NORME INTERNATIONALE

ISO 16720

Première édition
2005-03-15

Qualité du sol — Prétraitement des échantillons par lyophilisation pour analyse subséquente

Soil quality — Pretreatment of samples by freeze-drying for subsequent analysis

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16720:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e857bb59-f0a5-4e9f-9927-55b0c04390e2/iso-16720-2005

Numéro de référence
ISO 16720:2005(F)

© ISO 2005

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 16720:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e857bb59-f0a5-4e9f-9927-55b0c04390e2/iso-16720-2005

© ISO 2005

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 du 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.org
Web www.iso.org

Publié 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 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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 du présent document 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.

iTeh STANDARD PREVIEW

L'ISO 16720 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

(standards.iteh.ai)

ISO 16720:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e857bb59-f0a5-4e9f-9927-55b0c04390e2/iso-16720-2005

© ISO 2005 – Tous droits réservés

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16720:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e857bb59-f0a5-4e9f-9927-55b0c04390e2/iso-16720-2005

Qualité du sol — Prétraitement des échantillons par lyophilisation pour analyse subséquente

1 Domaine d'application

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de prétraitement par lyophilisation d'échantillons destinés à être soumis à une analyse ultérieure.

La présente Norme Internationale est applicable à des échantillons de sols qui vont être ensuite soumis à un dosage d'éléments ou de composés organiques reconnus comme étant non volatils dans les conditions de lyophilisation. D'une façon générale, cette Norme Internationale peut aussi être applicable à des échantillons de boues et de sédiments.

Cette méthode peut aussi être utilisée en tant que première étape pour déterminer la teneur en matière sèche (ou en eau), par exemple dans le cas d'échantillons ayant une teneur en eau élevée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 16720:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e8576659-10a5-469f-9927-55b0c04390e2/iso-16720-2005

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 et exigences générales

Avant d'être lyophilisés, les échantillons doivent être refroidis en dessous de leur point eutectique. Ces points sont rarement connus mais la congélation des échantillons en dessous de −40 °C est, en général, suffisante.

Au cours de la lyophilisation, l'eau est éliminée de l'échantillon dans des conditions de vide par transformation directe de la glace en vapeur (sublimation). La vapeur est recueillie dans un condenseur où elle libère son énergie thermique, puis elle retourne à l'état de glace. D'une manière générale, une température inférieure à −50 °C à l'intérieur du condenseur convient pour les applications courantes.

La sublimation nécessite un apport de chaleur pour être réalisée en un temps acceptable. Si les récipients contenant l'échantillon congelé sont reliés à un collecteur externe (voir 5.1.2), l'énergie est fournie par l'atmosphère du laboratoire. Dans le cas d'une chambre de lyophilisation intégrée pourvue d'étagères à température contrôlée (voir 5.1.1), l'énergie est fournie en chauffant les étagères.

Les conditions de vide doivent permettre d'une part, d'atteindre la différence de pression de vapeur nécessaire pour que la sublimation ait lieu et d'autre part, d'éliminer en continu la vapeur d'eau extraite de l'échantillon. Pendant le processus de séchage, la pression à l'intérieur de l'appareil et la température de l'échantillon (des échantillons) doivent être telles que la décongélation de l'échantillon et la perte de tout composé recherché soient évitées. Ce dernier point peut s'avérer difficile à apprécier en raison de la grande variété des niveaux énergétiques des liaisons existant entre les composés considérés et la phase solide. Pour

© ISO 2005 – Tous droits réservés

les composés dont on sait qu'ils sont non volatils, une température finale de l'échantillon comprise entre −20 °C et −25 °C est appropriée. D'autres températures finales peuvent se révéler nécessaires pour les composés plus volatils. Dans tous les cas, l'étape finale doit être la plus courte possible.

