
**Qualité du sol — Prétraitement des
échantillons pour la détermination des
contaminants organiques**

*Soil quality — Pretreatment of samples for determination of organic
contaminants*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14507:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ecef340-bb55-46de-b994-9e4e76310d53/iso-14507-2003>



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 14507:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ecef340-bb55-46de-b994-9e4e76310d53/iso-14507-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ecef340-bb55-46de-b994-9e4e76310d53/iso-14507-2003>

© ISO 2003

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

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
4.1 Échantillonnage	2
4.2 Composés volatils	2
4.3 Composés peu volatils	2
5 Réactifs	3
6 Appareillage	3
7 Conservation	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Généralités	4
8.2 Composés volatils (point d'ébullition < 300 °C)	5
8.3 Composés peu volatils (point d'ébullition > 300 °C) — Broyage nécessaire	5
8.4 Composés organiques peu volatils (point d'ébullition > 300 °C) — Broyage impossible ou inutile	8
8.5 Essais à blanc	8
9 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Informations concernant la pression de vapeur, les points d'ébullition et de fusion des composés organiques volatils	10
Annexe B (informative) Validation	13
Bibliographie	15

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.

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/du présent 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.

L'ISO 14507 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

ITEH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 14507:2003
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ecef340-bb55-46de-b994-9e4e76310d53/iso-14507-2003>

Introduction

Les caractéristiques des micropolluants organiques peuvent présenter des différences importantes en fonction de leur espèce chimique:

- leur gamme de volatilité peut aller des composants non volatils aux composants très volatils (pression de vapeur faible à élevée);
- ils peuvent être labiles ou réactifs à température ambiante comme à des températures élevées;
- ils peuvent être biodégradables ou dégradables aux U.V.;
- leur solubilité dans l'eau peut être extrêmement variable;
- ils nécessitent différentes méthodes d'analyse.

Ces différences font qu'il n'est pas possible de proposer une méthode générale de prétraitement. Le but d'une méthode de prétraitement est de préparer un échantillon pour essai dont le contaminant a une concentration identique à celle du sol d'origine, à condition, toutefois, que cette méthode ne modifie pas l'espèce chimique à analyser. Par exemple, si l'échantillon contient uniquement des petites particules et que le contaminant est réparti de façon homogène, il n'est pas nécessaire de broyer l'échantillon. Dans la présente Norme internationale, la taille de 2 mm est utilisée pour faire la distinction entre petites et grosses particules de sol.

La compatibilité entre les aspects suivants est importante:

- la diversité du sol; <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ecef340-bb55-46de-b994-9e4e76310d53/iso-14507-2003>
- le but de l'analyse (y compris sa précision);
- la nature de l'espèce chimique à analyser.

La répartition granulométrique de l'échantillon par rapport à la masse d'échantillon prélevée pour l'analyse est importante pour le prétraitement. Pour l'analyse des contaminants organiques, la masse prélevée pour analyse est d'environ 20 g dans la plupart des cas.

Avec cette masse d'échantillon et à condition que la répartition du contaminant soit homogène et que la taille des particules soit inférieure à 2 mm environ dans l'échantillon, il n'est pas nécessaire de procéder à un nouveau broyage de l'échantillon. Si l'échantillon contient de grosses particules ou si la répartition du contaminant est hétérogène (comme c'est le cas, par exemple, avec les particules de goudron), il est impossible de prélever un échantillon pour essai représentatif de 20 g environ sans broyer l'échantillon. Pour améliorer l'homogénéité, les échantillons sont broyés à moins de 1 mm. Avant l'analyse, on ne dispose très souvent d'aucune information sur la répartition du contaminant dans le sol.

Certaines méthodes d'analyse démarrent avec un échantillon brut prélevé sur le terrain. Le séchage de l'échantillon donnera des résultats d'extraction inférieurs. Si l'échantillon n'est pas séché, le broyage est impossible.

Dans une situation nécessitant des résultats précis, il convient d'utiliser la meilleure méthode de prétraitement disponible. Le prétraitement le plus simple peut répondre aux besoins si les analyses ont pour objectif de contrôler le dépassement de certaines limites et si l'on sait déjà que le sol est fortement pollué. Dans ce cas, le résultat ne peut pas être présenté comme une valeur représentative de la totalité de l'échantillon.

