

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11048

Première édition
1995-05-01

**Qualité du sol — Dosage du sulfate soluble
dans l'eau et dans l'acide**

iTeh STANDARD PREVIEW
Soil quality — Determination of water-soluble and acid-soluble sulfate
(standards.iteh.ai)

ISO 11048:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/788fee25-58e7-4fbb-a352-a8b3c7b61b4a/iso-11048-1995>



Numéro de référence
ISO 11048:1995(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 11048 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 11048:1995
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/788fee25-58e7-4fbb-a352-a8b3c7b61b42/iso-11048-1995>

Qualité du sol — Dosage du sulfate soluble dans l'eau et dans l'acide

Section 1: Généralités

1.1 Domaine d'application

Section 6: Dosage du sulfate en solution par méthode gravimétrique utilisant du chlorure de baryum

La présente Norme internationale prescrit les modes opératoires de préparation des extraits aqueux et acides de sols séchés à l'air et de matériaux semblables au sol. La teneur en sulfate de ces extraits est déterminée par une méthode gravimétrique selon laquelle on ajoute du chlorure de baryum à l'eau ou à l'extrait acide, puis on assèche et pèse le précipité de sulfate de baryum. On calcule alors la teneur en sulfate à partir de la masse du matériau utilisé dans l'analyse et la masse de sulfate de baryum précipité.

La présente Norme internationale s'applique à tous les types de sols séchés à l'air, par exemple préalablement traités conformément à l'ISO 11464.

La présente Norme internationale se compose de sept sections:

Section 1: Généralités

Section 2: Prétraitement des échantillons et détermination de la teneur en matière sèche

Section 3: Extraction du sol avec de l'eau dans une proportion sol/eau de 1:5 masse/volume

Section 4: Extraction du sol avec de l'eau dans une proportion sol/eau de 1:2 masse/volume

Section 5: Extraction du sol au moyen d'acide chlorhydrique dilué

Section 7: Fidélité des méthodes et rapport d'essai

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1.2 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 9280:1990, *Qualité de l'eau — Dosage des sulfates — Méthode gravimétrique au chlorure de baryum.*

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.*

1.3 Principe

Le sulfate est extrait des échantillons de sol séché à l'air à l'aide

- d'acide chlorhydrique dilué, ou
- d'eau dans une proportion sol/eau de 1:2 ou 1:5 masse/volume.

La teneur en sulfate de ces extraits est déterminée par une méthode gravimétrique selon laquelle on ajoute du chlorure de baryum à l'extrait aqueux ou acide; le précipité de sulfate de baryum est séché et pesé et on calcule ensuite la teneur en sulfate à partir de la masse du sol utilisé dans l'analyse et la masse de sulfate de baryum précipité.

La section 6 est similaire à l'ISO 9280.

Il existe d'autres méthodes pour le dosage des sulfates, mais elles ne sont pas décrites dans la présente Norme internationale. Les méthodes acceptables peuvent inclure: le dosage titrimétrique du baryum, la spectrométrie d'émission en plasma induit, la néphélométrie, la spectrophotométrie au moyen de 2-aminopyrimidine, la colorimétrie en flux continu au moyen de la méthylsulfophtaléine et la chromatographie ionique. Il convient de consulter les normes nationales et internationales appropriées pour toute information concernant le domaine d'application et les limitations de ces méthodes.

1.4 Applicabilité et limitations

Les modes opératoires étudiés dans les sections 3 et 4 sont considérés comme se rapportant à l'extraction du sulfate des sols et peuvent s'appliquer à l'évaluation de la quantité de sulfate «disponible» pour les plantes (divers produits d'extraction ont été utilisés à cet effet, et aucun ne s'est avéré applicable d'une manière générale à tous les types de sols et de climats). Il convient de noter qu'il n'existe pas de relation vérifiée entre le sulfate extractible de l'eau et la nécessité d'une fertilisation au soufre. Le mode opératoire indiqué en section 4 se rapporte également au potentiel d'attaque des sulfates sur les matériaux de construction, en particulier le béton.

L'utilisation des modes opératoires décrits dans les sections 4, 5 et 6 pourra permettre de faire la distinction entre la présence de sulfates extrêmement solubles dans l'eau et ceux dont la solubilité est limitée, comme le gypse ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).

