

NORME
INTERNATIONALE

ISO
11466

Première édition
1995-03-01

**Qualité du sol — Extraction des éléments
en traces solubles dans l'eau régale**

iTeh STANDARD PREVIEW
Soil quality — Extraction of trace elements soluble in aqua regia
(standards.itih.ai)

ISO 11466:1995

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/sist/a35add3c-2392-43eb-9925-e80ebe7f68b6/iso-11466-1995>



Numéro de référence
ISO 11466:1995(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 11466 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/a35add3c-2392-43eb-9925->

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée 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 — Extraction des éléments en traces solubles dans l'eau régale

AVERTISSEMENT — Les digestions avec de l'acide chlorhydrique et de l'acide nitrique sont potentiellement dangereuses. Porter des lunettes ou un masque de sécurité.

Il convient que la digestion soit effectuée sous une hotte aspirante correctement ventilée avec un appareil à reflux et un système de chauffage avec contrôle de la température. Il est essentiel d'ajouter des granulés régulateurs d'ébullition (ou des billes de verre brutes) à l'étalon et aux échantillons afin d'éviter les soubresauts et les pertes de solution. Il est important de maintenir un léger reflux pour l'étalon et pour les échantillons, afin d'éviter toute fluctuation de température pouvant entraîner une surchauffe locale.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale définit une méthode d'extraction, au moyen de l'eau régale, des éléments en traces des sols et de matériaux similaires préparés conformément à l'ISO 11464 et contenant moins de 20 % (*m/m*) environ de carbone, conformément à l'ISO 10694. Pour les matériaux qui contiennent plus de 20 % (*m/m*) environ de carbone, il faut ajouter de l'acide nitrique (voir note 8). La solution qui en résulte convient au dosage des éléments en traces à l'aide des techniques adéquates de spectrométrie atomique. Si les concentrations de matière dissoute sont élevées dans les solutions d'extraction, il faut s'attendre à une augmentation des interférences spectrales et du fond spectral.

NOTE 1 La plupart des sols et matériaux similaires ne sont pas complètement mis en solution par l'eau régale et l'efficacité d'extraction diffère d'un élément à l'autre. En outre, cette efficacité peut également changer, pour un élément donné, suivant les matrices dans lesquelles il se trouve. Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale mettent en place un programme d'analyse utilisant des matériaux de référence pour s'assurer que la méthode décrite dans la présente Norme internationale est appropriée à leurs besoins. Il s'ensuit que les éléments extractibles par l'eau régale ne peuvent être qualifiés de « totaux », mais ils ne peuvent pas non plus être considérés

comme étant la proportion « biodisponible », car la méthode d'extraction est trop forte pour être représentative d'un quelconque processus biologique.

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 10694:1995, *Qualité du sol — Dosage du carbone organique et du carbone total après combustion sèche (analyse élémentaire)*.

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'échantillon séché (voir note 2) est soumis à l'action d'un mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique pendant 16 h à température ambiante, puis à l'ébullition avec reflux pendant 2 h. L'extrait est ensuite filtré et ajusté au volume avec de l'acide nitrique. Les concentrations de traces de métaux peuvent alors être déterminées conformément à [1] cité en annexe A.

NOTE 2 Il convient de préparer le sol conformément à l'ISO 11464. Il est d'usage de broyer le sol de granulométrie < 2 mm à une dimension < 150 µm avant la digestion dans l'eau régale, pour

- produire un échantillon plus homogène à partir duquel on peut effectuer une prise d'essai;
- augmenter l'efficacité de l'attaque acide en augmentant la surface des particules.

L'expérience a montré que, pour certains sols, il y avait peu de différences entre les résultats obtenus avant et après broyage (voir [2] en annexe A). Cependant, il est difficile de prédire avec certitude quels sont les sols qui se comporteront de la sorte. C'est particulièrement important lorsque l'on considère les sols qui contiennent des quantités relativement faibles d'éléments potentiellement toxiques, par comparaison avec les matériaux géochimiquement enrichis ou ceux qui sont largement affectés par les activités anthropiques. Dans les deux cas, ces éléments peuvent être présents en très grande quantité. Le problème se pose de manière accrue pour les matériaux présentant un vaste éventail de tailles de particules, surtout si l'élément considéré est concentré dans une seule catégorie de taille, par comparaison avec les sols présentant un éventail étroit de tailles de particules. Il convient également que les utilisateurs soient conscients que l'on sait relativement peu de choses sur le comportement de ces éléments en traces, dans le cadre de l'extraction dans l'eau régale, dans les sols hautement altérés, comme les oxisols et les ultisols (voir [3] en annexe A).

Il convient donc que l'utilisateur vérifie que l'utilisation de sol broyé ou non broyé donne des résultats convenables pour l'objet de l'étude.

