

S-II-6.2V2 – DÉTERMINATION DU PH (KCL)

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

Le mesurage du pH de terres agricoles est réalisé à l'aide d'une électrode en verre dans une suspension diluée 1:5 (V/V) d'échantillon dans une solution de KCl 1M.

3. Principe

Une suspension de matrice solide est préparée dans 5 fois son volume d'une solution 1 M de KCl. 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 de 2 mm d'ouverture de mailles.

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. Dans le cas de valeurs de pH > 10, il convient d'utiliser une électrode spécialement adaptée à cette gamme ;
- 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 $> 5,6$, eau de qualité 2 selon la norme ISO 3696;
- Solution de KCl 1 M (dissoudre 74.5 g de KCl dans de l'eau et compléter à 1000 ml) ;
- 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 polyéthylènes.

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

7. Mode opératoire

7.1 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 de la solution de KCl 1M ;
- Agiter ou mélanger à l'aide d'un mélangeur durant (60 ± 10) minutes et attendre au moins 1 heure (pas plus de 3) en recouvrant l'échantillon afin d'éviter l'entrée d'air.

7.2 Etalonnage du pH-mètre : Etalonner le pH-mètre à l'aide des solutions tampon à disposition à une température de (20 ± 2) °C ou à 25°C via une sonde de température ; le critère d'acceptation est fixé par la pente effective de la droite qui devra être entre 98.0 et 100.6 %.

7.3 Mesurage du pH : Mesurer la température de la suspension et veiller à ce que cette température soit identique à celles des étalons (pas plus de 1 °C de différence). Mesurer le pH dans le surnageant pendant ou immédiatement après une légère agitation de façon à faire la mesure dans une solution homogène. Relever le pH lorsque l'équilibre est atteint et noter les valeurs à la 2^e décimale près (variation maximale de 0.02 unités sur une période de 5s).

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.

NBN EN ISO 3696 :1995 – Eau pour laboratoire à usage analytique – Spécification et méthodes d'essai