

---

---

**Qualité du sol — Paramètres pour  
la modélisation géochimique de la  
lixiviation et de la spéciation des  
constituants des sols et des matériaux —**

Partie 5:

**Extraction des substances humiques des  
échantillons aqueux**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Soil quality — Parameters for geochemical modelling of leaching and  
speciation of constituents in soils and materials —*

ISO 12782-5:2012

*Part 5: Extraction of humic substances from aqueous samples*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71501c14-2665-454a-baaf-c4567758c450/iso-12782-5-2012>



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

ISO 12782-5:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71301ef4-2b63-434a-baa6-c4567758c450/iso-12782-5-2012>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

<b>Sommaire</b>	<b>Page</b>
<b>Avant-propos</b> .....	<b>iv</b>
<b>Introduction</b> .....	<b>v</b>
<b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives</b> .....	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....	<b>1</b>
<b>4</b> <b>Principe</b> .....	<b>3</b>
<b>5</b> <b>Appareillage</b> .....	<b>3</b>
<b>6</b> <b>Réactifs</b> .....	<b>4</b>
<b>7</b> <b>Échantillonnage</b> .....	<b>4</b>
<b>7.1</b> <b>Échantillon pour laboratoire</b> .....	<b>4</b>
<b>7.2</b> <b>Échantillon pour essai</b> .....	<b>4</b>
<b>7.3</b> <b>Prise d'essai</b> .....	<b>4</b>
<b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....	<b>5</b>
<b>8.1</b> <b>Préparation de la résine DAX-8</b> .....	<b>5</b>
<b>8.2</b> <b>Détermination de la teneur totale en acides humiques (HA), acides fulviques (FA) et carbone organique hydrophile (Hy) dans les échantillons aqueux</b> .....	<b>5</b>
<b>9</b> <b>Traitement et conservation des éluats</b> .....	<b>6</b>
<b>10</b> <b>Dosage analytique</b> .....	<b>6</b>
<b>11</b> <b>Essai à blanc</b> .....	<b>6</b>
<b>12</b> <b>Calcul</b> .....	<b>6</b>
<b>12.1</b> <b>Facteurs de correction généraux pour les calculs des acides humiques (HA), des acides fulviques (FA), du carbone organique hydrophile (Hy) et du carbone organique neutre hydrophobe (HON) dans les échantillons aqueux</b> .....	<b>6</b>
<b>12.2</b> <b>Concentrations des acides humiques (HA), des acides fulviques (FA), du carbone organique hydrophile (Hy) et du carbone organique neutre hydrophobe (HON) totaux dans les échantillons aqueux</b> .....	<b>7</b>
<b>13</b> <b>Expression des résultats</b> .....	<b>8</b>
<b>14</b> <b>Rapport d'essai</b> .....	<b>8</b>
<b>15</b> <b>Caractéristiques de performance</b> .....	<b>8</b>
<b>Annexe A (informative) Représentation schématique de la procédure de fractionnement</b> .....	<b>9</b>
<b>Annexe B (informative) Validation de la procédure</b> .....	<b>11</b>
<b>Annexe C (informative) Conditions concernant la centrifugation</b> .....	<b>16</b>
<b>Bibliographie</b> .....	<b>19</b>

## 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.

L'ISO 12782-5 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 7, *Évaluation des sols et des sites*.

