

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10693

Première édition
1995-03-15

**Qualité du sol — Détermination de la
teneur en carbonate — Méthode
volumétrique**

iTeh STANDARD PREVIEW

Soil quality — Determination of carbonate content — Volumetric method
(standards.iteh.ai)

ISO 10693:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/22eeba20-922e-4d6e-b660-27fe3d3731d9/iso-10693-1995>



Numéro de référence
ISO 10693:1995(F)

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 10693 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/22eeba20-922e-4d6e-b660-27fe3d5731d9/iso-10693-1995>

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Qualité du sol — Détermination de la teneur en carbonate — Méthode volumétrique

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination de la teneur en carbonate d'échantillons de sol.

Elle s'applique à tous les types d'échantillons de sol séchés à l'air.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

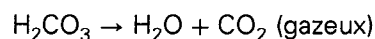
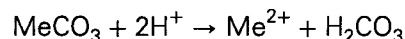
ISO 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*.

ISO 11464:1994, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques*.

ISO 11465:1993, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*.

3 Principe

L'acide chlorhydrique est ajouté à un échantillon de sol pour décomposer tous les carbonates présents. La réaction sous forme simplifiée s'écrit comme suit (Me signifie métal):



Le volume du gaz carbonique dégagé est mesuré à l'aide d'un appareil Scheibler (5.1) et est comparé au volume de gaz carbonique produit par du carbonate de calcium pur. Pour éviter de faire des corrections pour des différences de température et de pression, toutes les déterminations sont réalisées dans les mêmes conditions. Il convient de les exécuter dans une salle climatisée.

NOTES

1 La teneur en carbonate est exprimée par la concentration équivalente de carbonate de calcium (CaCO_3). En fait, on mesure tous les carbonates et les bicarbonates présents

dans l'échantillon. Un grand nombre de carbonates apparaissent sous forme de calcite et d'aragonite (CaCO_3), de dolomite [$\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$], de sidérite (FeCO_3) et de carbonate de manganèse (MnCO_3). On peut trouver du carbonate de sodium ($\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) dans les sols des régions sèches (arides). Lorsqu'on sait que le sol analysé renferme essentiellement des carbonates sous une forme différente de celle du carbonate de calcium, la concentration finale peut être exprimée sous sa principale forme chimique.

2 Les autres gaz produits (par exemple H_2S dans les échantillons de sol anaérobie contenant des sulfures) peuvent conduire à une surestimation de la teneur en carbonate. Dans de tels cas, il convient de purifier le gaz produit et de mesurer son volume d'une autre façon [1]. Lorsqu'on sait que des sulfures sont présents dans les échantillons de sol, on ajoute du chlorure de mercure (HgCl_2) à la solution d'acide chlorhydrique, de manière à former du sulfure de mercure(II) (HgS) insoluble.