La section 6 s'applique à des concentrations en ions sulfate SO_4^{2-} dans les solutions de 10 mg/l et plus. Pour les extractions à l'eau décrites dans les sections

3 et 4, cela correspond respectivement à des concentrations pour le sol séché à l'air d'environ 50 mg/kg et 20 mg/kg [0,005 % (*m/m*) et 0,002 % (*m/m*)] de sulfate soluble. Pour l'extraction acide décrite dans la section 5, cela correspond à une concentration minimale dans le sol séché à l'air de 500 mg/kg [0,05 % (*m/m*)].

Si les concentrations dans la solution sont inférieures, une seconde étape sera nécessaire, ou bien il convient d'utiliser un mode opératoire analytique plus sensible que celui décrit en section 6 (par exemple, la chromatographie ionique, ou ICP-AES).

Dans la plupart des cas, la caractérisation exhaustive d'un sol en termes de concentration et de nature des sulfates présents supposera que les dosages aient été effectués suivant le mode opératoire de la section 5 et des sections 3 ou 4 (ou les deux), en fonction de leur adéquation aux objectifs de l'étude du sol.

Les méthodes décrites doivent être applicables à une gamme de «sols» comprenant les sols agricoles et les matériaux provenant des sites pollués. Cependant, on ne peut pas s'attendre à trouver une méthode universelle et les utilisateurs doivent bien le reconnaître et se préparer à affronter les difficultés d'analyse qu'ils risqueraient de rencontrer. Les sols contenant des sulfures peuvent exiger une attention particulière (voir note 7 en 5.1).

Les «sols» provenant des sites pollués, comme par exemple d'anciennes usines à gaz ou les déblais des houillères, peuvent contenir différentes espèces de soufre (par exemple, du soufre élémentaire, du sulfate, des sulfites, hyposulfites, sulfocyanures) pouvant se transformer l'un en l'autre lorsqu'ils sont soumis à des conditions chimiques variables et/ou à une action microbienne. La présence d'autres ions peut affecter la solubilité. Il convient alors d'agir avec des précautions particulières lors de la manipulation et de la préparation des échantillons, ainsi que dans l'interprétation des résultats.

Les limitations de la méthode de la section 6, en termes de concentrations acceptables d'autres ions, sont définies.

Les essais décrits sont strictement empiriques et ne peuvent donc pas être considérés pour le mesurage de la véritable teneur en sulfate du sol, même si la reproductibilité est convenable.

En raison de la solubilité limitée de certains sulfates (comme par exemple le sulfate de calcium) et des interférences potentielles provenant d'autres ions, une seule extraction effectuée d'après le mode opératoire décrit en section 3 risque de ne pas donner une me-

sure exacte du sulfate «total extractible dans l'eau». Ce problème potentiel peut être abordé soit en répétant une ou plusieurs fois l'extraction sur le même échantillon, soit en augmentant considérablement le rapport eau/sol. Une autre possibilité consiste à utiliser une solution d'extraction «tampon» qui permettra d'améliorer la solubilité des sulfates présents; ces modes opératoires sont au-delà du domaine d'application de la présente Norme internationale.

Si le calcium est le seul cation présent, les ions sulfate en solution n'excéderont pas 1 441 mg/l de SO_4^{2-} à 20 °C. Cela signifie que la quantité maximale de sulfate pouvant être extraite de ce sol au moyen du mode opératoire décrit dans la section 3 est d'environ 7 205 mg/kg de SO_4^{2-} (10 g sol:50 ml eau) et au moyen du mode opératoire de la section 4 d'environ 2 882 mg/kg de SO_4^{2-} (50 g sol:100 ml eau).

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 11048:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/788fee25-58e7-4fbb-a352-a8b3c7b61b4a/iso-11048-1995>

Section 2: Prétraitement des échantillons et détermination de la teneur en matière sèche

2.1 Domaine d'application

Les modes opératoires traitent de la préparation des prises d'essai séchées à l'air utilisées pour les modes opératoires d'extraction décrits aux sections 3 et 5 de la présente Norme internationale.

2.2 Détermination de la teneur en matière sèche

Déterminer la teneur en matière sèche des matériaux prélevés tels quels, et après séchage à l'air conformément à l'ISO 11465, mais à une température ne dépassant pas 75 °C à 80 °C (en présence de gypse, pour des températures élevées, l'eau de cristallisation risque de s'évaporer).

