
**Qualité du sol — Dosage des nitrates,
des nitrites et de l'ammonium dans les
sols bruts par extraction au moyen d'une
solution de chlorure de potassium —**

Partie 1:

Méthode manuelle

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

*Soil quality — Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field-
moist soils by extraction with potassium chloride solution —*

ISO/TS 14256-1:2003
Part 1: Manual method

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a18d0916-c164-428b-b106-6207f1ce9c17/iso-ts-14256-1-2003>



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/TS 14256-1:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af8d0916-c164-428b-b106-6207f1ce9c17/iso-ts-14256-1-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af8d0916-c164-428b-b106-6207f1ce9c17/iso-ts-14256-1-2003>

© 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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Manipulation des échantillons de sol	1
5 Échantillon pour laboratoire	2
6 Mode opératoire	2
6.1 Extraction	2
6.2 Dosage cumulé des nitrates et des nitrites	3
6.3 Dosage des nitrites	9
6.4 Dosage de l'ammonium	11
7 Rapport d'essai	13
Bibliographie	14

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 14256-1:2003](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af8d0916-c164-428b-b106-6207f1ce9c17/iso-ts-14256-1-2003)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af8d0916-c164-428b-b106-6207f1ce9c17/iso-ts-14256-1-2003>

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.

Dans d'autres circonstances, en particulier lorsqu'il existe une demande urgente du marché, un comité technique peut décider de publier d'autres types de documents normatifs:

- une Spécification publiquement disponible ISO (ISO/PAS) représente un accord entre les experts dans un groupe de travail ISO et est acceptée pour publication si elle est approuvée par plus de 50 % des membres votants du comité dont relève le groupe de travail;
- une Spécification technique ISO (ISO/TS) représente un accord entre les membres d'un comité technique et est acceptée pour publication si elle est approuvée par 2/3 des membres votants du comité.

Une ISO/PAS ou ISO/TS fait l'objet d'un examen après trois ans afin de décider si elle est confirmée pour trois nouvelles années, révisée pour devenir une Norme internationale, ou annulée. Lorsqu'une ISO/PAS ou ISO/TS a été confirmée, elle fait l'objet d'un nouvel examen après trois ans qui décidera soit de sa transformation en Norme internationale soit de son annulation.

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.

L'ISO/TS 14256-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

L'ISO/TS 14256 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité du sol — Dosage des nitrates, des nitrites et de l'ammonium dans les sols bruts par extraction au moyen d'une solution de chlorure de potassium*:

- *Partie 1: Méthode manuelle*
- *Partie 2: Méthode automatisée*

Qualité du sol — Dosage des nitrates, des nitrites et de l'ammonium dans les sols bruts par extraction au moyen d'une solution de chlorure de potassium —

Partie 1: Méthode manuelle

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 14256 décrit une méthode permettant de doser les nitrates, les nitrites et l'ammonium dans un extrait d'échantillons de sol brut par du chlorure de potassium à 1 mol/l.

La présente partie de l'ISO 14256 est applicable à tous les types de sols homogénéisés à l'aide de méthodes appropriées.

iTeh STANDARD PREVIEW

2 Références normatives (standards.iteh.ai)

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 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

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

ISO 14256-2, *Qualité du sol — Dosage des nitrates, des nitrites et de l'ammonium dans les sols bruts par extraction au moyen d'une solution de chlorure de potassium — Partie 2: Méthode automatisée*

3 Principe

Les échantillons de sol homogénéisés sont extraits au moyen d'une solution de chlorure de potassium à 1 mol/l. Les concentrations des composés minéraux de l'azote, à savoir les nitrates, les nitrites et l'ammonium, sont déterminées dans les extraits par des méthodes spectrophotométriques.

4 Manipulation des échantillons de sol

Les échantillons doivent être protégés contre tout réchauffement au cours de l'échantillonnage.

Le transport au laboratoire doit être organisé de sorte qu'il ne se produise pas de réchauffement. Il est recommandé d'utiliser une glacière, en particulier à la fin du printemps et en été.

