
**Qualité du sol — Dosage du cadmium,
chrome, cobalt, cuivre, plomb, manganèse,
nickel et zinc dans les extraits de sol à l'eau
régale — Méthodes par spectrométrie
d'absorption atomique avec flamme et
atomisation électrothermique**

iTeh STANDARD PREVIEW

*Soil quality — Determination of cadmium, chromium, cobalt, copper, lead,
manganese, nickel and zinc in aqua regia extracts of soil — Flame and
electrothermal atomic absorption spectrometric methods*

[ISO 11047:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c26271c-2975-495d-931c-bfb9014495ca/iso-11047-1998)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c26271c-2975-495d-931c-
bfb9014495ca/iso-11047-1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c26271c-2975-495d-931c-bfb9014495ca/iso-11047-1998)



Sommaire

Page

1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	2
3	Méthode A — Dosage du cadmium, chrome, cobalt, cuivre, plomb, manganèse, nickel et zinc par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme	2
3.1	Principe	2
3.2	Réactifs	3
3.3	Préparation des solutions mères et des solutions étalons d'éléments individuels	4
3.4	Appareillage	7
3.5	Mode opératoire	7
3.6	Mesurage de la prise d'essai	10
3.7	Calcul	10
3.8	Fidélité	11
3.9	Expression des résultats	11
3.10	Rapport d'essai	11
4	Méthode B — Dosage du cadmium, chrome, cobalt, cuivre, plomb, manganèse, nickel et zinc par spectrométrie d'absorption atomique par électrothermie	12
4.1	Principe	12
4.2	Réactifs	12
4.3	Solution mère et solution étalon	13
4.4	Appareillage	15
4.5	Mode opératoire	15
4.6	Étalonnage et dosage	18
4.7	Traçage de la courbe	18
4.8	Calcul	18
4.9	Expression des résultats	19
4.10	Fidélité	19
4.11	Rapport d'essai	19
Annexe A	(informative) Résultats des essais interlaboratoires	21

© ISO 1998

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
Internet central@iso.ch
X.400 c=ch; a=400net; p=iso; o=isocs; s=central

Imprimé en Suisse

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 11047 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 11047:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c26271c-2975-495d-931c-bfb9014495ca/iso-11047-1998>

Qualité du sol — Dosage du cadmium, chrome, cobalt, cuivre, plomb, manganèse, nickel et zinc dans les extraits de sol à l'eau régale — Méthodes par spectrométrie

AVERTISSEMENT — Il convient que les modes opératoires prescrits dans la présente Norme internationale soient appliqués par un personnel formé et compétent. Certaines techniques et certains réactifs, de même que l'utilisation de l'équipement, peuvent s'avérer très dangereux. Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale qui ne sont pas tout-à-fait familiarisés avec les dangers potentiels et les pratiques de sécurité à respecter sollicitent les conseils de professionnels avant de commencer l'opération.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit deux méthodes de dosage, par spectrométrie d'absorption atomique, d'un ou plusieurs des éléments suivants : cadmium, chrome, cobalt, cuivre, plomb, manganèse, nickel et zinc, dans un extrait à l'eau régale obtenu conformément à l'ISO 11466. Le choix de la méthode pour chaque élément dépend de la quantité de cet élément que l'on s'attend à trouver dans l'échantillon, et les deux méthodes peuvent être nécessaires pour couvrir tous les éléments d'un échantillon. Les méthodes s'appliquent lorsque la teneur en élément est soit supérieure, soit inférieure à la quantité indiquée au tableau 1 (en milligrammes par kilogramme de matière sèche). Les deux méthodes sont traitées séparément, comme suit:

Méthode A – Dosage du cadmium, chrome, cobalt, cuivre, plomb, manganèse, nickel et zinc par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0c26271c-2975-495d-931c-b169114493ca/iso-11047-1998>

Méthode B – Dosage du cadmium, chrome, cobalt, cuivre, plomb, manganèse, nickel et zinc par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique.