2.3 Préparation des échantillons de sol pour extraction avec de l'eau dans une proportion sol/eau de 1:5 masse/volume ou pour une extraction avec de l'acide dilué

2.3.1 Appareillage

L'appareillage suivant, ajouté à celui spécifié dans l'ISO 11465, prévoit la préparation d'un seul échantillon d'essai.

2.3.1.1 Dessiccateur, contenant un gel de silice anhydre.

2.3.1.2 Flacon en verre, muni d'un bouchon en verre rodé, pouvant contenir approximativement 10 g de sol.

2.3.2 Préparation de l'échantillon d'essai

Préparer chaque prise d'essai pour l'analyse à partir de l'échantillon du laboratoire de la manière suivante.

Sécher et préparer un échantillon de laboratoire en quantité suffisante à travers un tamis de 2 mm, pour tous les essais devant être effectués suivant les modes opératoires décrits dans l'ISO 11464.

Diviser le matériau passé à travers le tamis de 2 mm, au moyen de la méthode de division par lames ou autres moyens agréés (voir ISO 11464)

afin d'obtenir un échantillon pesant approximativement 100 g.

Pulvériser cette fraction afin qu'elle passe à travers un tamis de 250 µm.

Sous-diviser l'échantillon au moyen de la méthode de division par lames afin d'obtenir un échantillon pesant environ 10 g (des prises d'essai supplémentaires peuvent être utilisées à ce stade si nécessaire).

Placer l'échantillon d'essai dans un flacon en verre adéquat (2.3.1.2) et le sécher à une température ne dépassant pas 40 °C. Les échantillons d'essai doivent être considérés comme secs lorsque les différences entre les diverses pesées — à intervalles de 4 h — ne dépassent pas 0,1 % (*m/m*) de l'échantillon pour essai.

Mettre le (les) échantillon(s) d'essai à refroidir dans un dessiccateur (2.3.1.1).

NOTES

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/788fee25-58e7-4fbb-a352-a8b3c7b61b4a/iso-11048-1995>

1 On suppose que tout matériau ne passant pas à travers le tamis d'essai de 2 mm ne contient pas de sulfate. Ceci est généralement vrai, mais certains sols peuvent contenir des morceaux de gypse d'un diamètre supérieur à 2 mm; dans ce cas, il convient de retirer le gypse à la main, de le broyer pour qu'il passe à travers le tamis d'essai de 2 mm et de l'incorporer dans la partie tamisée.

2 Il est possible d'utiliser d'autres diviseurs mécaniques d'échantillons adéquats à la place des diviseurs à lames, à condition qu'ils soient d'une taille et d'un calibre correspondant à ceux des échantillons à obtenir; il est également possible d'utiliser la méthode manuelle de division par quartiers.

2.4 Préparation des échantillons de sol pour extraction avec de l'eau dans une proportion sol/eau de 1:2 masse/volume

2.4.1 Appareillage

L'appareillage suivant, ajouté à celui spécifié dans l'ISO 11465, prévoit la préparation d'un seul échantillon d'essai.

2.4.1.1 Dessiccateur, contenant un gel de silice anhydre.

2.4.1.2 Flacon en verre, muni d'un bouchon en verre rodé, pouvant contenir approximativement 125 g de sol.

2.4.1.3 Flacon en verre, muni d'un bouchon en verre rodé, pouvant contenir approximativement 50 g de sol.

2.4.2 Préparation de l'échantillon d'essai de sol séché à l'air

Préparer chaque échantillon d'essai pour l'analyse à partir de l'échantillon du laboratoire de la manière suivante.

Sécher et préparer un échantillon de laboratoire en quantité suffisante à travers un tamis de 2 mm, pour tous les essais devant être effectués suivant les modes opératoires décrits dans l'ISO 11464.

Diviser le matériau passé à travers le tamis de 2 mm, au moyen de la méthode de division par lames afin d'obtenir un échantillon pesant approximativement 125 g.

Pulvériser cette fraction afin qu'elle passe à travers un tamis de 250 µm.

Sous-diviser l'échantillon au moyen de la méthode de division par lames afin d'obtenir un échantillon

d'essai pesant environ 50 g (des échantillons d'essai supplémentaires peuvent être utilisés à ce stade si nécessaire).