L'utilisation d'un sol broyé ou non broyé doit être mentionnée dans le rapport d'essai.

4 Réactifs

4.1 Généralités

Les réactifs employés doivent satisfaire aux exigences de pureté pour l'analyse qui suit. Leur pureté doit être vérifiée au moyen d'un essai à blanc.

4.2 Eau

L'eau employée doit correspondre à la qualité 2 de l'ISO 3696, ou être de meilleure qualité.

NOTE 3 On peut utiliser de l'eau désionisée à condition qu'elle satisfasse aux exigences ci-dessus. Il est conseillé d'employer le même lot pour tous les dosages et les dosages à blanc.

4.3 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 12,0 \text{ mol/l}$,
 $\rho \approx 1,19 \text{ g/ml}$.

4.4 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 15,8 \text{ mol/l}$,
 $\rho \approx 1,42 \text{ g/ml}$.

4.5 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 0,5 \text{ mol/l}$.

Diluer 32 ml d'acide nitrique (4.4) avec de l'eau (4.2) pour obtenir 1 litre.

5 Appareillage

Nettoyer toute la verrerie en l'immergeant soigneusement dans de l'acide nitrique tiède (4.5) pendant au moins 6 h, puis en la rinçant à l'eau (4.2).

5.1 Broyeur, capable de réduire des sols, boues et sédiments séchés à une taille inférieure à 150 µm, sans contamination par les éléments à doser (voir note 2).

NOTE 4 Il est essentiel d'utiliser un broyeur entraînant une contamination faible ou nulle, et de procéder à un nettoyage approprié entre chaque échantillon, pour éliminer les effets de mémoire. Les broyeurs à garniture d'agate ou en oxyde de zirconium conviennent.

5.2 Tamis pour analyse, présentant une ouverture de mailles de 0,150 mm, tels que les tamis à toile d'étamine, de préférence en matériau plastique, comme le nylon, par exemple.

5.3 Dessiccateur, d'une capacité nominale de 2 litres.

5.4 Ballon à rodage conique, d'une capacité nominale de 250 ml (voir figure 1).

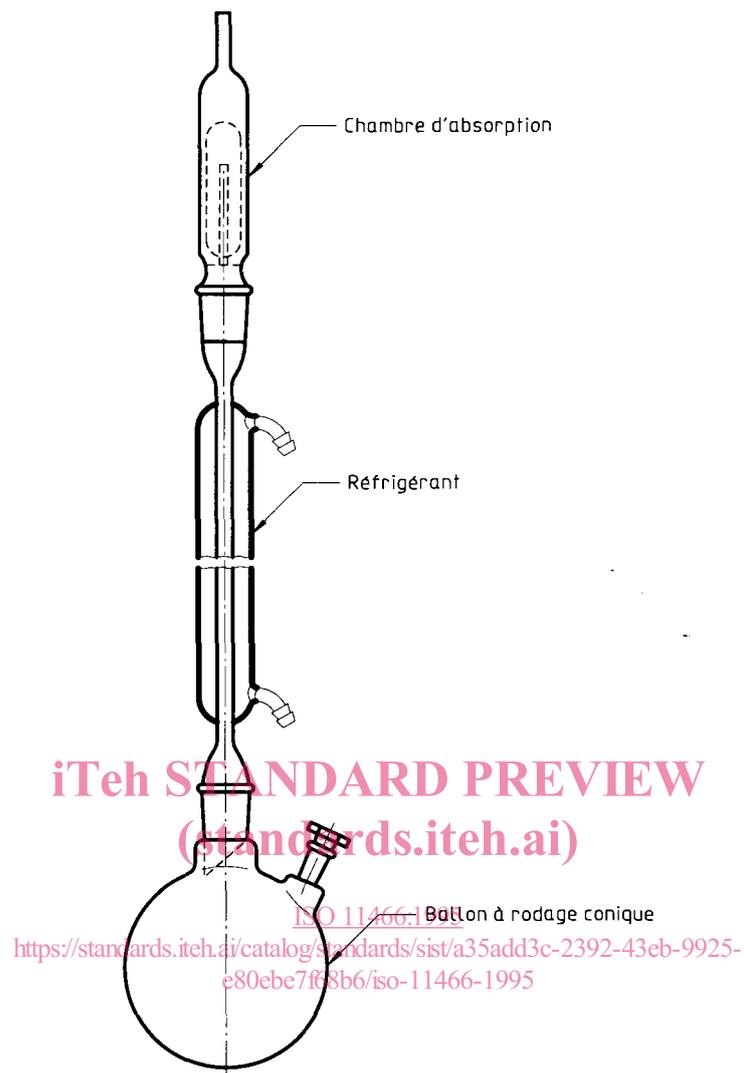


Figure 1 — Ballon à rodage conique, réfrigérant et chambre d'absorption (assemblés)

5.5 Réfrigérant, droit, muni de rodages coniques (voir figure 1).

NOTE 5 L'utilisation de réfrigérants refroidis à l'eau ayant une longueur utile minimale d'au moins 200 mm s'est avérée appropriée. La longueur utile correspond à la surface intérieure en contact avec l'eau de refroidissement. La longueur extérieure hors-tout de ces réfrigérants est généralement d'au moins 365 mm.