Si les échantillons sont analysés dans les trois jours, il suffit de les maintenir à 4 °C. Sinon, il convient de les stocker à -20 °C (congelés), ce qui permet de les conserver plusieurs semaines sans modification significative de leur teneur en azote minéral.

Lorsque la teneur en azote minéral est déterminée sur des échantillons de sol congelés, la température et la durée du processus de décongélation doivent être contrôlées. Les échantillons peuvent être décongelés à la température ambiante s'ils sont homogénéisés et extraits dans les 4 h qui suivent le début de la décongélation. Une décongélation à 4 °C est également possible, mais il convient qu'elle ne dure pas plus de 48 h.

Le laps de temps nécessaire à la décongélation dépend dans une large mesure de la taille de l'échantillon. Il est recommandé de prélever un échantillon pas plus grand que nécessaire avant de le congeler.

5 Échantillon pour laboratoire

L'échantillon pour laboratoire est obtenu par homogénéisation de l'échantillon de sol initial ou d'un échantillon de sol congelé, puis décongelé. L'homogénéisation peut être réalisée en mélangeant intimement la totalité de l'échantillon de sol à la main ou par voie mécanique, à l'aide d'un dispositif approprié garantissant que les agrégats de sol sont divisés en particules de moins de 5 mm de diamètre.

Porter des gants en caoutchouc en cas de mélange du sol à la main.

Utiliser une partie de l'échantillon pour laboratoire pour déterminer sa teneur en eau conformément à l'ISO 11465.

Si les échantillons de sol ne peuvent pas être analysés dans les délais indiqués ci-dessus pour les échantillons de sol frais, et doivent par conséquent être congelés, il est recommandé de les homogénéiser avant congélation et de ne congeler que la quantité de sol nécessaire à l'analyse (voir Article 4).

ISO/TS 14256-1:2003

6 Mode opératoire <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af8d0916-c164-428b-b106-6207f1ce9c17/iso-ts-14256-1-2003>

6.1 Extraction

6.1.1 Principe

Le sol brut est extrait au moyen d'une solution de chlorure de potassium à 1 mol/l, dans un rapport de 1:5 (concentration massique) à une température de 20 °C ± 2 °C. Au bout de 1 h d'extraction, la solution est centrifugée en vue du dosage des composés minéraux de l'azote sur la solution surnageante.

Dans d'autres conditions climatiques, une autre température constante peut être choisie. Il convient de mentionner la température d'extraction utilisée dans le rapport d'essai.

NOTE 1 L'extraction est réalisée à une température quasi constante de 20 °C ± 2 °C car la quantité d'azote ammoniacal extractible est affectée par la température au cours de l'extraction.^[1]

La centrifugation est préférable car la plupart des papiers-filtres absorbent l'ammonium ou peuvent subir une contamination. Lors de la filtration des extraits, il convient de conserver les papiers-filtres dans un dessiccateur pendant au moins une semaine, au-dessus d'une certaine quantité d'acide sulfurique concentré ou d'un agent desséchant contenant de l'acide sulfurique. Les 20 ml de filtrat obtenus en premier doivent être mis au rebut.

Un autre moyen d'obtenir des solutions claires de surnageant consiste à laisser le sol reposer pendant 4 h à une température ne dépassant pas 4 °C.

6.1.2 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

6.1.2.1 Eau, d'une conductivité spécifique n'excédant pas 0,2 mS/m à 25 °C (eau de qualité 2 conformément à l'ISO 3696).

6.1.2.2 Solution de chlorure de potassium, $c(\text{KCl}) = 1 \text{ mol/l}$.

Dissoudre 74,55 g de chlorure de potassium (KCl) dans de l'eau (6.1.2.1). Compléter à 1 l avec de l'eau.

6.1.3 Appareillage

6.1.3.1 Balances, d'une exactitude de 0,1 g et de 0,001 g, respectivement.

6.1.3.2 Flacons en polyéthylène, d'un volume nominal de 500 ml, avec bouchon à vis, ou tous autres récipients appropriés qui n'absorbent pas les nitrites ou l'ammonium et qui ne les relarguent pas non plus dans la solution.