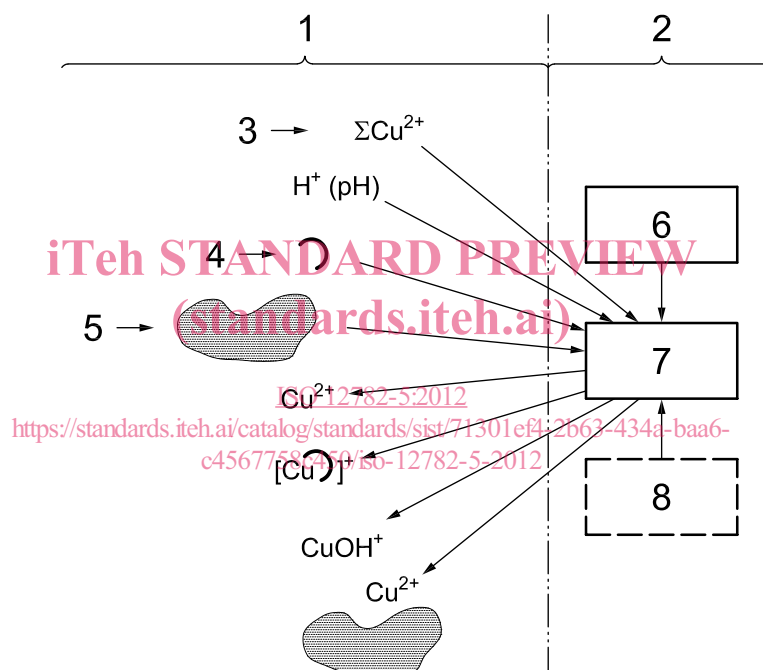
L'ISO 12782 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité du sol — Paramètres pour la modélisation géochimique de la lixiviation et de la spéciation des constituants des sols et des matériaux*:

- *Partie 1: Extraction des oxydes et hydroxydes de fer amorphe à l'acide ascorbique*
- *Partie 2: Extraction des oxydes et hydroxydes de fer cristallin avec le dithionite*
- *Partie 3: Extraction des oxydes et hydroxydes d'aluminium à l'acide oxalique et à l'oxalate d'ammonium*
- *Partie 4: Extraction des substances humiques des échantillons solides*
- *Partie 5: Extraction des substances humiques des échantillons aqueux*

## Introduction

En plus des procédures de lixiviation en vue d'essais chimiques et écotoxicologiques des sols et autres matériaux, y compris les déchets, les modèles prédictifs sont en train de devenir des outils indispensables dans l'évaluation du risque environnemental lié à ces matériaux. Les modèles sont notamment exigés lorsque les résultats des essais de lixiviation en laboratoire doivent être traduits par des scénarios spécifiques sur le terrain, concernant l'évaluation des risques de migration et de biodisponibilité des contaminants.

Au cours des dernières années, il s'est avéré que les modèles géochimiques étaient des outils précieux qu'il fallait associer aux données issues des normes de caractérisation de la lixiviation, par exemple lors des essais de dépendance au pH et de percolation. L'avantage offert par ces modèles réside dans le fait qu'ils sont basés sur des paramètres thermodynamiques fondamentaux ayant une validité générale. Afin de permettre une extrapolation des données de lixiviation en laboratoire à la mobilité et/ou à la biodisponibilité d'un constituant dans un scénario spécifique sur le terrain, ces modèles nécessitent des paramètres d'entrée supplémentaires pour des propriétés spécifiques du sol (voir Figure 1).



### Légende

- 1 essai
- 2 modélisation de la spéciation géochimique
- 3 concentration en métaux disponibles
- 4 substances humiques dissoutes
- 5 surfaces (solides) réactives
- 6 base de données avec constantes de stabilité
- 7 programme informatique
- 8 hypothèses

**Figure 1 — Relations entre les données expérimentales obtenues lors d'essais de lixiviation/extraction, et la modélisation géochimique de la spéciation d'un métal lourd dans l'environnement (modifié d'après M. Gfeller & R. Schulin, ETH, Zürich)**