4 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

4.1 Eau, de conductivité électrique spécifique non supérieure à 0,2 mS/m à 25 °C (eau de qualité 2 selon l'ISO 3696).

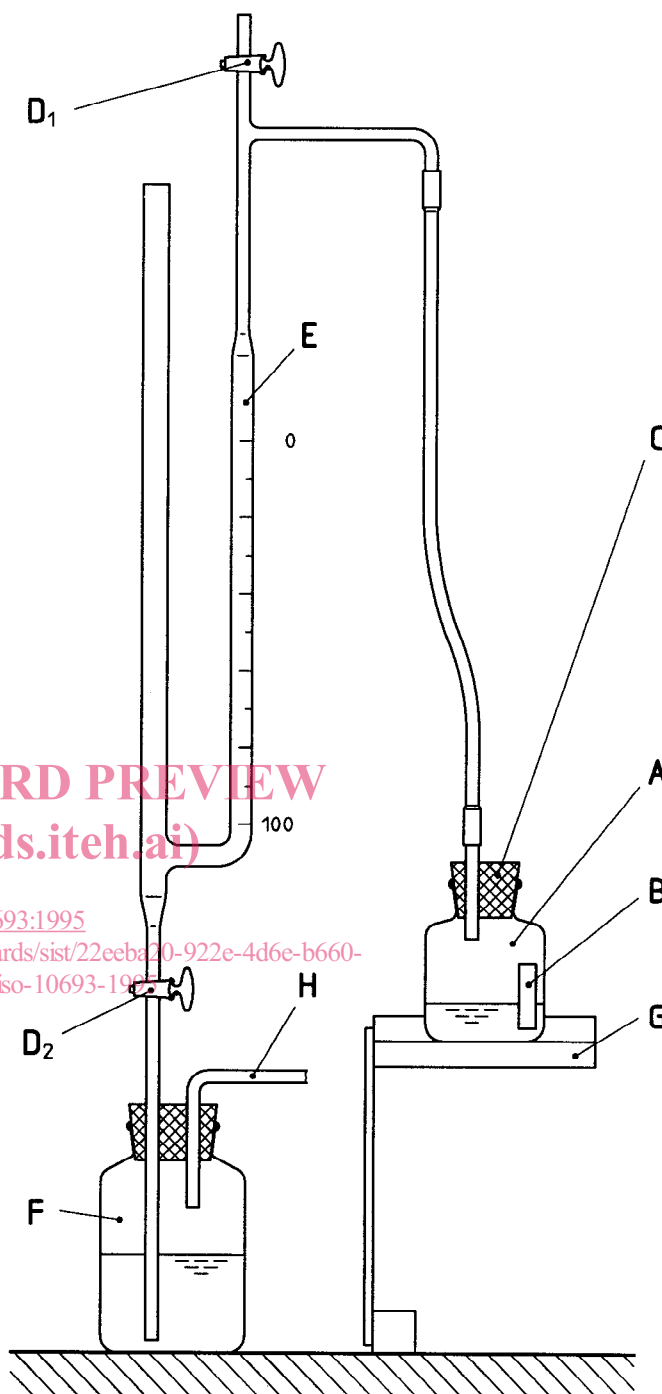
4.2 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 4 \text{ mol/l}$.

Diluer 340 ml d'acide chlorhydrique concentré ($\rho = 1,19 \text{ g/ml}$) à 1 000 ml avec de l'eau (4.1).

4.3 Carbonate de calcium, (CaCO_3), en poudre.

5 Appareillage et verrerie

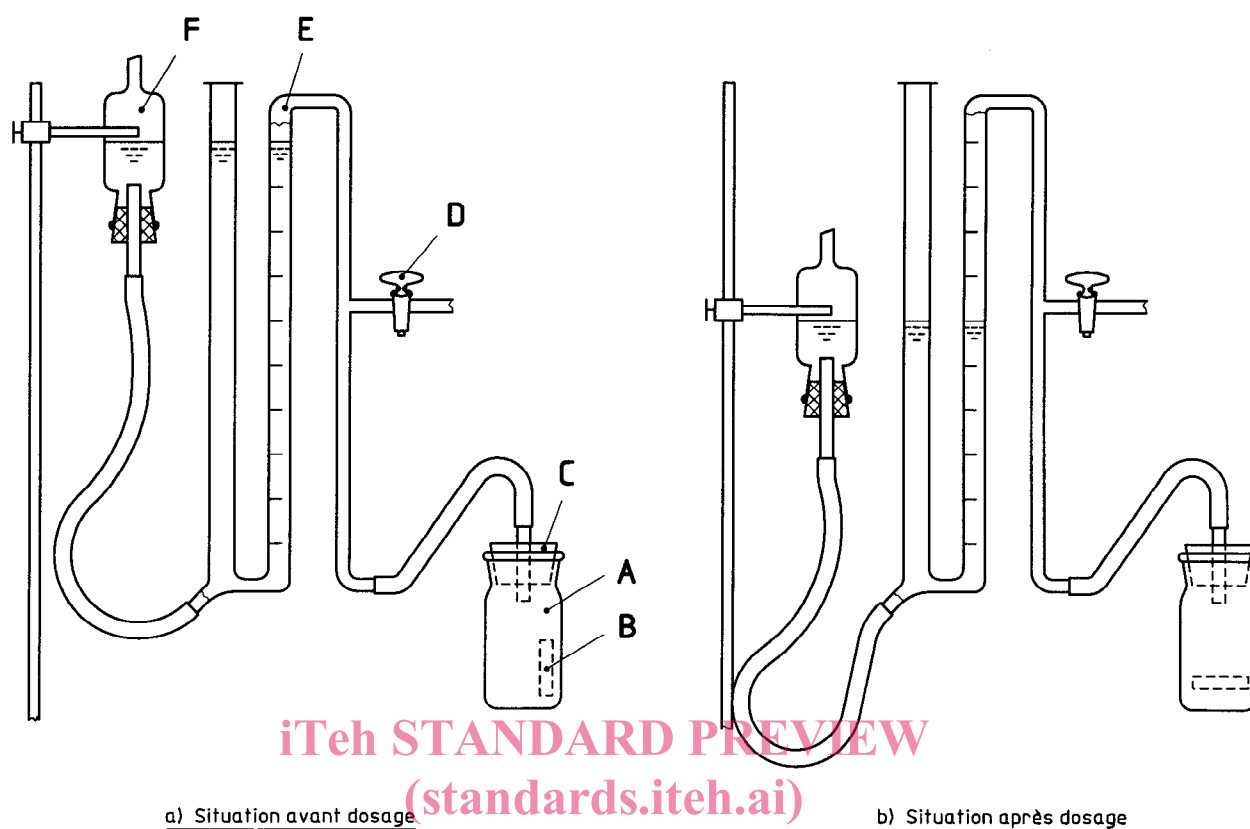
5.1 Appareil Scheibler, adapté à l'exécution de dosages d'un échantillon seul (voir figure 1). La figure 2 donne un exemple d'élément d'appareillage où sont représentés les niveaux d'eau avant et après le dosage.