6.1.3.3 Agitateur rotatif avec retournement, fréquence de 40 min⁻¹.

6.1.3.4 Centrifugeuse, pouvant contenir des tubes d'un volume nominal de 100 ml.

6.1.3.5 Tubes à centrifuger, en polyéthylène, d'un volume nominal de 100 ml.

6.1.3.6 Fioles coniques en verre, d'un volume nominal de 100 ml.

6.1.4 Mode opératoire

Peser 40,0 g de l'échantillon pour laboratoire dans un flacon (6.1.3.2). Ajouter 200 ml de solution de chlorure de potassium (6.1.2.2) à une température de 20 °C. Agiter mécaniquement (6.1.3.3) pendant 1 h à 20 °C ± 2 °C. Transvaser environ 60 ml de la suspension d'extrait dans les tubes à centrifuger (6.1.3.5) et centrifuger (6.1.3.4) pendant 10 min à environ 3 000 g. Transvaser la solution surnageante dans les fioles en verre (6.1.3.6) et mesurer la teneur en nitrates, en nitrites et en ammonium conformément aux modes opératoires décrits ci-après (6.2, 6.3 et 6.4, respectivement) en utilisant les parties aliquotes correspondantes.

Effectuer également un essai à blanc en ajoutant uniquement la solution de chlorure de potassium (6.1.2.2) dans le flacon en polyéthylène (6.1.3.2).

Il convient de procéder immédiatement au mesurage des fractions d'azote correspondantes, mais au plus tard un jour après l'extraction. Si cela n'est pas possible, il est recommandé de stocker les extraits au réfrigérateur à une température ne dépassant pas 4 °C, pendant une semaine au plus.

NOTE Les méthodes manuelles qui suivent peuvent être remplacées par une analyse en flux continu. Voir à ce sujet l'ISO 14256-2.

6.2 Dosage cumulé des nitrates et des nitrites

6.2.1 Principe

Les nitrates présents dans l'extrait de sol sont réduits en nitrites par passage de l'extrait dans une colonne de réduction contenant une poudre de cadmium au cuivre. Les nitrites initialement présents dans le sol, ainsi que ceux produits par réduction, forment un composé diazoïque en milieu acide après ajout de sulfanilamide et de chlorure de *N*-(1-naphtyl)éthylènediamine dihydraté (réactif de Griess-Ilosvay). Leur absorbance est mesurée à une longueur d'onde de 543 nm.

Dans des conditions aérobies, la teneur en nitrites des sols est négligeable. Dans ce cas, il n'est pas nécessaire de doser les nitrites et la méthode indique alors directement la teneur en nitrates.

6.2.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et, en particulier, ce qui suit.

6.2.2.1 Colonne de réduction, conformément à la Figure 1.

6.2.2.2 Spectromètre, adapté aux mesurages à une longueur d'onde de 543 nm et équipé de cuves de trajet optique de 10 mm.

6.2.2.3 Laine, propre et résistant aux produits chimiques, exempte d'azote, par exemple coton brut.

6.2.2.4 pH-mètre à électrode en verre et électrode de référence ou à électrode combinée de performance équivalente.

6.2.3 Réactifs

6.2.3.1 Eau, d'une conductivité spécifique n'excédant pas 0,2 mS/m à 25 °C (eau de qualité 2 conformément à l'ISO 3696).

6.2.3.2 Nitrate de sodium (NaNO_3).

6.2.3.2.1 Solution mère de nitrate, $\rho(\text{NO}_3\text{-N}) = 600 \text{ mg/l}$.

Dissoudre 3,641 g de nitrate de sodium (6.2.3.2) dans de l'eau et compléter à 1 l avec de l'eau.

Cette solution est stable pendant 6 mois lorsqu'elle est conservée à 4 °C dans des flacons en verre à l'abri de la lumière.