Placer l'échantillon d'essai dans un flacon en verre adéquat (2.4.1.3) et le sécher à une température ne dépassant pas 40 °C. L'échantillon doit être considéré comme sec lorsque les différences entre les diverses pesées — à intervalles de 4 h — ne dépassent pas 0,1 % (*m/m*) de l'échantillon pour essai.

Mettre le (les) échantillon(s) d'essai à refroidir dans un dessiccateur (2.4.1.1).

NOTES

3 On suppose que tout matériau ne passant pas à travers le tamis d'essai de 2 mm ne contient pas de sulfate. Ceci est généralement vrai, mais certains sols peuvent contenir des morceaux de gypse d'un diamètre supérieur à 2 mm; dans ce cas, il convient de retirer le gypse à la main, de le broyer pour qu'il passe à travers le tamis d'essai de 2 mm et de l'incorporer dans la partie tamisée.

4 Il est possible d'utiliser d'autres diviseurs mécaniques d'échantillons adéquats à la place des diviseurs à lames, à condition qu'ils soient d'une taille et d'un calibre correspondant à ceux des échantillons à obtenir; il est également possible d'utiliser la méthode manuelle de division par quartiers.

Section 3: Extraction du sol avec de l'eau dans une proportion sol/eau de 1:5 masse/volume

3.1 Principe

Un mode opératoire est décrit pour la détermination de la teneur du sol en sulfate soluble dans l'eau, pour laquelle on réalise d'abord un extrait sol/eau dans une proportion de 1:5 masse/volume.

Le dosage des ions sulfate dans la solution est ensuite réalisé suivant la méthode gravimétrique décrite dans la section 6 de la présente Norme internationale.

NOTE 5 Si le calcium est le seul cation présent, la teneur en sulfate de l'extrait aqueux ne dépassera pas 1 441 mg/l de SO_4^{2-} à 20 °C. Si la teneur en sulfate dépasse ce chiffre dans l'extrait sol/eau ou dans les eaux souterraines tel que déterminé par cet essai, ceci indique la présence d'autres sels de sulfate plus solubles.

3.2 Préparation de l'extrait aqueux 1:5

3.2.1 Réactif

Le réactif suivant est nécessaire pour l'élaboration de l'extrait aqueux.

3.2.1.1 Eau distillée ou eau de pureté équivalente, conforme à la qualité 3 de l'ISO 3696.

3.2.2 Appareillage

L'appareillage suivant est nécessaire pour préparer l'extrait de sulfate soluble dans l'eau à partir d'un seul échantillon.

3.2.2.1 Flacon d'extraction, d'une capacité d'environ 100 ml.

3.2.2.2 Entonnoir Buchner, d'un diamètre d'environ 100 mm.

3.2.2.3 Fiole de filtration sous vide, d'une capacité d'environ 500 ml, pouvant recevoir l'entonnoir.

3.2.2.4 Papiers filtres, de calibre moyen, porosité = 8 μm .

3.2.2.5 Source de vide, par exemple une pompe à filtration.

3.2.2.6 Tube de caoutchouc, d'une longueur suffisante pour raccorder la pompe à vide et la fiole de filtration sous vide.

3.2.2.7 Mélangeur ou agitateur mécanique, capable de maintenir en suspension continue 10 g de sol dans 50 ml d'eau.

3.2.2.8 Balance, capable de peser avec une précision de 0,001 g.

3.2.3 Préparation des échantillons d'essai de sol séché à l'air

Préparer un échantillon d'essai séché à l'air suivant le mode opératoire décrit en 2.3 de la présente Norme internationale.

3.2.4 Préparation de l'extrait

Effectuer l'extraction à une température comprise entre 20 °C et 25 °C.

L'extrait sol/eau dans la proportion 1:5, destiné à la détermination de la teneur en sulfate soluble dans l'eau, est obtenu à partir d'un seul échantillon d'essai séché à l'air de la manière suivante.

Transférer dans le flacon d'extraction (3.2.2.1) une prise d'essai d'une masse de 10 g \pm 0,1 g.

Ajouter 50 ml \pm 0,5 ml d'eau distillée (3.2.1.1) au contenu du flacon d'extraction, qui doit ensuite être hermétiquement fermé, placé dans l'agitateur (3.2.2.7) et agité pendant 16 h.