5.6 Chambre d'absorption de type anti-retour (par exemple comme montré en figure 2).

NOTE 6 La chambre d'absorption est uniquement nécessaire pour le dosage du mercure.

5.7 Billes de verre brutes, d'un diamètre de 2 mm à 3 mm (ou granulés régulateur d'ébullition).

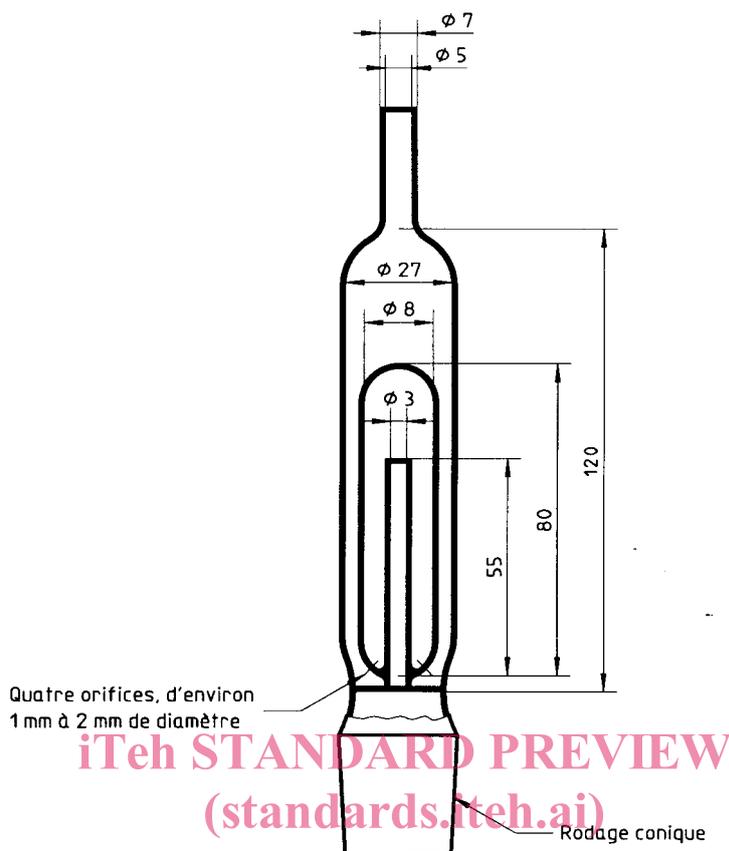
5.8 Appareil de chauffage à thermostat, capable de chauffer le contenu du ballon à rodage conique jusqu'à la température d'ébullition avec reflux.

5.9 Entonnoir, d'environ 110 cm de diamètre.

5.10 Fiole jaugée, d'une capacité nominale de 110 ml.

5.11 Papiers filtres, de type cellulose sans cendre, d'une taille moyenne de pore d'environ 8 μm et d'un diamètre de 150 mm.

Dimensions approximatives en millimètres



ISO 11466:1995
 Figure 2 — Exemple de chambre d'absorption
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/312273eb-9925-e80ebe7f68b6/iso-11466-1995>

6 Préparation de l'échantillon pour laboratoire

Prétraiter une prise d'essai représentative d'un échantillon séché à l'air conformément à l'ISO 11464 ou broyer et tamiser au tamis de 150 μm (5.2), si cela est spécifié, afin d'obtenir un sous-échantillon d'environ 20 g. Utiliser une partie de ce sous-échantillon pour déterminer la teneur en eau, conformément à l'ISO 11465.

7 Mode opératoire

Peser environ 3 g de ce sous-échantillon, à 0,001 g près, dans le ballon à rodage conique de 250 ml (5.4). Humecter avec environ 0,5 ml à 1,0 ml d'eau (4.2) et ajouter, en mélangeant, 21 ml d'acide chlorhydrique (4.3) puis 7 ml d'acide nitrique (4.4), goutte à goutte si nécessaire, pour réduire la formation de mousse. Ajouter 15 ml d'acide nitrique (4.5) dans la chambre d'absorption (5.6). Connecter l'ensemble chambre d'absorption, réfrigérant (5.5) et ballon et laisser reposer le mélange pendant 16 h à température ambiante afin de permettre une oxydation lente de la matière organique dans le sol.