6.2.3.2.2 Solution étalon de nitrate, $\rho(\text{NO}_3\text{-N}) = 6 \text{ mg/l}$.

Verser à la pipette 10 ml de solution mère (6.2.3.2.1) dans une fiole jaugée de 1 l et compléter au trait repère avec de l'eau. Il convient de préparer cette solution chaque jour.

6.2.3.3 Nitrite de sodium (NaNO_2).

6.2.3.3.1 Solution mère de nitrite, $\rho(\text{NO}_2\text{-N}) = 600 \text{ mg/l}$.

Dissoudre 2,958 g de nitrite de sodium (6.2.3.3) dans de l'eau et compléter à 1 l avec de l'eau.

Cette solution est stable pendant 6 mois lorsqu'elle est conservée à 4 °C dans des flacons en verre à l'abri de la lumière.

6.2.3.3.2 Solution étalon de nitrite, $\rho(\text{NO}_2\text{-N}) = 6 \text{ mg/l}$.

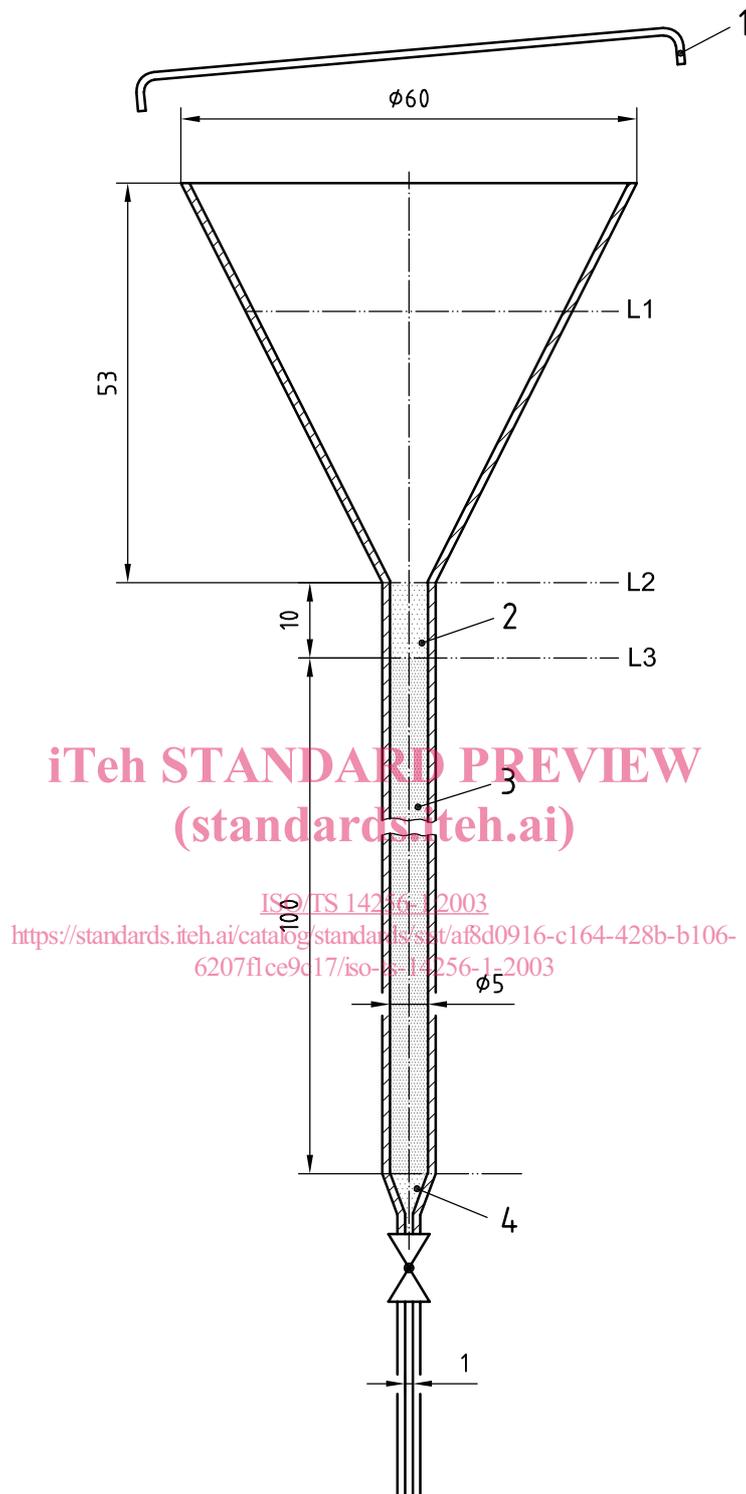
Verser à la pipette 10 ml de solution mère (6.2.3.3.1) dans une fiole jaugée de 1 l et compléter au trait repère avec de l'eau. Il convient de préparer cette solution chaque jour.