Les normes de caractérisation de la lixiviation fournissent des informations sur les concentrations du contaminant étudié en fonction notamment du pH et du rapport liquide/solide (L/S). De plus, une analyse plus complète des lixiviats doit également fournir des informations sur la composition ionique principale et sur le carbone organique

dissous (COD) qui constituent des paramètres particulièrement importants pour la spéciation chimique des constituants par le biais de processus tels que la précipitation, la complexation et la compétition pour l'adsorption sur des surfaces réactives minérales et organiques dans le sol. Comme illustré à la Figure 1 pour l'exemple du cuivre, la modélisation géochimique permet de calculer la distribution du métal parmi ces différentes espèces chimiques dans le système étudié. Cela fournit les informations nécessaires pour l'évaluation des risques car ces différentes formes chimiques jouent des rôles distincts dans la mobilité et la biodisponibilité du métal dans le sol. En plus des informations fournies par les normes relatives à la lixiviation (dans leur état actuel de développement/définition), les deux types d'informations supplémentaires suivants sont requis.

- a) La concentration «disponible» (parfois désignée par «active» ou «échangeable») du constituant dans la phase solide, par opposition à la concentration totale déterminée par destruction à l'acide de la matrice solide. Cette concentration «disponible» peut être obtenue par lixiviation à faible pH; cette condition peut être obtenue en étendant la plage de pH, lors de l'essai de dépendance au pH de la lixiviation (ISO/TS 21268-4), jusqu'à un  $pH \approx 0,5$  à  $pH \approx 1$ .
- b) La concentration des surfaces réactives organiques et minérales dans le sol, qui constituent les principaux sites de liaison (adsorption) pour la plupart des constituants dans la matrice du sol.

Les principales surfaces réactives qui contrôlent, par des processus de sorption, la liaison des constituants avec la matrice du sol sont des matières organiques particulaires et des oxydes et hydroxydes de fer et d'aluminium. Il est généralement admis que la réactivité de ces surfaces minérales et organiques peut varier considérablement en fonction de leur surface spécifique ou de leur cristallinité (oxydes et hydroxydes de fer et d'aluminium) et de leur composition (matière organique). Lorsqu'il est prévu d'utiliser les résultats aux fins de la modélisation géochimique décrite ci-dessus conjointement avec les essais de lixiviation, il est important que les méthodes soient sélectives pour les surfaces réactives pour lesquelles des paramètres d'adsorption thermodynamiques génériques sont disponibles pour les éléments principaux et les éléments traces les plus importants.

Ces surfaces réactives ont été identifiées dans les sols ainsi que dans une grande variété d'autres matériaux pour lesquels la lixiviation des constituants est pertinente. Il a été démontré que les propriétés de liaison de ces surfaces jouent un rôle générique dans la spéciation et la lixiviation des constituants parmi ces différents matériaux. Par exemple, une approche de modélisation géochimique similaire, utilisant des données d'entrée de modèle issues de la série ISO 12782 partielle ou complète, a été appliquée avec succès à des sols différents<sup>[4]</sup>, à des sols amendés<sup>[5][6]</sup>, à des cendres résiduelles d'incinérateurs municipaux<sup>[7]</sup>, à des scories d'acier<sup>[8][9]</sup>, à des résidus de bauxite<sup>[10]</sup> et à des granulats de béton recyclés<sup>[11]</sup>. Ainsi, le domaine d'application de l'ISO 12782 s'étend des sols jusqu'aux matériaux, y compris les amendements de sol et les déchets.

La présente partie de l'ISO 12782 a pour objet de déterminer des surfaces organiques réactives importantes dans le sol et les matériaux, pour lesquelles il existe des paramètres d'adsorption thermodynamiques, c'est-à-dire les acides humiques et fulviques. Le mode opératoire est basé sur la Référence [12], tandis que les paramètres thermodynamiques génériques d'adsorption pour les acides humiques et fulviques sont disponibles dans les Références [13] et [14].

Des paramètres thermodynamiques pour des modèles d'adsorption autres que ceux utilisés dans les Références [13] et [14] sont également disponibles dans la littérature et peuvent aussi être utilisés pour modéliser la liaison des constituants avec les acides humiques et fulviques.

