

# Les méthodes de mise en solution

Rémi Losno,

Professeur Université Paris 7

LISA (Laboratoire Interuniversitaire des Systèmes Atmosphériques)

Environnement atmosphérique, analyse minérale

# Le principe

- Un analyte à l'état solide
- Une analyse en solution
- Dissoudre l'analyte pour l'analyser

# La solubilité

- Produit de solubilité:
  - **AB** =  $A^+ + B^-$
- Acidité:
  - **AB** +  $H^+$  =  $A^+ + HB$
- Complexation:
  - **AB** +  $n L$  =  $AL_n^+ + B^-$
- Oxydation
  - **FeS** +  $4 H_2O_2$  =  $Fe^{2+} + SO_4^{2-} + 4 H_2O$

# La vitesse

- Cinétique de dissolution:
  - $-d \mathbf{AB} / dt = v$
- $V$  dépend de:
  - Température
  - Composition de la matrice
  - Agitation
- Rendement de dissolution:
  - Vitesse et temps de réaction

# Les réactifs

- HF: peu acide très complexant
- HCl: acide, peu complexant
- HNO<sub>3</sub>: acide, pas complexant, oxydant
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: très acide, peu complexant, peu oxydant.
- H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>: complexant, oxydant, réducteur
- Li<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>: ravageur à 1000°C

# Les pièges

- Précipitation de sels insolubles
  - $\text{CaF}_2$
  - $\text{CaSO}_4$
  - $\text{PbCl}$
- Perte d'analyte gazeux
  - $\text{SiF}_4$
  - $\text{Hg}$
  - $\text{SO}_2$

# Méthode d'attaque

- Pas de méthode magique universelle
- Choix de la méthode en fonction de l'**analyte** et de la **matrice**

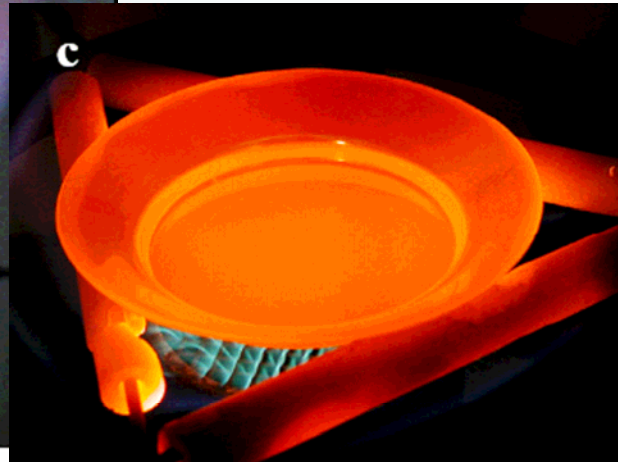
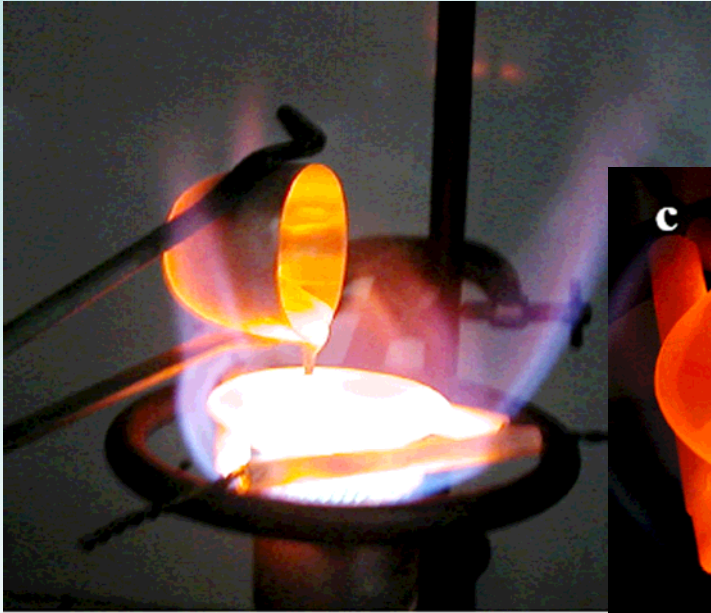
# Exemple: les sols