Le choix dépend avant tout de la volatilité des composés organiques soumis à l'analyse. Il dépend également de la répartition granulométrique du sol, de l'hétérogénéité de l'échantillon et de la méthode d'analyse qui suit.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 14507:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ecef340-bb55-46de-b994-9e4e76310d53/iso-14507-2003>

Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour la détermination des contaminants organiques

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie trois méthodes de prétraitement des échantillons de sol en laboratoire avant détermination des contaminants organiques:

- une méthode de prétraitement s'il faut mesurer des composés organiques volatils;
- une méthode de prétraitement s'il faut mesurer des composés organiques peu volatils à non volatils, si le résultat de l'analyse ultérieure doit être précis et reproductible et si l'échantillon contient des particules de taille supérieure à 2 mm et/ou le contaminant est réparti de manière hétérogène;
- une méthode de prétraitement s'il faut mesurer des composés organiques non volatils et si la méthode d'extraction prescrit un échantillon brut prélevé sur le terrain ou encore si les particules les plus grosses de l'échantillon sont inférieures à 2 mm et que le contaminant est réparti de manière homogène. Cette méthode peut également être utilisée si une précision et une répétabilité réduites sont acceptables.

La méthode de prétraitement décrite dans la présente Norme internationale est associée à une méthode d'extraction dans laquelle le contaminant est disponible pour le liquide d'extraction.

NOTE Pour le prétraitement des échantillons de sol en vue de déterminer les composés inorganiques non volatils et les caractéristiques physico-chimiques du sol, se reporter à l'ISO 11464.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ecef340-bb55-46de-b994-9e4e76310d53/iso-14507-2003>

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 10381-1, *Qualité du sol — Échantillonnage — Partie 1: Lignes directrices pour l'établissement des programmes d'échantillonnage*

ISO 11074-2, *Qualité du sol — Vocabulaire — Partie 2: Termes et définitions relatifs à l'échantillonnage*

ISO 11465:1993, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 11074-2 ainsi que les suivants s'appliquent.

3.1

composé volatil

composé organique ayant un point d'ébullition inférieur à 300 °C (pour une pression de 101 kPa)

NOTE 1 Il englobe les hydrocarbures volatils aromatiques et halogénés déterminés conformément à l'ISO 15009. Certains mono- et dichlorophénols, par exemple, et le naphthalène appartiennent également à ce groupe.

NOTE 2 La sélection des catégories de composés volatils et peu volatils peut être liée en principe à la pression de vapeur. Toutefois, la pression de vapeur d'un petit nombre seulement de composés étant connue et étant donné la relation entre pression de vapeur et point d'ébullition, cette dernière caractéristique a été choisie comme critère de distinction. Voir Annexe A.

3.2

composé peu volatil

composé organique ayant un point d'ébullition supérieur à 300 °C (pour une pression de 101 kPa)

NOTE 1 Cette définition comprend:

- a) les huiles minérales (voir l'ISO/TR 11046);
- b) les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) (voir l'ISO 13877);
- c) les polychlorobiphényles (voir l'ISO 10382);
- d) les pesticides organo-chlorés (voir l'ISO 10382).

NOTE 2 L'ISO/TR 11046 définit les huiles minérales comme étant le groupe des hydrocarbures dont les temps de rétention en chromatographie se situent entre ceux du n-décane ($C_{10}H_{22}$) et ceux du n-tétracontane ($C_{40}H_{82}$). La limite des composés volatils se situant dans la présente Norme internationale à un point d'ébullition de 300 °C [approximativement l'hexadécane (C_{16})], cela signifie qu'il convient de considérer les huiles minérales, comme composés volatils, car une partie des composés à déterminer ont des points d'ébullition entrant dans la plage définie pour la classification des composés volatils. Toutefois, il a été décidé, pour des raisons pratiques, qu'il convient de prescrire le prétraitement des composés peu volatils en vue du dosage des huiles minérales. Le concassage cryogénique entraîne une amélioration du rendement d'extraction pour les composés dont le point d'ébullition est supérieur à 300 °C. Les pertes éventuelles pour les hydrocarbures à point d'ébullition inférieur (C_{10} à C_{16}) sont supposées faibles du fait de l'effet de rétention des hydrocarbures à point d'ébullition élevé présents dans les huiles minérales et compensées par le rendement d'extraction plus élevé des autres hydrocarbures présents. Le rendement total servant à déterminer l'huile minérale comme paramètre de groupe, on suppose que le prétraitement utilisant la méthode applicable aux composés peu volatils donne actuellement les meilleurs résultats.

ISO 14507:2003

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ecef340-bb55-46de-b994-9e4e76310d53/iso-14507-2003>

4 Principe

4.1 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué selon l'ISO 10381-1. Une fois prélevés, les échantillons doivent être conservés au froid et traités dès que possible. La méthode de prétraitement dépend de la volatilité du (des) composé(s) organique(s) ou du (des) groupe(s) de composés organiques à déterminer.

Lors du prélèvement d'un sous-échantillon, il convient de retirer la quantité de sol du récipient pour échantillon de manière que cette quantité:

- a) soit un sous-échantillon de la profondeur totale de l'échantillon; et
- b) puisse être prélevée rapidement.