6.2.3.4 Chlorure d'ammonium (NH_4Cl).

6.2.3.5 Solution d'ammoniaque, $w(\text{NH}_4\text{OH}) = 6 \%$.

Dissoudre environ 250 ml de solution d'ammoniaque concentrée, $w(\text{NH}_4\text{OH}) = 32 \%$, dans environ 500 ml d'eau. Compléter à 1 l avec de l'eau.

Dimensions en millimètres

**Légende**

- 1 couvercle
- 2 bouchon de laine (6.2.2.3)
- 3 poudre grossière de cadmium (6.2.3.7)
- 4 bouchon de laine (6.2.2.3)

Figure 1 — Colonne pour la réduction des nitrates en nitrites

6.2.3.6 Solution tampon de chlorure d'ammonium (pH 8,7 à 8,8).

6.2.3.6.1 Solution mère, $\rho(\text{NH}_4\text{Cl}) = 100 \text{ g/l}$.

Dissoudre dans une fiole jaugée 100 g de chlorure d'ammonium (6.2.3.4) dans environ 0,8 l d'eau. Ajuster le pH à une valeur comprise entre 8,7 et 8,8 avec la solution d'ammoniaque (6.2.3.5), et compléter à 1 l avec de l'eau.

6.2.3.6.2 Solution tampon diluée, $\rho(\text{NH}_4\text{Cl}) = 10 \text{ g/l}$.

Diluer 100 ml de solution mère (6.2.3.6.1) à 1 l avec de l'eau.

6.2.3.7 Poudre grossière de cadmium (granulométrie comprise entre 0,3 mm et 0,8 mm).

6.2.3.8 Acide phosphorique, $w(\text{H}_3\text{PO}_4) = 80 \%$.

6.2.3.9 Acide chlorhydrique, $\rho(\text{HCl}) = 1,12 \text{ kg/l}$.

6.2.3.10 Sulfanilamide, $\text{C}_6\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_2\text{S}$.

6.2.3.11 Solution de sulfanilamide.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml remplie d'environ 600 ml d'eau, ajouter 200 ml d'acide phosphorique (6.2.3.8), homogénéiser, puis dissoudre dans ce mélange 80 g de sulfanilamide (6.2.3.10). Compléter au trait repère avec de l'eau. Cette solution peut être conservée au réfrigérateur pendant au moins 1 an.

6.2.3.12 Chlorure de *N*-(1-naphtyl)éthylènediamine dihydraté, $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{Cl}_2$.

6.2.3.12.1 Solution de chlorure de *N*-(1-naphtyl)éthylènediamine dihydraté.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af8d0916-c164-428b-b106->

Dissoudre 0,40 g de chlorure de *N*-(1-naphtyl)éthylènediamine dihydraté (6.2.3.12) dans 100 ml d'eau. Conserver cette solution au réfrigérateur. Jeter le réactif quand sa couleur devient sombre.

6.2.3.13 Réactif de coloration.

Mélanger 20 ml de solution de sulfanilamide (6.2.3.11), 20 ml de solution de chlorure de *N*-(1-naphtyl)éthylènediamine dihydraté (6.2.3.12.1) et 20 ml d'acide phosphorique (6.2.3.8). Conserver cette solution au réfrigérateur. Jeter le réactif quand sa couleur devient sombre.