Légende

- A Flaçon à réaction (5.3)
- B Récipient en matière plastique (5.4) contenant de l'acide chlorhydrique (4.2)
- C Bouchon en caoutchouc
- D₁ Robinet d'arrêt
- D₂ Robinet d'arrêt
- E Tube gradué en U
- F Flaçon pour réserve d'eau
- G Agitateur
- H Tuyau d'admission d'air

Figure 1 — Exemple d'appareil Scheibler pour dosage d'un échantillon seul

**Légende**

- ISO 10693:1995
<https://standards.itech.ai/catalog/standards/sist/22eeba20-922e-4d6e-b660-27fe3d3731d9/iso-10693-1995>
- A Flaçon à réaction (5.3)
 - B Récipient en matière plastique (5.4) contenant de l'acide chlorhydrique (4.2)
 - C Bouchon en caoutchouc
 - D Robinet d'arrêt
 - E Tube gradué en U
 - F Flaçon pour réserve d'eau

Figure 2 — Exemple d'appareil Scheibler à une seule unité**NOTES**

3 Pour la détermination spécifiée dans la présente Norme internationale on utilise un appareil Scheibler muni de tubes de verre gradués en U d'un volume de 100 ml chacun. L'emploi de tubes de volumes différents (par exemple 50 ml ou 200 ml) est également possible. Dans ce cas, la masse de la prise d'essai utilisée pour la mesure doit être adaptée.

4 Il convient que la température de l'eau dans le circuit soit égale à la température ambiante.

5 Lorsque seuls quelques échantillons de sol doivent être analysés, un nombre minimum de 5 unités Scheibler est suffisant. Dans ces conditions, les flacons à réaction peu-

vent être agités à la main. Il est toutefois nécessaire dans ce cas de prendre en compte les variations de la température de l'air à l'intérieur des flacons.

6 En abaissant le niveau d'eau dans le tube de gauche dont le robinet d'arrêt est fermé (voir figure 2), une dépression est créée dans le tube de droite. En maintenant cette dépression pendant un certain temps, on peut vérifier l'étanchéité de l'unité.

5.2 Balance analytique, d'une précision d'au moins 0,1 mg.

5.3 Flacons à réaction, d'une capacité de 150 ml et munis d'un col large.

5.4 Récipients en matière plastique, d'une capacité d'environ 10 ml, pouvant être introduits dans les flacons à réaction (5.3).