Prélèvement



# Fusion alcaline



# Fusion alcaline

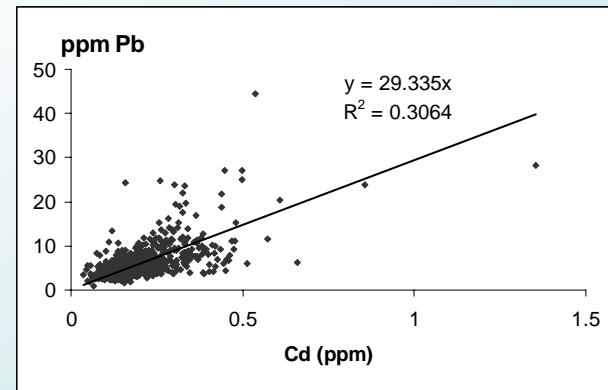
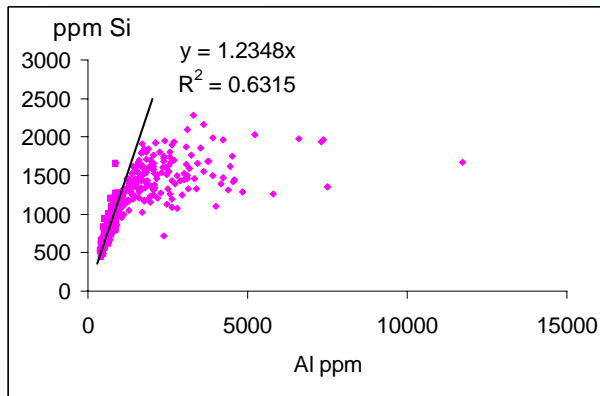
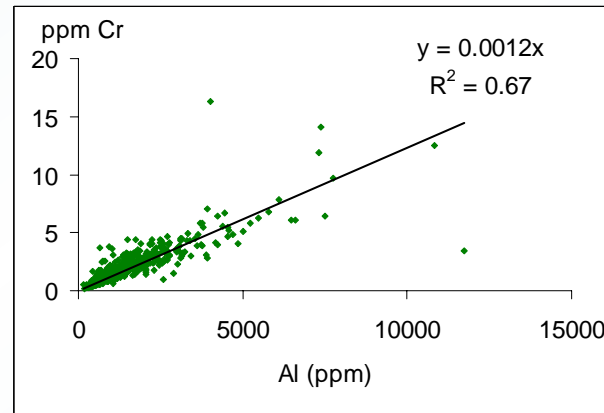
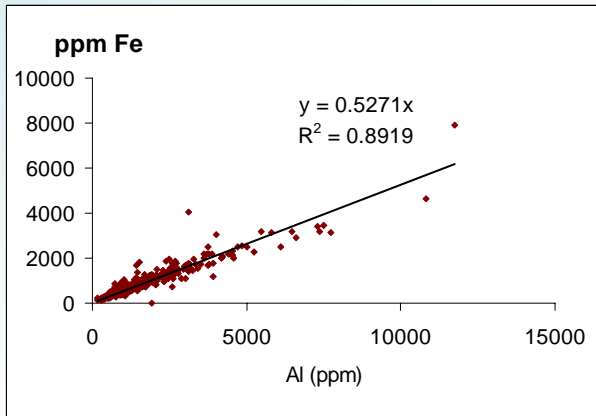
- Détruit la matrice de silicates et de silice
- N'épargne que le platine et le rhodium
- Perte des volatils à 1000°C
  - CO<sub>2</sub>, SO<sub>2</sub>, As, KCl, .....
- Matrice très présente

# Acide à chaud

- En bombe ouverte
  - Température limitée à l'ébullition du solvant
- En bombe fermée
  - Température limitée par la pression de vapeur de solvant
  - Quantité limité par la pression des gaz produits, par exemple  $\text{CO}_2$  et  $\text{NO}$  en cas de digestion de matière organique par  $\text{HNO}_3$ .

# Recettes

- Matière organique
  - HNO<sub>3</sub>, 134°C, 6 bar
  - L'acide nitrique trop concentré et pas assez chaud nitre plutôt qu'il n'oxyde



# Recette

- Pour un calcaire
  - ~~HF, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub>~~
  - D'abord HCl
  - Puis HF
  - Puis HNO<sub>3</sub>
- Problème des résidus de HF
  - Evaporation complète avec HNO<sub>3</sub>

# Recette

- Fumerolle volcanique
  - Le problème des sulfures
  - $\text{HNO}_3$ : perte du soufre en  $\text{H}_2\text{S}$
  - $\text{H}_2\text{O}_2$  puis  $\text{HNO}_3$ , à froid, oxydation des sulfures en sulfate.

# Systemes hétérogènes

- Eau de rivière, de pluie
- Filtration
- Mesure du soluble
- Mise en solution de l'insoluble puis mesure

# Ne pas oublier

- Techniques d'analyse du solide
  - Fluorescence X
  - Activation neutronique

# La digestion micro-onde

- Matra