Filtrer la suspension de sol dans une fiole propre et sèche (3.2.2.3) au moyen d'un papier filtre adéquat (3.2.2.4) posé sur l'entonnoir Buchner (3.2.2.2).

Conserver le filtrat pour mesurer la teneur en sulfate.

Enregistrer le volume du filtrat (V_E).

3.3 Détermination de la teneur en matière sèche

Déterminer la teneur en matière sèche du matériau séché à l'air au moyen du mode opératoire décrit en 2.2 de la présente Norme internationale.

Section 4: Extraction du sol avec de l'eau dans une proportion sol/eau de 1:2 masse/volume

4.1 Principe

Un mode opératoire est décrit pour la détermination de la teneur du sol en sulfate soluble dans l'eau, pour laquelle on réalise un extrait sol/eau dans une proportion de 1:2 (voir note 5 en 3.1).

Le dosage des ions de sulfate dans la solution s'effectue au moyen de la méthode gravimétrique décrite en section 6 de la présente Norme internationale.

4.2 Préparation de l'extrait aqueux 1:2

4.2.1 Réactif

Le réactif suivant est nécessaire pour l'élaboration de l'extrait aqueux.

4.2.1.1 Eau distillée ou eau de pureté équivalente, conforme à la qualité 3 de l'ISO 3696.

4.2.2 Appareillage

L'appareillage suivant est nécessaire pour la préparation de l'extrait de sulfate soluble dans l'eau à partir d'un seul échantillon.

4.2.2.1 Bêcher, d'une capacité de 500 ml (de préférence conique), ainsi que des tiges et des couvercles en verre.

4.2.2.2 Entonnoir Buchner, d'un diamètre d'environ 100 mm.

4.2.2.3 Fiole de filtration sous vide, d'une capacité d'environ 500 ml, pouvant recevoir l'entonnoir.

4.2.2.4 Papiers filtres, de calibre moyen, porosité = 8 μm .

4.2.2.5 Source d'aspiration, par exemple une pompe à filtration.

4.2.2.6 Tube de caoutchouc, d'une longueur suffisante pour raccorder la pompe à vide et la fiole de filtration.

4.2.2.7 Mélangeur ou agitateur mécanique, capable de maintenir en suspension continue 50 g de sol dans 100 ml d'eau.

4.2.2.8 Flacon d'extraction, d'une capacité d'environ 250 ml.

4.2.2.9 Pipette, d'une capacité de 100 ml.

4.2.2.10 Balance, capable de peser avec une précision de 0,001 g.

4.2.2.11 Verre de montre, pouvant porter 50 g de sol.

4.2.3 Préparation des échantillons d'essai de sol séché à l'air

Préparer un échantillon de laboratoire séché à l'air pesant approximativement 50 g, conformément au mode opératoire décrit en 2.4 de la présente Norme internationale.

4.2.4 Préparation de l'extrait

Effectuer l'extraction à une température entre 20 °C et 25 °C.

L'extrait sol/eau dans la proportion 1:2 destiné au dosage est obtenu à partir de chacun des échantillons d'essai préparés de la manière suivante.

Peser un échantillon d'essai de 50 g \pm 0,5 g séché à l'air sur un verre de montre (4.2.2.11) et le transférer dans un flacon d'extraction propre et sec (4.2.2.8).

Ajouter 100 ml \pm 1 ml d'eau distillée (4.2.1.1) dans le flacon d'extraction (voir note 6), qui doit ensuite être hermétiquement fermé, placé dans l'agitateur (4.2.2.7) et agité pendant 16 h.

Filtrer la suspension de sol dans un bêcher propre et sec (4.2.2.1) au moyen d'un papier filtre adéquat (4.2.2.4) posé sur l'entonnoir Buchner (4.2.2.2).

Conserver le filtrat pour mesurer la teneur en sulfate.

Mesurer le volume du filtrat (V_E).

NOTE 6 Si une centrifugeuse est disponible, il sera peut être plus pratique d'utiliser un tube à centrifuger pour l'extraction. La suspension peut alors être centrifugée plutôt que filtrée; on peut ensuite utiliser 25 ml du liquide clair surnageant pour l'analyse après dilution appropriée, si nécessaire.