5.5 Pincés, résistantes à l'acide.

5.6 Verre de montre.

6 Échantillon pour laboratoire

Utiliser la fraction inférieure à 2 mm d'échantillons de sol séchés à l'air, prétraités selon l'ISO 11464. Se servir d'une partie de l'échantillon de laboratoire pour déterminer la teneur en eau selon l'ISO 11465.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation

Pour un essai préliminaire, ajouter un peu d'acide chlorhydrique (4.2) sur une fraction de l'échantillon de sol déposée sur un verre de montre (5.6). La teneur en carbonate de l'échantillon peut être estimée sur la base de l'intensité et du temps de l'effervescence ainsi produite; se reporter au tableau 1. Définir, selon le tableau 1, la masse de la prise d'essai pour la détermination selon 7.2.

Tableau 1 — Relation entre l'intensité et le temps d'effervescence, la teneur estimée en carbonate dans le sol et la masse de la prise d'essai

Intensité de l'effervescence	Teneur en carbonate g/kg	Masse de la prise d'essai g
Aucune, ou simplement limitée	< 20	10
Faible, de courte durée	20 à 80	5
Forte, de longue durée	80 à 160	2,5
Très forte, de longue durée	> 160	≤ 1

NOTES

7 Si la masse de la prise d'essai est inférieure à 2 g, il convient de la prélever à partir d'une portion représentative de l'échantillon de laboratoire broyé pour obtenir des particules inférieures à 250 µm (selon l'ISO 11464).

8 Des sols dont le pH-H₂O est inférieur à 6,5 contiennent des carbonates seulement dans des circonstances exceptionnelles (par exemple, récent chaulage ou présence de carbonates à faible solubilité, tels que les calcaires coquilliers).

7.2 Dosages

Les dosages sur les échantillons, les essais à blanc et le carbonate de calcium utilisé comme matériau étalon doivent être réalisées simultanément dans un local où la température et la pression ne varient pas trop pendant la durée des dosages.

Inclure pour chaque série deux essais à blanc et deux étalons de respectivement 0,200 g et 0,400 g de carbonate de calcium (4.3).

Peser une prise d'essai représentative de l'échantillon de laboratoire (voir 7.1 et tableau 1). Transférer quantitativement cette prise d'essai dans les flacons à réaction (5.3) et ajouter 20 ml d'eau (4.1). Peser également les étalons de 0,200 g et 0,400 g de carbonate de calcium et les transférer quantitativement dans les flacons à réaction (5.3), puis ajouter 20 ml d'eau (4.1). Pour les déterminations à blanc, utiliser les flacons à réaction contenant 20 ml d'eau.

Placer ces flacons en face des appareils Scheibler (5.1, voir figure 1) en répartissant les essais à blanc et les étalons au hasard dans les séries. Ouvrir les robinets d'arrêt D₁ et D₂ et régler le niveau de l'eau à 3 ml dans les tubes pour les échantillons et les étalons et respectivement à 20 ml et 80 ml pour les blancs. Fermer le robinet d'arrêt D₂.

Remplir le récipient (5.4) de 7 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et l'introduire à l'aide de pincés (5.5) dans le flacon à réaction contenant la prise d'essai. Veiller à ce qu'il n'y ait aucun contact entre l'acide chlorhydrique et le sol avant que le flacon ne soit relié à l'appareil Scheibler.

Humecter les bouchons en caoutchouc de l'appareillage avec de l'eau, puis relier les flacons à réaction. Fermer le robinet d'arrêt D₁ et noter à nouveau le niveau de l'eau dans les tubes. Verser avec précaution l'acide chlorhydrique du récipient (5.4) sur le sol en inclinant le flacon à réaction. Le gaz dégagé abaisse le niveau d'eau dans le tube droit et, au même instant, élève le niveau d'eau dans celui de gauche. Agiter pendant 5 min et noter le volume lorsqu'il ne varie plus. S'il continue à varier, continuer à agiter jusqu'à ce que le volume soit stable, mais pendant une durée n'excédant pas 1 h. Noter ce volume. Veiller à ce que, pendant l'agitation, la différence entre les niveaux d'eau dans les deux tubes ne dépasse pas 3 ml. Ceci peut être ajusté en ouvrant le robinet d'arrêt D₂. À la fin de la période d'agitation, équilibrer le niveau de l'eau dans les deux tubes et mesurer le volume de gaz produit dans le tube d'étalonnage avec une précision de 0,1 ml.

