du tube (sans trop serrer), placer le réacteur de digestion sur le bloc chauffant (7.2.2.2) et augmenter lentement la température jusqu'au point d'ébullition. Maintenir la température au point d'ébullition pendant (120 ± 10) min.

Laisser le réacteur refroidir à la température ambiante et le remplir d'eau (6.1) jusqu'au trait de jauge.

Si le tube de digestion n'est pas jaugé, transvaser quantitativement la solution dans une fiole jaugée de taille adaptée et compléter au volume avec de l'eau (6.1). Il est possible d'appliquer un autre mode opératoire, selon lequel l'ajustement au volume sans élimination du résidu solide doit être effectué immédiatement après la digestion.

Si la solution de mesurage contient des particules dues à la précipitation qui peuvent colmater les nébuliseurs ou entraver l'injection de l'échantillon dans l'appareil, il est permis de centrifuger ou de filtrer (7.5) l'échantillon.

La solution de mesurage est désormais prête pour l'analyse des éléments à l'étude en utilisant des techniques d'analyse élémentaire appropriées.

8.4 Méthode B — Digestion par micro-ondes, avec régulation de la température, dans des récipients fermés

Peser une quantité de prise d'essai n'excédant pas 2 g (généralement, de 0,5 g à 1 g d'échantillon sec) et ne contenant pas plus de 0,15 g de carbone organique, avec une exactitude de 0,001 g (ou au moins trois chiffres significatifs après la virgule), et la transférer dans le réacteur de digestion (7.3.1).

Pour chaque 0,1 g de carbone organique supplémentaire, ajouter 1 ml de HNO₃ concentré (6.3) avant de lancer le processus de digestion.

Les masses limites supérieures de la prise d'essai indiquées dans les instructions du fabricant doivent être prises en compte.

En cas d'échantillons secs, humidifier la prise d'essai avec quelques gouttes d'eau (6.1). Ajouter séparément (6 ± 0,1) ml d'acide chlorhydrique (6.2) et (2 ± 0,1) ml d'acide nitrique (6.3) et bien mélanger.

Si une réaction vigoureuse se produit, laisser la réaction se terminer avant de boucher le réacteur. En cas de formation excessive de mousse, ajouter une goutte d'agent antimoussant (6.5).