4.3 Détermination de la teneur en matière sèche

Déterminer la teneur en matière sèche du matériau séché à l'air conformément au mode opératoire décrit en 2.2 de la présente Norme internationale.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11048:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/788fee25-58e7-4fbb-a352-a8b3c7b61b4a/iso-11048-1995>

Section 5: Extraction du sol au moyen d'acide chlorhydrique dilué

5.1 Principe

Un mode opératoire est décrit pour la détermination de la teneur du sol en sulfate soluble dans l'acide, pour laquelle un extrait d'acide est tout d'abord préparé.

Les sulfates solubles dans l'acide, qui englobent virtuellement tous les sulfates existants, sont extraits d'un échantillon de sol au moyen d'acide chlorhydrique dilué.

Le dosage des ions sulfate dans une solution s'effectue au moyen de la méthode gravimétrique décrite en section 6 de la présente Norme internationale.

Les sols contenant des sulfures peuvent exiger une attention toute particulière (voir note 7).

NOTE 7 La méthode d'extraction par acide détermine la teneur totale du sol en sulfate au moment des essais et tout sulfure présent à ce moment est détruit au cours du procédé d'extraction (voir note 10). S'il y a présence de sulfure, il est possible que celui-ci s'oxyde à long terme et produise des sulfates supplémentaires. Si l'on suspecte la présence de sulfure et que l'on craint qu'il ne s'oxyde dans un avenir proche, il convient de mesurer la teneur totale en soufre. La différence entre la teneur totale en soufre et la teneur en sulfate soluble dans l'acide, toutes deux exprimées en termes de pourcentage SO_4 , donne la mesure de la quantité de sulfure présent. Le sulfure peut être présent dans les schistes ou les argilites et on le trouve fréquemment dans les déchets et les produits dérivés tels que les résidus des houillères et les scories.

5.2 Préparation de l'extrait acide

5.2.1 Réactifs

Les réactifs suivant sont nécessaires pour l'élaboration de l'extrait acide. Ils doivent avoir une qualité analytique reconnue.

5.2.1.1 Eau distillée ou eau de pureté équivalente, conforme à la qualité 3 de l'ISO 3696.

5.2.1.2 Solution d'acide chlorhydrique dilué.

Mélanger soigneusement 500 ml \pm 10 ml d'acide chlorhydrique concentré (densité: 1,18) avec de l'eau, et diluer jusqu'à obtention de 1 litre de mélange dans une éprouvette graduée.

Conserver dans un flacon en verre ou en polyéthylène. La solution est stable indéfiniment.

5.2.1.3 Solution d'ammoniaque diluée.

Diluer 500 ml d'ammoniaque (densité: 0,880) avec de l'eau jusqu'à obtention de 1 litre de mélange.

5.2.1.4 Solution de nitrate d'argent, $c(AgNO_3) \approx 0,1$ mol/l.

Dissoudre 17 g \pm 1 g de nitrate d'argent dans environ 800 ml d'eau et diluer jusqu'à obtention de 1 litre de mélange dans une éprouvette graduée. Conserver la solution dans un flacon en verre brun.

5.2.1.5 Acide nitrique concentré, densité: 1,42.

5.2.1.6 Papier tournesol rouge.

5.2.2 Appareillage

L'appareillage suivant est nécessaire pour la préparation de l'extrait de sulfates solubles dans l'acide à partir d'un seul échantillon.

5.2.2.1 Deux béciers, d'une capacité de 500 ml, de préférence coniques, ainsi que des tiges et des couvercles en verre.

5.2.2.2 Plaque chauffante électrique, pouvant être contrôlée de manière à faire bouillir le contenu des béciers, sans entraîner de surchauffe excessive.

5.2.2.3 Papiers filtres, de calibre moyen (porosité = 8 μ m), de calibre moyen renforcé (porosité = 8 μ m) et de calibre fin (porosité = 2,5 μ m) convenant à l'entonnoir.

5.2.2.4 Tige en verre, d'une longueur comprise entre 150 mm et 200 mm et d'un diamètre compris entre 3 mm et 5 mm.

5.2.2.5 Pissette, de préférence en plastique, contenant de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.2.2.6 Entonnoir-filtre en verre, d'un diamètre d'environ 100 mm.

5.2.2.7 Pipette compte-gouttes, d'une capacité de 10 ml.

5.2.2.8 Hotte d'aspiration.