Les modes opératoires et les réactifs sont souvent communs aux deux méthodes et aux différents éléments à l'intérieur de chaque méthode. Cependant, il est conseillé aux utilisateurs de lire soigneusement la totalité de la norme avant d'opérer pour une méthode.

Tableau 1 — Limites indicatives de la teneur du sol (mg/kg de matière sèche) en éléments extractibles par l'eau régale conformément à l'ISO 11466

Élément	Méthode A (SAA avec flamme)	Méthode B (SAA avec atomisation électrothermique)
Cadmium	> 2	< 2
Chrome	> 12	< 12
Cobalt	> 12	< 12
Cuivre	> 5	< 5
Plomb	> 15	< 15
Manganèse	> 2	< 2
Nickel	> 12	< 12
Zinc	> 2	< 2

NOTE 1 Les limites indicatives données au tableau 1 correspondent aux équipements et techniques existant au moment de la publication de la présente Norme internationale. Les progrès techniques peuvent faire évoluer ces données.

NOTE 2 La présente Norme internationale se réfère spécifiquement à l'utilisation de la spectrométrie d'absorption atomique. Il est conseillé aux utilisateurs de la présente Norme internationale d'appliquer à leurs laboratoires les procédures reconnues de maîtrise de la qualité. Il convient d'utiliser des matériaux de référence certifiés (MRC) pour établir les quantités d'éléments considérés dans les échantillons de référence constitués localement. Ces derniers peuvent être utilisés pour assurer un contrôle de la qualité en routine des modes opératoires indiqués dans la présente norme internationale. Il convient d'établir les résultats conformément à des cartes de contrôle, pour chaque élément, au sein du laboratoire. Il convient de ne pas accepter de résultat non compris dans les limites homologuées. Il est possible d'utiliser les procédures de contrôle de la qualité basées sur une technique statistique largement acceptée afin d'établir ces limites, que celles-ci soient stables et qu'aucune dérive ne se produise sur le long terme. Il convient d'utiliser régulièrement des matériaux de référence certifiés, afin de maintenir l'intégrité des échantillons de référence constitués localement, et donc du système de contrôle de la qualité.

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 5725-1:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 1 : Principes généraux et définitions*
- ISO 11465:1993, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*
- ISO 11466:1995, *Qualité du sol — Extraction des éléments en traces solubles dans l'eau régale*

3 Méthode A — Dosage du cadmium, chrome, cobalt, cuivre, plomb, manganèse, nickel et zinc par spectrométrie d'absorption atomique avec flamme

3.1 Principe

La méthode est fondée sur le mesurage par spectrométrie d'absorption atomique de la concentration de l'élément dans un extrait à l'eau régale de l'échantillon, préparé conformément à l'ISO 11466, dans les conditions du tableau 2.

**Tableau 2 — Conditions générales d'analyse
pour la spectrométrie d'absorption atomique avec flamme**

Élément	Longueur d'onde nm	Type de flamme	Chlorure de lanthane	Interférences principales	Correction de fond
Cadmium	228,8	Air oxydant / acétylène	Non	Fe	Deutérium
Chrome	357,9	Air oxydant / acétylène ou acétylène/N ₂ O	Oui Non	Fe, Al, Ca, Mg	Halogène
Cobalt	240,7	Air oxydant / acétylène	Non		Deutérium
Cuivre	324,8	Air oxydant / acétylène	Non		Deutérium
Plomb	217,0	Air oxydant / acétylène	Non		Deutérium
Manganèse	279,5	Air oxydant / acétylène ou acétylène/N ₂ O	Oui Non	Fe, Si	Deutérium
Nickel	232,0	Air oxydant / acétylène	Non	Fe	Deutérium
Zinc	213,9	Air oxydant / acétylène	Non		Deutérium

NOTE Les longueurs d'onde données sont les plus sensibles. Les interférences sont généralement moins importantes si l'on utilise une flamme d'oxyde d'azote pour déterminer le cadmium et le manganèse. Il convient que les utilisateurs sachent que des modifications, même légères, du rapport entre les gaz peuvent avoir des effets importants sur l'intensité du signal de mesure, et sont également susceptibles de modifier la linéarité de la réponse des instruments. La différence d'acidité, qui varie légèrement selon les extraits, peut également avoir un effet non négligeable sur quelques éléments avec certains instruments, en particulier si aucune correction de fond n'est effectuée. Il convient donc que les utilisateurs se familiarisent avec ces aspects des performances de leurs instruments.