NOTES

9 Les variations en volume des échantillons à blanc ne devraient pas excéder 1,0 ml.

10 Pour les sols à forte teneur en matières organiques, il convient d'ajouter plus d'eau.

8 Calculs

Calculer les variations en volume du gaz produit par l'échantillon (V_1), des étalons de carbonate de calcium (V_2) et des essais à blanc (V_3) en soustrayant des valeurs finales relevées, les valeurs initiales relevées avant l'ajout d'acide.

Calculer la teneur en carbonate de l'échantillon en utilisant l'équation suivante:

$$w(\text{CaCO}_3) = 1\,000 \times \frac{m_2(V_1 - V_3)}{m_1(V_2 - V_3)} \times \frac{100 + w(\text{H}_2\text{O})}{100}$$

où

$w(\text{CaCO}_3)$ est la teneur en carbonate, en grammes par kilogramme, du sol séché en étuve;

m_1 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

m_2 est la masse moyenne, en grammes, des étalons de carbonate de calcium;

V_1 est le volume, en millilitres, du gaz carbonique produit par la réaction de la prise d'essai;

V_2 est le volume moyen, en millilitres, du gaz carbonique produit par les étalons de carbonate de calcium;

V_3 est la variation en volume, en millilitres, des déterminations à blanc (cette valeur peut être négative);

$w(\text{H}_2\text{O})$ est la teneur en eau, exprimée sous forme de pourcentage en masse, sur la base d'une masse séchée, déterminée selon l'ISO 11465.

9 Répétabilité

La répétabilité de la détermination de la teneur en carbonate, réalisée par deux dosages exécutés séparément et consécutivement, doit satisfaire aux conditions du tableau 2.

Tableau 2 — Répétabilité

Teneur en carbonate g/kg	Variation acceptable
0 à 50	3 g/kg
> 50 à 150	6 % de la valeur
> 150 à 180	9 g/kg
> 180	5 % de la valeur

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- une référence à la présente Norme internationale;
- toutes les informations nécessaires à une identification complète de l'échantillon;
- les résultats de la détermination en nombres entiers, en grammes par kilogramme, calculés sur la base d'un sol séché en étuve, exprimés sous la forme de carbonate de calcium ou suivant une autre forme spécifiée du carbonate lorsqu'on en connaît la forme principale;
- les détails de toute opération non stipulée dans la présente Norme internationale, ou considérée comme facultative, ainsi que tout autre facteur pouvant affecter les résultats.

Annexe A (informative)

Résultats d'un essai interlaboratoire pour la détermination de la teneur en carbonate des sols

Un essai interlaboratoire a été organisé en 1993 par l'Université d'agriculture de Wageningen (Pays-Bas), pour valider la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale.

Lors de cet essai, la détermination de la teneur en carbonate de cinq sols a été effectuée par neuf laboratoires.

Les résultats de cet essai interlaboratoire sont présentés dans le tableau A.1.

La répétabilité, r , et la reproductibilité, R , données dans le tableau A.1 ont été calculées conformément à l'ISO 5725:1986, *Fidélité des méthodes d'essai — Détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode d'essai normalisée par essais interlaboratoires*.

Tableau A.1 — Résultats de l'essai interlaboratoire pour la détermination de la teneur en carbonate

Sol n°	Origine	Valeur moyenne g/kg	r	R	n
1	Grande-Bretagne	662	31,8	94,8	9
2	France	540	28,4	55,0	9
3	France	158	7,6	18,6	8
4	Pays-Bas	66	3,8	19,2	9
5	Argentine	1	2,0	3,3	9

n = nombre de laboratoires retenus après élimination des aberrants.

Annexe B (informative)

Bibliographie

- [1] ALLISON, L.E. Wet combustion apparatus and procedure for organic and inorganic carbon in soils. *Soil Science Society of America Proc.* **24** (1960), pp. 36-40.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 10693:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/22eeba20-922e-4d6e-b660-27fe3d3731d9/iso-10693-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/22eeba20-922e-4d6e-b660-27fe3d3731d9/iso-10693-1995>