Pour que la lyophilisation soit optimale, il est requis que l'échantillon se présente sous la forme d'une couche mince. Quel que soit le récipient contenant l'échantillon, il convient que l'épaisseur de celui-ci ne dépasse pas 2 cm. Si la quantité représentative conduit à une épaisseur supérieure à 2 cm, il est possible d'effectuer plusieurs opérations de séchage.

La quantité d'échantillon traitée dépend de la représentativité de celui-ci, de sa teneur en matière sèche et du nombre de déterminations ultérieures. Les récipients utilisés pour la lyophilisation sont choisis en conséquence.

NOTE Les échantillons de sol font souvent l'objet d'un séchage avant analyse. Dans le cas de sols très humides ou argileux, la technique de la lyophilisation, comparée à un séchage à l'air ou en étuve à une température < 40 °C conformément à l'ISO 11465, a l'avantage d'accélérer le processus de séchage et de fournir un échantillon sec dont il est plus facile de réduire la taille.

4 Interférences

Certaines substances peuvent se volatiliser en cours de lyophilisation et se retrouver en partie dans le condensat ou dans les émissions gazeuses aspirées vers la pompe à vide. Si des composés perdus par volatilisation font partie des paramètres à déterminer ultérieurement, l'incidence sur les résultats d'analyse est directe; dans le cas contraire, les pertes n'affectent que la teneur en matière sèche, d'où un effet généralement négligeable.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

NOTE Par exemple, l'azote ammoniacal est perdu pendant le processus de lyophilisation des boues, l'importance des pertes étant fonction de la teneur en matière sèche. Par conséquent, il faut éviter de doser l'azote ammoniacal après lyophilisation, ceci au moins avec les boues liquides. Toutefois dans ce cas, la teneur en matière sèche n'est pas significativement affectée.

ISO 16720:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e857bb59-f0a5-4e9f-9927-55b0c04300e2/iso-16720-2005

En fin de lyophilisation, les échantillons deviennent pulvérulents et il se peut que les turbulences induites par la pompe à vide emportent des particules solides parmi les plus fines. L'échantillon peut être protégé par une toile métallique.

Il est difficile d'obtenir une siccité totale, objectif qui demande trop de temps notamment lorsque plusieurs échantillons sont traités simultanément. Dans ce cas, un compromis satisfaisant consiste d'abord à rechercher un degré de siccité qui permette juste de manipuler, de broyer et d'homogénéiser les échantillons et ensuite, à déterminer l'humidité résiduelle à partir d'un sous-échantillon.

Si l'eau n'est pas libre, les interactions avec la phase solide sont plus ou moins fortes, ce qui conduit à des teneurs d'humidité résiduelle qui dépendent de la méthode de séchage choisie. Pour effectuer une détermination standard de la teneur en matière sèche ou en eau, un séchage à 105 °C, comme spécifié dans l'ISO 11465, est requis après la lyophilisation.

5 Appareillage

5.1 Appareil de lyophilisation, composé d'un dispositif de séchage (5.1.1 ou 5.1.2) relié à une chambre de condensation (condenseur), d'un système de vide, d'un système de refroidissement et des dispositifs de contrôle appropriés.

5.1.1 Enceinte isolée thermiquement, dotée d'étagères dont la température est contrôlée.

La température des échantillons dont la valeur est mesurée par des sondes insérées dans les échantillons est contrôlée par chauffage ou par refroidissement des étagères pendant la lyophilisation. En général, les échantillons peuvent être congelés directement sur les étagères avant lyophilisation.

© ISO 2005 – Tous droits réservés

5.1.2 Collecteur externe auquel sont reliés les récipients contenant les échantillons congelés (généralement des ballons mais certains appareils permettent l'utilisation de plateaux au lieu de ballons).

L'énergie calorifique est fournie par échange avec l'atmosphère du laboratoire.

5.2 Récipients appropriés destinés à contenir les échantillons à lyophiliser, plateaux ou ballons**,** dont les formes et les dimensions dépendent du type d'appareil choisi ou disponible et des quantités d'échantillon traitées.