3.2 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue. Utiliser de l'eau déminéralisée ou de l'eau qui a été distillée dans un appareillage tout en verre, conforme à la classe 2 de l'ISO 3696. La concentration de cet élément dans l'eau utilisée pour les dosages à blanc et pour la préparation des réactifs et la concentration en éléments des solutions étalons doit être négligeable par rapport à la plus faible concentration à déterminer dans les extraits de sol.

3.2.1 Acide chlorhydrique, 37 %, $\rho \sim 1,18$ g/ml

Utiliser le même lot d'acide chlorhydrique pour toute la procédure d'analyse.

3.2.2 Acide nitrique, 65 %, $\rho \sim 1,42$ g/ml

Utiliser le même lot d'acide nitrique pour toute la procédure d'analyse.

3.2.3 Acide nitrique, dilué 1 + 3 (V/V)

Ajouter 250 ml d'acide nitrique (3.2.2) à 500 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.2.4 Acide sulfurique, 98 % $\rho \sim 1,84$ g/ml

Le même lot d'acide sulfurique doit être utilisé pour toute la procédure d'analyse.

3.2.5 Acide sulfurique, dilué 1 + 9 (V/V)

Ajouter doucement, tout en remuant ou agitant (à l'aide d'agitateur magnétique), 100 ml d'acide sulfurique (3.2.4) à 700 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Mélanger, laisser refroidir et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.2.6 Solution de chlorure de lanthane, 37 g/l de lanthane

Dissoudre 100 g de chlorure de lanthane (II), $\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, dans 700 ml d'eau. Après dissolution, transférer la totalité dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.2.7 Solution à blanc sans lanthane, pour étalonnage

Diluer 210 ml d'acide chlorhydrique (3.2.1) et 70 ml d'acide nitrique (3.2.2) dans 500 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml, puis compléter au trait repère avec de l'eau.

3.2.8 Solution à blanc avec lanthane, pour étalonnage

Diluer 210 ml d'acide chlorhydrique (3.2.1) et 70 ml d'acide nitrique (3.2.2) dans 500 ml d'eau dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 100 ml de solution de lanthane (3.2.6) et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.2.9 Acétone.**3.3 Préparation des solutions mères et des solutions étalons d'éléments individuels**

Les solutions mères de tous les éléments doivent être remplacées au bout d'un an au maximum, mais les solutions étalons doivent être renouvelées une fois par mois au minimum. Si les solutions mères sont préparées directement à partir des métaux, il faut s'assurer que le métal ne comporte aucune couche d'oxyde à la surface. Les solutions mères des métaux sont disponibles dans le commerce et peuvent être utilisées. Cependant, il convient d'en contrôler leur utilisation par des mesures de laboratoire appropriées conformes aux bonnes pratiques de laboratoires couramment utilisées. Un enregistrement de ces données de contrôle doit être conservé.

3.3.1 Solutions de cadmium

AVERTISSEMENT — Le cadmium est très toxique. Prendre les mesures nécessaires pour éviter tout risque d'ingestion.

3.3.1.1 Cadmium, solution mère correspondant à 1 000 mg/l de cadmium

Dans un bécher en verre de 250 ml couvert, dissoudre exactement environ 1,000 0 g \pm 0,000 2 g de cadmium métal (de pureté minimale 99,5 %) avec 40 ml d'acide nitrique (3.2.3). Après dissolution, ajouter 100 ml d'eau, porter à ébullition afin d'éliminer les vapeurs nitreuses, laisser refroidir, transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.3.1.2 Cadmium, solution étalon correspondant à 20 mg/l de cadmium

Introduire à l'aide d'une pipette 20,00 ml de la solution mère de cadmium (3.3.1.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 20 ml d'acide nitrique (3.2.3) et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.3.2 Solutions de chrome