4.2 Composés volatils

Pour la détermination des composés organiques volatils, les carottes pour essai sont prélevées sur l'échantillon et extraites selon la méthode d'analyse spécifique. S'il faut des échantillons composites, des extraits d'échantillons individuels sont mélangés. Il est impossible d'obtenir des échantillons composites sans pertes sévères en produits volatils. La méthode est décrite en 8.2.

4.3 Composés peu volatils

Les échantillons font l'objet d'un séchage chimique à basse température (– 196 °C, azote liquide). Les échantillons séchés sont refroidis à l'azote liquide et broyés à l'aide d'un broyeur à fléaux muni d'un tamis de

1 mm (concassage cryogénique). Après broyage, des prises d'essai appropriées sont traitées selon les méthodes d'analyse spécifiques. Des échantillons composites peuvent être préparés en mélangeant les échantillons broyés. Cette méthode est décrite en 8.3.

Si la méthode d'extraction prescrit un échantillon brut prélevé sur le terrain, le séchage et le broyage ne sont pas possibles.

Si les échantillons d'origine ne contiennent qu'une petite fraction de particules de plus de 2 mm et si la répartition des contaminants est normalement homogène, on peut renoncer au broyage. Dans ces deux cas, des prises d'essai appropriées sont prélevées directement après broyage de l'échantillon. Cette méthode est décrite en 8.4.

NOTE 1 On utilise les points d'ébullition au lieu de la pression de vapeur à température ambiante pour distinguer les composés organiques volatils des composés organiques peu volatils. L'explication est donnée en Annexe A qui indique également les points d'ébullition et la pression de vapeur des composés régulièrement déterminés lors des investigations de sol.

NOTE 2 Pour certains composés spécifiques du groupe des composés organiques peu volatils, la lyophilisation peut donner de bons résultats. La lyophilisation n'est pas décrite dans la présente Norme internationale.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue. Vérifier les échantillons de chaque lot de réactifs pour déterminer la présence de composés contaminants.

5.1 Sulfate de sodium anhydre.

Traiter le sulfate de sodium pendant au moins 6 h à 550 °C environ pour retirer l'eau de cristallisation et les matières organiques. Après chauffage, le laisser refroidir dans un dessiccateur et le conserver dans un récipient fermé.

5.2 Silicate de magnésium (poudre de talc).

5.3 Sable ou gravier.

Avant utilisation, laver le sable ou le gravier au moins deux fois avec une quantité équivalente (même masse) d'eau déminéralisée, puis le chauffer pendant 6 h à 550 °C environ, afin de retirer les matières organiques.

5.4 Azote liquide.

Pour les précautions de sécurité, voir les avertissements en 8.3.2.

6 Appareillage

Verrerie et matériel courants de laboratoire et en particulier:

6.1 Fioles en verre, d'un volume compris entre 750 ml et 1 000 ml, à large col et couvercle vissé, avec joint à face en polytétrafluoréthylène (PTFE).

6.2 Récipients en polyéthylène, d'un volume compris entre 750 ml et 1 000 ml, à large col et couvercle vissé. Ne pas utiliser de récipients plus grands afin d'éviter de créer un espace de tête important.

6.3 Réfrigérateur, pouvant maintenir une température inférieure à 10 °C.

6.4 Vase(s) de Dewar, capable(s) de contenir au moins un récipient en polyéthylène de 750 ml environ.

6.5 Broyeur à fléaux, muni d'un tamis ayant une ouverture de maille de 1 mm et d'accessoires. Le broyeur à fléaux utilisé dans la plupart des laboratoires de sol convient pour moudre des échantillons de sol refroidis à l'azote liquide.

6.6 Gants, convenant pour travailler à basses températures.

6.7 Étuve, convenant pour chauffer à 550 °C environ.

6.8 Carotteuse ou instrument analogue, par exemple un évidoir à pomme. Différents instruments peuvent être utilisés en fonction du type de sol (sable, argile).

7 Conservation

Ne pas conserver les échantillons mais les analyser dès que possible. Entre le prélèvement sur le terrain et l'analyse, entreposer les échantillons à une température inférieure à 10 °C, si possible dans un réfrigérateur (6.3). La durée de stockage maximum d'un échantillon conservé dans l'obscurité à une température inférieure à 10 °C dépend du ou des paramètres à déterminer; toutefois, elle peut également dépendre du matériau utilisé pour le récipient. Les normes d'analyses spécifiques peuvent fournir de plus amples détails.