6.2.3.14 Sulfate de cuivre, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$.

6.2.4 Préparations nécessaires pour l'étape de réduction

6.2.4.1 Préparation du cadmium au cuivre

Recouvrir d'acide chlorhydrique (6.2.3.9) environ 10 g de poudre de cadmium (6.2.3.7) et homogénéiser pendant 10 min. Laver ensuite au moins cinq fois avec de l'eau.

Après rinçage, recouvrir d'eau la poudre de cadmium. Ajouter environ 0,5 g de sulfate de cuivre (6.2.3.14). Homogénéiser pendant 1 min. Laver ensuite au moins dix fois avec de l'eau jusqu'à ce qu'il ne reste plus aucun flocon de cuivre noir.

Recouvrir de nouveau d'acide chlorhydrique (6.2.3.9) la poudre de cadmium et homogénéiser pendant 1 min. Laver ensuite au moins cinq fois avec de l'eau.

Utiliser la poudre de cadmium ainsi préparée dans l'heure qui suit pour préparer la colonne de réduction (6.2.4.2). La conserver dans l'eau jusqu'à utilisation.

6.2.4.2 Préparation de la colonne de réduction

La Figure 1 représente une colonne de réduction de la taille recommandée. Pour remplir et vider la colonne facilement, il convient que sa partie médiane soit faite en silicium.

Placer un petit bouchon de laine (6.2.2.3) au fond de la colonne. Remplir ensuite la colonne d'eau jusqu'au niveau L1 et fermer le robinet. Verser le cadmium au cuivre (6.2.4.1) lentement dans la colonne, jusqu'au niveau L3 (voir Figure 1).

Tapoter la colonne pendant le remplissage pour tasser le cadmium. Placer un petit bouchon de laine en haut de la colonne.

NOTE 1 Ce bouchon arrête tout flux lorsque la solution d'effluent a atteint le niveau L2. Il sert également de filtre, à remplacer si nécessaire.

Si la colonne n'est pas utilisée dans l'heure qui suit, y verser la solution tampon diluée (6.2.3.6.2) jusqu'au niveau L1. Laisser couler 2 ml puis fermer le robinet. Placer un couvercle à la surface de l'entonnoir pour éviter l'évaporation et protéger de la poussière. La colonne peut ainsi être conservée pendant plusieurs semaines; vérifier cependant son efficacité conformément à 6.2.5.5 avant de la réutiliser.

NOTE 2 Il est possible de sécher le cadmium qui n'est pas utilisé immédiatement pour remplir la colonne et de le conserver jusqu'à réutilisation.

6.2.5 Mode opératoire

6.2.5.1 Préparation de la colonne de réduction pour chaque série d'analyses

Ouvrir le robinet. Laisser la colonne se vider de la solution tampon diluée. Rincer si nécessaire l'entonnoir avec beaucoup d'eau pour enlever le sel de surface.

Faire percoler par la colonne, dans l'ordre indiqué, les quantités suivantes de solution:

- 20 ml de solution tampon diluée (6.2.3.6.2);
- 20 ml de solution tampon concentrée (6.2.3.6.1);
- 20 ml de solution tampon diluée (6.2.3.6.2).

Une fois ces volumes de solution tampon passés dans la colonne, cette dernière est prête pour une série d'opérations de réduction.

6.2.5.2 Étapes de réduction

Fermer le robinet. Procéder à la réduction en versant 1,00 ml de chacune des solutions suivantes, chacune à son tour:

- solution d'extrait (SE) obtenue conformément à 6.1.4;
- solution d'extrait à blanc (BE) obtenue conformément à 6.1.4;
- solution étalon de nitrate (NAS) (6.2.3.2.2);
- solution étalon de nitrite (NIS) (6.2.3.3.2);
- solution étalon zéro (ZS) (eau).