NOTE 7 Une pratique courante consiste à ajouter d'abord l'acide chlorhydrique directement dans le ballon à rodage conique contenant l'échantillon, puis l'acide nitrique. On suppose alors que l'eau régale se forme dans le ballon. Cependant, des problèmes ont été rencontrés avec des matériaux riches en carbonates, dans le cas desquels une proportion importante de l'acide chlorhydrique était consommée avant qu'il n'ait été possible d'ajouter l'acide nitrique. Dans ces circonstances, il est douteux que l'eau régale se soit formée.

NOTE 8 La quantité d'eau régale précitée est suffisante pour l'oxydation d'environ 0,5 g de carbone. S'il y a doute sur la quantité de carbone présent, faire une détermination selon l'ISO 10694. S'il y a plus de 0,5 g de carbone organique dans la prise d'essai de 3 g, procéder comme suit.

Laisser se dérouler la première réaction à l'eau régale. Puis rajouter 1 ml d'acide nitrique (4.4) par 0,1 g de carbone au-dessus de 0,5 g. N'ajouter en aucun cas plus de 10 ml d'acide nitrique, et laisser la réaction se dérouler avant de continuer.

Élever lentement la température du mélange de réaction à ébullition avec reflux et maintenir cette température pendant 2 h, en s'assurant que la zone de condensation est inférieure à 1/3 de la hauteur du ré-

frigérant, puis le laisser refroidir. Introduire dans le ballon à rodage conique le contenu de la chambre d'absorption, par le haut du réfrigérant à reflux, en rinçant à la fois la chambre d'absorption et le réfrigérant à reflux avec 10 ml supplémentaires d'acide nitrique (4.5).

Laisser reposer le ballon à rodage conique, pour que la plus grande partie du résidu insoluble se dépose. Filtrer soigneusement le surnageant contenant relativement peu de matières en suspension sur un papier filtre (5.11), en recueillant le filtrat dans une fiole jaugée de 100 ml. Laisser passer tout le filtrat initial à travers le papier filtre, puis laver le résidu insoluble sur le papier filtre avec un minimum d'acide nitrique (4.5). Joindre ce filtrat au premier.

NOTE 9 La quantité d'acide nitrique (4.5) dépend de la quantité de résidu, mais est rarement supérieure à 10 ml.

L'extrait ainsi préparé est prêt pour le dosage des éléments en traces selon une méthode appropriée, en se conformant par exemple à [1] en annexe A.

NOTE 10 Selon l'élément (les éléments) considéré(s) et la méthode spectroscopique choisie, il peut être nécessaire

d'ajouter des tampons spectraux dans la fiole qui contient l'extrait. Par conséquent, il convient, à ce stade, de ne pas remplir la fiole jusqu'au trait repère avant d'avoir décidé des étapes ultérieures de l'analyse.

8 Rapport d'essai

Le rapport d'essai peut être rédigé conjointement ou non à celui de la méthode analytique établi ultérieurement.

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) une référence à la présente Norme internationale;
- b) une identification complète de l'échantillon;
- c) une mention précisant si l'on a utilisé un sol broyé ou non broyé;
- d) tous détails sur toute opération non spécifiée dans la présente Norme internationale ou considérée comme facultative, ainsi que tout autre facteur pouvant affecter les résultats.

(standards.iteh.ai)

[ISO 11466:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a35add3c-2392-43eb-9925-e80ebe7f68b6/iso-11466-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a35add3c-2392-43eb-9925-e80ebe7f68b6/iso-11466-1995>

Annexe A (informative)

Bibliographie

- [1] ISO 11047:—¹⁾, *Qualité du sol — Dosage du cadmium, du chrome, du cobalt, du cuivre, du plomb, du manganèse, du nickel et du zinc — Méthodes par spectrométrie d'absorption atomique dans la flamme et électrothermique.*
- [2] HOUBA, J.V.G., CHARDON, W.J. et ROELSE, K. Influence of grinding of soil on apparent chemical composition (1993). *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* **24** (13 and 14), pp.1591-1602.
- [3] Soil Survey Staff (1975), Soil taxonomy: a basic system of soil classification for making and interpreting soil surveys. *Agriculture Handbook* No. **436**, Soil Conservation Service, United States Department of Agriculture, Washington DC, USA.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11466:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a35add3c-2392-43eb-9925-e80ebe7f68b6/iso-11466-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a35add3c-2392-43eb-9925-e80ebe7f68b6/iso-11466-1995>

1) À publier.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11466:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a35add3c-2392-43eb-9925-e80ebe7f68b6/iso-11466-1995>