
**Qualité du sol — Dosage du soufre total par
combustion sèche**

Soil quality — Determination of total sulfur by dry combustion

**iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)**

ISO 15178:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05b2838b-4951-42a8-a3e0-7ee862df8aac/iso-15178-2000>



PDF — Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15178:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05b2838b-4951-42a8-a3e0-7ee862df8aac/iso-15178-2000>

© ISO 2000

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'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.ch
Web www.iso.ch

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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 3.

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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments de la présente Norme internationale peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

La Norme internationale ISO 15178 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.

ISO 15178:2000
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05b2838b-4951-42a8-a3e0-7ee862df8aac/iso-15178-2000>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15178:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05b2838b-4951-42a8-a3e0-7ee862df8aae/iso-15178-2000>

Qualité du sol — Dosage du soufre total par combustion sèche

AVERTISSEMENT — La présente Norme internationale peut impliquer l'utilisation de matériaux et d'équipements ainsi que la réalisation d'opérations présentant un caractère dangereux. Elle n'a cependant pas pour objet de couvrir tous les problèmes de sécurité liés à l'utilisation de la présente méthode. Il incombe par conséquent à l'utilisateur de consulter et d'établir des pratiques de santé et de sécurité appropriées et de déterminer l'applicabilité des limites réglementaires avant d'utiliser la présente Norme internationale.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale décrit une procédure de détermination par combustion sèche du soufre total contenu dans des échantillons de sol. Elle est applicable à tous les types d'échantillons de sol séchés à l'air.

NOTE Les méthodes de combustion à haute température ne permettent pas de déterminer le soufre total mais uniquement le soufre combustible. Cependant, la différence qui existe dans les sols entre soufre total et soufre combustible est généralement négligeable.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Pour les références datées, les amendements ultérieurs ou les révisions de ces publications ne s'appliquent pas. Toutefois, les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Pour les références non datées, la dernière édition du document normatif en référence s'applique. Les membres de l'ISO et de la CEI possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

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

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

3 Principe

La teneur en soufre d'un échantillon de sol, prétraité conformément à l'ISO 11464, est déterminée en chauffant l'échantillon à une température minimale de 1 150 °C dans un flux gazeux contenant de l'oxygène. Le soufre lié organiquement ou non organiquement est converti en SO₂. Cette réaction peut dans certains cas nécessiter une température plus élevée ou l'ajout de catalyseurs, de modificateurs ou d'accélérateurs. À des températures < 1 350 °C, un excès d'oxygène peut engendrer la formation de SO₃ qu'il faudra réduire en SO₂ en utilisant un réactif approprié, par exemple du cuivre. Le SO₂ obtenu par combustion est ensuite mesuré par spectrométrie infrarouge, par conductivité thermique ou par toute autre technique de dosage appropriée. Les gaz générés par la combustion, susceptibles d'affecter les résultats des mesures, doivent être supprimés du flux gazeux avant d'effectuer les opérations de détermination.

La présente méthode est destinée à être utilisée avec des analyseurs de soufre disponibles dans le commerce et conçus pour effectuer automatiquement les opérations susmentionnées. Ces instruments doivent être étalonnés au moyen de composés chimiques ou de matériaux de référence certifiés à teneur en soufre connue, choisis en fonction de la quantité de soufre contenue dans chaque échantillon analysé.

NOTE À des températures plus basses, la décomposition des composés soufrés peut être incomplète, notamment en présence d'alcalins libres ou de carbonates ou de sulfates alcalino-terreux. Dans ce cas, il peut s'avérer nécessaire d'utiliser des températures $\geq 1\ 350\ ^\circ\text{C}$ ou des modificateurs de matrice comme le WO_3 ou le V_2O_5 . L'efficacité de la méthode et le rendement quantitatif du soufre pour de tels sols peuvent être vérifiés en utilisant des substances telles que le sulfate de calcium.

4 Réactifs

Il convient que tous les réactifs utilisés soient de qualité analytique conformément aux instructions du manuel du fabricant pour l'instrument utilisé.

4.1 Gaz de combustion contenant de l'oxygène, exempt de soufre et de ses composés conformément aux instructions du fabricant de l'équipement.

4.2 Substances d'étalonnage, telles que l'acide sulfanilique ($\text{C}_6\text{H}_7\text{NO}_3\text{S}$) ou autres composés à teneur en soufre connue ou encore échantillons de sol à teneur en soufre certifiée.

NOTE Pour la présente méthode d'essai, des matériaux de référence normalisés (SRM) ou autres sols de référence disponibles dans le commerce à teneur en soufre certifiée peuvent être utilisés pour l'étalonnage. Des exemples de ces matériaux sont donnés à l'annexe A. Les utilisateurs de SRM sont invités à utiliser ces matériaux afin d'élaborer leurs propres matériaux de référence internes et les procédures d'assurance qualité associées.

5 Appareillage

5.1 Balance analytique.

Il convient que la précision de la balance soit inférieure ou égale à 0,000 1 fois la masse de l'échantillon ou de la substance d'étalonnage, conformément aux valeurs données dans le Tableau 1.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05b2838b-4951-42a8-a3e0-7ee862d8aac/iso-15178-2000>

Tableau 1

Masse de l'échantillon ou de la substance d'étalonnage g	Résolution de la balance mg
> 1	$\leq 0,1$
1 à 0,1	$\leq 0,01$
< 0,1	$\leq 0,001$

5.2 Appareil de mesure, permettant de déterminer la teneur en soufre total d'un échantillon chauffé à une température d'au moins $1\ 150\ ^\circ\text{C}$ et d'en détecter le SO_2 produit.