5.3 Congélateur pour le refroidissement préalable des échantillons, équipé, si possible, d'un dispositif de congélation par contact, fonctionnant à une température de −35 °C au moins et protégé contre les explosions.

Suivre les instructions du fabricant.

5.4 Appareillage de refroidissement préalable, doté d'un dispositif de rotation et d'un bain de refroidissement contenant de l'éthanol à −40 °C.

Suivre les instructions du fabricant.

5.5 Récipients appropriés, destinés à contenir le matériau lyophilisé, par exemple des flacons en verre brun.

6 Mode opératoire

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

6.1 Refroidissement préalable des échantillons

Transférer une quantité représentative de l'échantillon dans un récipient approprié (5.2). Il convient que l'épaisseur de la couche déposée sur le plateau ne dépasse pas 2 cm. Plusieurs opérations de séchage sont permises si la quantité représentative correspond à plus de 2 cm d'épaisseur.

ISO 16720:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e857bb59-f0a5-4e9f-9927-55b0c04390e2/iso-16720-2005

NOTE Une faible épaisseur améliore fortement le processus de congélation et de séchage.

Transférer le récipient qui contient l'échantillon dans le congélateur (5.3) ou dans l'enceinte de séchage (5.1.1) en veillant à le positionner à l'horizontale. Si nécessaire, enfoncer une sonde de température dans l'échantillon (voir 5.1.1). Suivre les instructions du fabricant de l'appareil de lyophilisation. Si l'appareil est utilisé avec des ballons (5.1.2), l'épaisseur de la couche sur la paroi du ballon doit être aussi fine que possible et l'usage d'un dispositif de rotation (5.4) est recommandé.

S'il est nécessaire de déterminer la teneur en matière sèche, peser le récipient à vide et noter sa masse (m_1). Puis, peser le récipient contenant l'échantillon et noter sa masse (m_2) (voir 6.5).

6.2 Lyophilisation

Avec le dispositif 5.1.1, refroidir l'enceinte de séchage (si elle n'a pas déjà été refroidie lors de l'étape préalable de refroidissement de l'échantillon).

Refroidir le condenseur conformément aux instructions du constructeur.

En cas d'utilisation de l'appareil 5.1.1, poser le (les) plateau(x) contenant l'échantillon congelé (ou les échantillons congelés) sur l'étagère (ou les étagères) de l'enceinte de séchage. Si nécessaire, raccorder les sondes de température. Fermer la porte de la chambre hermétiquement. Démarrer le chauffage et la régulation de température des étagères conformément aux instructions du fabricant de façon à ce que l'échantillon ne se décongèle pas.

En cas d'utilisation de l'appareil 5.1.2, raccorder le ou les ballons au collecteur. Faire démarrer la pompe à vide et attendre que le vide se stabilise et que la pression s'établisse entre 37 Pa et 63 Pa de telle sorte que l'échantillon (ou les échantillons) ne puissent pas se décongeler.

© ISO 2005 – Tous droits réservés

NOTE Une pression de 37 Pa équivaut à une température de congélation d'environ −30 °C. Une pression de 63 Pa équivaut à une température de congélation d'environ −25 °C.

6.3 Fin du processus de séchage

La détection de la fin du processus de séchage est un point essentiel. En outre, le traitement de plusieurs échantillons différents en une seule fois accroît la difficulté.

On peut observer la fin du processus en se servant des paramètres suivants:

— les instructions spécifiques du fabricant;

— l'élévation de la pression est à une valeur minimale et aucun autre changement n'intervient ensuite;

NOTE Comparé au système à vide, la pression ne s'élève pas après sublimation de la totalité de la glace.

— la température finale du condenseur se rapproche de sa valeur minimale et demeure constante (en l'espace de deux heures, par exemple);

— la température du produit sec commence à atteindre la température ambiante (5.1.2) ou atteint la température maximale choisie pour les étagères (5.1.1) (voir Article 3).