3.3.2.1 Chrome, solution mère correspondant à 1 000 mg/l de chrome

Dissoudre, dans un bécher en verre de 400 ml couvert, 2,8290 g \pm 0,0002 g de bichromate de potassium $K_2Cr_2O_7$, séché à 130 °C pendant 24 h, avec 40 ml d'eau. Ajouter 5 ml d'acide sulfurique (2.2.4), laisser refroidir, transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.3.2.2 Chrome, solution étalon correspondant à 20 mg/l de chrome

Introduire à l'aide d'une pipette 20,00 ml de la solution mère de chrome (3.3.2.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 20 ml d'acide nitrique (3.2.3) et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.3.3 Solutions de cobalt

3.3.3.1 Cobalt, solution mère correspondant à 1 000 mg/l de cobalt

Dans un bécher en verre de 250 ml couvert, dissoudre exactement environ 1,0000 g \pm 0,0002 g de cobalt métal (de pureté minimale 99,5 %) avec 10 ml d'acide nitrique dilué 1 + 3 (3.2.3) et 10 ml d'acide chlorhydrique (3.2.1). Après dissolution, ajouter 100 ml d'eau, porter à ébullition afin d'éliminer les vapeurs nitreuses, laisser refroidir, transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.3.3.2 Cobalt, solution étalon correspondant à 20 mg/l de cobalt

Introduire à l'aide d'une pipette 20,00 ml de la solution mère de cobalt (3.3.3.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 20 ml d'acide nitrique (3.2.3) et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.3.4 Solutions de cuivre

3.3.4.1 Cuivre, solution mère correspondant à 1 000 mg/l de cuivre

Dans un bécher en verre de 250 ml couvert, dissoudre exactement environ 1,000 0 g \pm 0,000 2 g de cuivre métal (de pureté minimale 99,5 %) avec 40 ml d'acide nitrique (3.2.3). Après dissolution, ajouter 100 ml d'eau, porter à ébullition afin d'éliminer les vapeurs nitreuses, laisser refroidir, transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.3.4.2 Cuivre, solution étalon correspondant à 20 mg/l de cuivre

Introduire à l'aide d'une pipette 20,00 ml de la solution mère de cuivre (3.3.4.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 20 ml d'acide nitrique (3.2.3) et compléter avec de l'eau jusqu'au trait de jauge.

3.3.5 Solutions de plomb**3.3.5.1 Plomb**, solution mère correspondant à 1 000 mg/l de plomb

Dans un bécher en verre de 250 ml couvert, dissoudre exactement environ 1,000 0 g \pm 0,000 2 g de plomb métal (de pureté minimale 99,5 %) avec 40 ml d'acide nitrique (3.2.3). Après dissolution, ajouter 100 ml d'eau, porter à ébullition afin d'éliminer les vapeurs nitreuses, laisser refroidir, transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.3.5.2 Plomb, solution étalon correspondant à 20 mg/l de plomb

Introduire à l'aide d'une pipette 20,00 ml de la solution mère de plomb (3.3.5.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 20 ml d'acide nitrique (3.2.3) et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.3.6 Solutions de manganèse**3.3.6.1 Manganèse**, solution mère correspondant à 1 000 mg/l de manganèse

Nettoyer le manganèse métallique en transférant plusieurs grammes de manganèse électrolytique (de pureté minimale 99,5 %) dans un bécher en verre de 250 ml contenant environ 150 ml d'acide sulfurique (3.2.5). Remuer et laisser reposer le manganèse plusieurs minutes. Décanter, laver plusieurs fois à l'eau, puis pour finir avec de l'acétone (3.2.9). Décanter le surplus d'acétone, sécher le métal pendant 2 min à 105 °C et le laisser refroidir dans un dessiccateur. Dans un bécher en verre de 250 ml couvert, dissoudre exactement environ 1,000 0 g \pm 0,000 2 g de manganèse métal ainsi lavé avec 20 ml d'acide chlorhydrique (3.2.1) et 20 ml d'acide nitrique (3.2.3). Après dissolution, ajouter 100 ml d'eau, porter à ébullition afin d'éliminer les vapeurs nitreuses, laisser refroidir, transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.3.6.2 Manganèse, solution étalon correspondant à 20 mg/l de manganèse