5.3 Accessoires et consommables.

Accessoires et consommables conformément aux instructions du fabricant.

6 Préparation de l'échantillon

Broyer l'échantillon de telle manière qu'il passe par un tamis de $250\ \mu\text{m}$ et soigneusement l'homogénéiser conformément à l'ISO 11464. Il convient d'analyser la teneur en eau de l'échantillon sur une prise d'essai séparée conformément à l'ISO 11465 afin de rendre des résultats sur la base d'un séchage en étuve.

Au cours du traitement, il convient de veiller à réduire l'éventuelle modification de la teneur en eau du SRM par dessiccation ou absorption de l'humidité atmosphérique. Les matériaux de référence normalisés doivent être utilisés conformément aux informations données dans le certificat d'analyse.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'appareil

Monter l'appareillage conformément aux instructions du fabricant et le régler afin de supprimer toute dérive de sensibilité.

7.2 Étalonnage

Analyser une quantité suffisamment importante d'échantillons ou de substances d'étalonnage (4.2) à teneur en soufre couvrant la gamme des valeurs attendues pour les échantillons inconnus.

Les procédures de contrôle de la qualité largement reconnues pour déterminer le nombre requis d'échantillons d'étalonnage ainsi que la fidélité et la fréquence de l'étalonnage peuvent être employées. Il est fortement recommandé d'effectuer au moins quatre points d'étalonnage.

7.3 Analyse

Dans un creuset, peser une prise d'essai. Choisir la masse de la prise d'essai de telle manière que la teneur en soufre attendue se situe dans la gamme des valeurs couvertes par la courbe d'étalonnage. Si la teneur en soufre est supérieure à la valeur maximale d'étalonnage, répéter l'analyse avec une masse plus petite d'échantillon pour essai.

Faire fonctionner l'appareil conformément aux instructions du fabricant.

8 Calcul et expression des résultats

Calculer la teneur en soufre total, w_{ts} , en grammes par kilogramme, à partir d'un sol séché en étuve conformément à la formule suivante: <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05b2838b-4951-42a8-a3e0-7ee862df8aac/iso-15178-2000>

$$w_{ts} = 0,5005 \left(m_2/m_1 \right) \cdot (100 + w) / 100$$

où

0,5005 est le facteur de conversion de SO₂ en S;

m_1 est la masse de l'échantillon de sol, en grammes;

m_2 est la masse de dioxyde de soufre produit par l'échantillon, en milligrammes;

w est la teneur en eau en pourcentage (fraction massique) du sol séché à l'étuve (voir article 6).

NOTE Les appareils automatiques peuvent donner directement la teneur en soufre, bien que ces données pour un sol séché en étuve puissent nécessiter d'être corrigées.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- une référence à la présente Norme internationale;
- toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- les résultats de la détermination, en grammes de soufre par kilogramme de sol séché en étuve;
- tous les détails opératoires non spécifiés dans la présente Norme internationale, ou considérés comme facultatifs, ainsi que tous les facteurs susceptibles d'avoir affecté les résultats.

Exprimer les résultats à 0,1 g/kg près.

10 Fidélité et comparaison avec d'autres méthodes

10.1 Généralités

La limite de détermination de la présente méthode est estimée à 0,2 g/kg.

La présente méthode dépend étroitement de l'étalonnage de l'équipement. Les teneurs en soufre, en chlore, en fer, etc. des matériaux de référence doivent être aussi proches que possible des échantillons.

10.2 Fidélité

La présente méthode a été testée au cours d'un essai interlaboratoires en 1998. Quatre échantillons de sol ont été analysés par huit laboratoires. Conformément à l'ISO 5725-2:1994, *Exactitude (justesse et fidélité) des résultats et méthodes de mesure — Partie 2: Méthode de base pour la détermination de la répétabilité et de la reproductibilité d'une méthode de mesure normalisée*, les résultats présentés dans le Tableau 2 ont été obtenus.

Tableau 2

Échantillon	Teneur moyenne en soufre g/kg	Conditions de répétabilité		Conditions de reproductibilité	
		s_r	r	s_R	R
1	1,62	0,05	0,13	0,16	0,46
2	0,46	0,10	0,28	0,21	0,58
3	0,25	0,05	0,13	0,10	0,28
4	0,28	0,06	0,18	0,13	0,37

s_r est l'écart-type de répétabilité.
 r est la limite de répétabilité.
 s_R est l'écart-type de reproductibilité.
 R est la limite de reproductibilité.

10.3 Comparaison avec d'autres méthodes

Les échantillons de l'essai interlaboratoires ont été analysés par deux autres méthodes, à savoir par fluorescence radiographique (XRF) et par spectrométrie ICP. La détermination ICP a été réalisée après extraction par acide nitrique concentré. Les résultats obtenus sont présentés dans le Tableau 3.

Tableau 3

Méthode	Échantillon			
	1	2	3	4
Valeur moyenne de l'essai interlaboratoires	1,62	0,46	0,25	0,28
XRF	1,50	0,56	0,27	0,46
ICP	1,52	0,45	0,20	0,32

Annexe A (informative)

Exemples de matériaux de référence normalisés (SRM)

Les matériaux de référence normalisés suivants sont disponibles. La liste n'est pas exhaustive.

a) **US Geological Survey**

— GXR-4 17,7 g/kg de soufre

b) **BCR**

— CRM 101 1,70 g/kg de soufre

c) **Sols provenant du National Institute of Science and Technology, NIST, États-Unis**

— SRM 2710 2,4 g/kg de soufre

— SRM 2711 0,420 g/kg de soufre

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 15178:2000

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/05b2838b-4951-42a8-a3e0-7ee862df8aac/iso-15178-2000>