La durée de stockage dépend aussi des possibilités de volatilisation et de dégradation biologique. Si ces processus sont susceptibles de se produire, il convient alors de ne pas dépasser quatre jours de stockage. En cas d'absence de volatilisation, de composés faiblement biodégradables et d'un sol moins actif, des durées de stockage plus longues sont possibles.

Si l'on peut s'attendre à une décomposition microbienne rapide des composés à déterminer, il convient de prétraiter l'échantillon dès réception au laboratoire. Pour le groupe des composés organiques volatils en particulier, il est préférable que la durée de conservation soit aussi brève que possible et que l'analyse soit effectuée dès que possible, par exemple au bout de 1 jour ou 2 jours.

NOTE Les échantillons séchés, chimiquement et broyés, sont généralement stables plus longtemps s'ils sont conservés au froid et dans l'obscurité. La congélation des échantillons pourrait prolonger la durée de stockage utile.

8 Mode opératoire

8.1 Généralités

La méthode de prétraitement dépend de la volatilité de la ou des substances ou du ou des groupes de substances à déterminer. On distingue ici deux catégories:

- a) Composés organiques volatils: point d'ébullition < 300 °C.
- b) Composés organiques peu volatils: point d'ébullition > 300 °C:
 - 1) broyage nécessaire;
 - 2) broyage impossible ou inutile.

La méthode concernant les composés organiques volatils est décrite en 8.2.

La méthode applicable aux composés organiques peu volatils et comportant un broyage est décrite en 8.3. Si le broyage est inutile ou si le résultat exigé est uniquement qualitatif, la méthode décrite en 8.4 est utilisée.

Si les méthodes de prétraitement diffèrent pour les divers paramètres à déterminer, diviser l'échantillon avant prétraitement en sous-échantillons aussi importants que possible.

Si l'on doit déterminer simultanément les composés organiques volatils ainsi que d'autres paramètres sur un même échantillon, il est indispensable de prélever un échantillon séparé sur le terrain pour les composés volatils conformément à la Norme internationale appropriée.

Pour les besoins du calcul de la teneur en composés organiques volatils et peu volatils à partir d'une matière sèche, la teneur en matière sèche doit être déterminée conformément à l'ISO 11465 sur un sous-échantillon de l'échantillon d'origine (brut).

8.2 Composés volatils (point d'ébullition < 300 °C)

8.2.1 Généralités

Il n'est effectué aucun prétraitement des échantillons sur lesquels il faut analyser les composés volatils. Prélever les échantillons pour essai dès que possible pour éviter les pertes.

Les échantillons pour essai peuvent être prélevés et extraits sur le terrain. Il convient de prendre des précautions pour éviter toute contamination du liquide d'extraction. Il convient de vérifier ce point en utilisant des blancs prélevés sur le terrain et soumis aux mêmes méthodes que les échantillons. Sinon, il convient de recouvrir l'échantillon de solution d'extraction, de fermer hermétiquement le récipient et de le transporter au froid jusqu'au laboratoire afin de procéder à l'extraction.

8.2.2 Échantillons individuels

Conserver les échantillons dans le réfrigérateur (6.3) avant traitement. À l'aide d'une carotteuse (6.8), prélever une ou plusieurs carottes de sol dans le récipient de manière à ce que la masse combinée des carottes corresponde à la taille requise de l'échantillon pour essai (voir Article 2 et la Bibliographie pour les Normes internationales correspondantes). (standards.iteh.ai)

En cas de prélèvement d'un plus grand nombre de carottes de sol et/ou de prélèvement d'un plus grand nombre d'échantillons pour essai dans le même récipient, prélever si possible les carottes en différents points du récipient. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0ecef340-bb55-46de-b994-9e4e76310d53/iso-14507-2003>

8.2.3 Échantillons composites

Il n'est pas possible de constituer des échantillons composites pour l'analyse de composés organiques volatils. Si la méthode d'analyse fait intervenir un extrait liquide, un extrait composite peut être préparé en mélangeant des volumes équivalents d'extraits des différents échantillons.

8.3 Composés peu volatils (point d'ébullition > 300 °C) — Broyage nécessaire

8.3.1 Généralités

Retirer tous les éléments qui ne sont pas représentatifs du sol, par exemple tous les éléments métalliques visibles.

Le rapport d'analyse doit comporter une note à cet effet.

8.3.2 Échantillons individuels

8.3.2.1 Séchage chimique

Pour chaque échantillon à analyser, ajouter environ 200 g de sulfate de sodium (5.1) et environ 50 g de silicate de magnésium (5.2) dans une fiole en verre (6.1). Déterminer la masse totale de ces substances avec une précision de 0,1 g. Après avoir hermétiquement fermé la fiole, agiter les deux substances pour les mélanger et refroidir à une température inférieure à 10 °C.