Introduire à l'aide d'une pipette 20,00 ml de la solution mère de manganèse (3.3.6.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 20 ml d'acide nitrique (3.2.3) et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.3.7 Solutions de nickel**3.3.7.1 Nickel**, solution mère correspondant à 1 000 mg/l de nickel

Dans un bécher en verre de 250 ml couvert, dissoudre exactement environ 1,000 0 g \pm 0,000 2 g de nickel métal (de pureté minimale 99,5 %) avec 10 ml d'acide chlorhydrique (3.2.1) et 10 ml d'acide nitrique (3.2.3). Après dissolution, ajouter 100 ml d'eau, porter à ébullition afin d'éliminer les vapeurs nitreuses, laisser refroidir, transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.3.7.2 Nickel, solution étalon correspondant à 20 mg/l de nickel

Introduire à l'aide d'une pipette 20,00 ml de la solution mère de nickel (3.3.7.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 20 ml d'acide nitrique dilué 1 + 3 (3.2.3) et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.3.8 Solutions de zinc

3.3.8.1 Zinc, solution mère correspondant à 1 000 mg/l de zinc

Dans un bécher en verre de 250 ml couvert, dissoudre exactement environ $1,0000 \text{ g} \pm 0,0002 \text{ g}$ de zinc métal (de pureté minimale 99,5 %) avec 40 ml d'acide nitrique (3.2.3). Après dissolution, ajouter 100 ml d'eau, porter à ébullition afin d'éliminer les vapeurs nitreuses, laisser refroidir, transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait repère avec de.

3.3.8.2 Zinc, solution étalon correspondant à 1 000 mg/l de zinc

Introduire à l'aide d'une pipette 20,00 ml de la solution mère de zinc (3.3.8.1) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, ajouter 20 ml d'acide nitrique (3.2.3) et compléter au trait repère avec de l'eau.

3.4 Appareillage

3.4.1 Appareillage courant de laboratoire

Toute la verrerie doit être soigneusement nettoyée avant de déterminer les éléments en trace, par exemple en l'immergeant dans une solution aqueuse chaude d'acide nitrique à 5 % (V/V) pendant au moins 6 h, puis en la rinçant à l'eau avant utilisation. L'acide nitrique doit être remplacé toutes les semaines.

NOTE On trouve pratique d'avoir des jeux de verrerie distincts pour les dosages indiqués dans la présente Norme internationale, afin de réduire les risques de contamination au sein du laboratoire. De même, il peut être pratique d'effectuer l'étape de nettoyage à l'acide pendant la nuit.

3.4.2 Spectromètre d'absorption atomique

Il doit être équipé d'une lampe à cathode creuse ou d'une lampe à décharge sans électrode adaptée à l'élément considéré, fonctionnant avec le courant recommandé pour la lampe par le fabricant de l'instrument, d'un système de correction de bruit de fond et d'un brûleur pour flamme air/acétylène ou oxyde d'azote/acétylène, fonctionnant selon les instructions du fabricant. La correction de bruit de fond par lampe au deutérium est la spécification technique minimale admissible pour la correction de bruit de fond pour les longueurs d'onde inférieures à 350 nm et dans le cas des lampes halogènes, pour les longueurs d'ondes supérieures à 350 nm. D'autres systèmes, comme la correction par effet Zeeman ou le système Smith-Hieftje sont également admissibles, voire supérieurs dans certaines circonstances.

AVERTISSEMENT — Lorsque l'on utilise ces flammes, il est essentiel de suivre scrupuleusement les recommandations du fabricant en matière de sécurité.

3.5 Mode opératoire

3.5.1 Prise d'essai

Utiliser des extraits à l'eau régale du sol conformément à l'ISO 11466.

3.5.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc en même temps que l'extraction à l'eau régale en utilisant du sable de quartz nettoyé à la place d'échantillons de sol et selon le même mode opératoire, en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs pour le dosage.