

S-II-6.1V3 – DÉTERMINATION DU PH (EAU)

1. Objet

Détermination du pH dans les échantillons de sols (y compris les sédiments), les matières utilisées sur ou dans les sols et les déchets prétraités conformément à la procédure S-I-1, c.-à-d. séché, émotté et tamisé à 2 mm.

2. Domaine d'application

Mesurage en routine du pH se faisant à l'aide d'une électrode en verre dans une suspension diluée 1:5 (V/V) d'échantillon dans de l'eau.

3. Principe

Une suspension de matrice solide est préparée dans 5 fois son volume d'eau. Le pH est mesuré à l'aide d'un pH-mètre.

4. Préparation de l'échantillon

Conformément à la procédure S-I-1, les échantillons sont séchés à l'air ou dans une étuve ventilée à une température inférieure à 40 °C. Ils sont alors émottés et tamisés au travers d'un tamis à mailles de 2 mm.

5. Appareillages et matériels utilisés

- pH-mètre équipé d'un système de contrôle et d'ajustement de la température, comportant une électrode en verre et une électrode de référence ou un dispositif d'électrodes groupées ;
- Thermomètre d'une précision de 1 °C ;
- Agitateur ou mélangeur ;
- Bouteille d'échantillonnage en verre borosilicaté ou en polyéthylène fermant hermétiquement d'une capacité d'au moins 50 ml ;
- Cuillère de dosage d'une capacité connue, d'au moins 5.0 ml.

6. Réactifs utilisés

- Eau déminéralisée ayant une conductivité $\leq 0,2$ mS/m à 25 °C et un pH > 5.6 ;
- Solution tampon commerciale ou préparée au laboratoire :
 - ✓ pH 4.00 à 20 °C : dissoudre 10.21 g d'hydrogénophthalate de potassium ($C_8H_5KO_4$) préalablement séché durant 2 heures à (115 ± 5) °C dans de l'eau et diluer à 1000 ml ;
 - ✓ pH 6.88 à 20 °C : dissoudre 3.39 g de dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4) préalablement séché durant 2 heures à (115 ± 5) °C et 3,53 g d'hydrogénophosphate disodique (Na_2HPO_4) dans de l'eau et diluer à 1000 ml ;
 - ✓ pH 9.22 à 20 °C : dissoudre 3.80 g de tétraborate de sodium décahydraté ($Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$) dans de l'eau et diluer à 1000 ml.

Ces solutions tampons restent stables durant 1 mois si elles sont stockées dans des bouteilles en polyéthylène.

Pour les solutions commerciales, on sera attentif à la date de péremption indiquée par le fabricant.

7. Mode opératoire

Préparation de la suspension :

- Prélever à l'aide de la cuillère de capacité connue d'au moins 5 ml, une quantité d'échantillon équivalent à 5 ml et représentative de l'échantillon ;
- Transférer ce volume dans une bouteille d'échantillonnage et ajouter 5 fois son volume d'eau ;
- Agiter ou mélanger à l'aide d'un mélangeur durant (60 ± 10) minutes et attendre au moins 1 heure (pas plus de 3 heures).
- Il convient d'éviter l'entrée d'air pendant le temps de repos après l'agitation.

7.1 Etalonnage du pH-mètre : Etalonner le pH-mètre à l'aide des solutions à disposition à une température de (20 ± 2) °C ; le critère d'acceptation est fixé par la pente effective de la droite qui devra être entre 98.0 et 100.6 %.

7.2 Mesurage du pH : Mesurer la température de la suspension et veiller à ce que ces températures soient identiques à celles des étalons (pas plus de 1 °C de différence). Mesurer le pH de la suspension immédiatement après ou pendant l'agitation. L'agitation doit se faire à une vitesse permettant d'obtenir une suspension suffisamment homogène sans entraîner de l'air. Relever le pH lorsque l'équilibre est atteint (variation maximale de 0.02 unités sur une période de 5 s).

8. Interférences

Le temps nécessaire afin d'atteindre l'équilibre est généralement inférieur ou égale à une minute, mais dépend entre autre :

- de la valeur du pH (l'équilibre est plus difficile à obtenir pour des pH plus élevés) ;
- de la qualité de l'électrode en verre ;
- des différences de pH entre les échantillons répartis en séries ;
- dans des échantillons à forte teneur en matériaux organiques, l'effet de la suspension peut jouer un rôle. Avec des sols calcaires, il est possible que le dioxyde de carbone soit absorbé par la suspension, rendant plus difficile l'obtention de l'équilibre ;
- de la manière dont l'agitation est menée avant ou pendant le mesurage.

9. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- Une référence à la présente méthode de la Région wallonne ;
- L'identification complète de l'échantillon ;
- Le milieu aqueux utilisé ;
- Les résultats des mesurages à 0,1 unité de pH près ;
- Toute difficulté rencontrée dans la recherche des conditions d'équilibres ;
- Les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

10. Référence

ISO 10390:2005 – Qualité du sol – Détermination du pH.