Au terme de la lyophilisation, ouvrir avec précaution la vanne appropriée pour mettre l'étuve à la pression atmosphérique, arrêter la pompe à vide et le système de refroidissement du condenseur.

6.4 Traitement et manipulation de l'échantillon déshydraté

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Étant donné la tendance des échantillons lyophilisés à produire des particules de poussière, des précautions d'hygiène doivent être prises lors de la préparation de l'échantillon.

Si l'on doit déterminer la teneur en matière sèche, peser le récipient contenant l'échantillon sec et noter la masse (m_3) (voir 6.5).

ISO 16720:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e857bb59-f0a5-4e9f-9927-
55b0e04290b2/iso-16720-2005

Pour doser les substances inorganiques, préparer l'échantillon avant analyse conformément à l'ISO 11464. Pour doser les substances organiques, tamiser l'échantillon à 2 mm.

En vue du traitement analytique ultérieur, transférer l'échantillon préparé dans un récipient (5.5).

Suivant le degré de siccité, l'échantillon déshydraté peut être hygroscopique et absorber l'humidité atmosphérique. Si tel est le cas, des précautions particulières doivent être prises car la teneur en humidité résiduelle juste après la lyophilisation (m_3) peut être significativement différente de la teneur en humidité après broyage et tamisage de l'échantillon. Après avoir pesé l'échantillon lyophilisé, prélever un sous-échantillon représentatif en vue de déterminer sa teneur en eau résiduelle conformément à l'ISO 11465. Répéter cette détermination sur l'échantillon préparé, noter la différence entre les deux valeurs et, si nécessaire, en tenir compte dans l'expression des résultats des analyses par rapport à l'échantillon déshydraté ou frais.

6.5 Détermination de la teneur en matière sèche

L'échantillon obtenu après lyophilisation doit être considéré comme un échantillon partiellement déshydraté.

La teneur en matière sèche de l'échantillon «partiellement déshydraté» (w_{pd}) est calculée à l'aide de l'Équation 1:

$$w_{pd} = \frac{(m_3 - m_1) \times f}{(m_2 - m_1)} \quad (1)$$

où

w_{pd} est la teneur en matière «partiellement déshydratée», en pourcentage (fraction massique);

m_1 est la masse du conteneur vide, en grammes;

© ISO 2005 – Tous droits réservés

m_2 est la masse du conteneur avec l'échantillon non séché, en grammes;

m_3 est la masse du conteneur avec l'échantillon séché, en grammes;

f est le facteur de calcul; f = 100 %.

Pour exprimer le résultat par rapport à un échantillon séché à 105 °C, la teneur en humidité résiduelle (w_r) doit être déterminée sur l'échantillon préparé (6.4) conformément à l'ISO 11465. La teneur en matière sèche (w_{dm}) est alors calculée à l'aide de l'Équation 2:

$$w_{dm} = \frac{(m_3 - m_1) \times f}{(m_2 - m_1)} \times \frac{f}{w_r + f} \quad (2)$$

où

w_{dm} est la teneur en matière sèche, en pourcentage;

w_r est la teneur en humidité résiduelle, en pourcentage.

Si l'on soupçonne qu'il se produira une reprise d'humidité, appliquer le mode opératoire indiqué en 6.4.

7 Rapport d'essai

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Le rapport d'essai peut être préparé en même temps que le dosage correspondant ou séparément et il doit contenir au moins les informations suivantes:

a) une référence à la présente Norme internationale (ISO 16720:2005);

ISO 16720:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e857bb59-f0a5-4e9f-9927-55b0c04390e2/iso-16720-2005

b) l'identification complète de l'échantillon;

c) des détails concernant tout autre traitement préalable éventuellement subi par l'échantillon;

d) tout détail non spécifié dans la présente Norme internationale ou facultatif, ainsi que tout facteur ayant pu influer sur les résultats.

© ISO 2005 – Tous droits réservés