La méthode<sup>[15]</sup> est fondée sur une méthode classique de séparation et de purification<sup>[12]</sup> qui est également utilisée par la Société internationale des substances humiques (IHSS).

# Qualité du sol — Paramètres pour la modélisation géochimique de la lixiviation et de la spéciation des constituants des sols et des matériaux —

## Partie 5: Extraction des substances humiques des échantillons aqueux

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 12782 spécifie un mode opératoire pour déterminer la concentration des substances humiques dans les échantillons aqueux. Ces échantillons peuvent être obtenus en l'état ou sous forme d'éluats par des modes opératoires de lixiviation appliqués au sol ou aux autres matériaux. Les autres matériaux incluent également les déchets. La teneur en substances humiques peut être utilisée comme une donnée d'entrée dans les modèles géochimiques.

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

[ISO 12782-5:2012](https://standards.iteh.ai/standards/iso-12782-5-2012)

ISO 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Conservation et manipulation des échantillons d'eau*

<https://standards.iteh.ai/standards/iso-12782-5-2012>

ISO 8245, *Qualité de l'eau — Lignes directrices pour le dosage du carbone organique total (COT) et du carbone organique dissous (COD)*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

#### 3.1

##### carbone organique dissous

##### COD

somme du carbone organique contenu dans l'eau, provenant des composés (y compris les cyanates et thiocyanates) qui sont filtrés à travers une membrane filtrante d'une porosité de 0,45 µm

#### 3.2

##### substance humique

##### HS

produit de décomposition (partielle) de tissus végétaux ou animaux

NOTE 1 Les substances humiques constituent une série de substances de poids moléculaire relativement élevé, de couleur brune à noire formées par des réactions de synthèse secondaires.

NOTE 2 Le terme est utilisé comme un nom générique pour décrire un matériau coloré ou ses fractions (par exemple acides humiques et fulviques) obtenus sur la base de caractéristiques de solubilité.

**3.3**  
**acide humique**

**HA**  
fraction d'une substance humique qui n'est pas soluble dans l'eau dans des conditions acides (pH < 1 à 2) mais qui est soluble à des valeurs de pH plus élevées

NOTE Les acides humiques sont de couleur brun foncé à noir.

**3.4**  
**acide fulvique**

**FA**  
fraction d'une substance humique qui est soluble dans l'eau dans toutes les conditions de pH

NOTE 1 Les acides fulviques restent en solution après l'élimination de l'acide humique par acidification.

NOTE 2 Les acides fulviques sont de couleur jaune ou jaune-brun.

**3.5**  
**carbone organique hydrophile**

**Hy**  
composé de carbone organique comprenant des substances non humiques et des substances assimilables à des substances humiques

NOTE Dans la présente partie de l'ISO 12782, le carbone organique hydrophile (Hy) est essentiellement considéré comme la fraction de carbone organique extractible qui n'est pas identifiée comme un acide humique, un acide fulvique ou un carbone organique neutre hydrophobe selon la procédure spécifiée à l'Article 8. Le carbone organique hydrophile se compose généralement de molécules de plus faible poids moléculaire et de rapports COOH/C plus élevés, par rapport aux acides humiques et aux acides fulviques. Comme exemples de composés, on peut citer les hydrates de carbone oxydés avec des groupes acide carboxylique, des acides carboxyliques de faible poids moléculaire et des sucres-phosphates.

**3.6**  
**carbone organique neutre hydrophobe**

**HON**  
différence entre la quantité d'acide fulvique et de carbone organique hydrophile adsorbée et la quantité d'acide fulvique désorbée

NOTE Le carbone organique neutre hydrophobe peut inclure des composés non humiques et des composés de type humique.

**3.7**  
**échantillon pour laboratoire**

échantillon destiné à être utilisé pour un contrôle ou pour des essais en laboratoire

[ISO 11074:2005]

**3.8**  
**échantillon pour essai**

échantillon préparé à partir d'un échantillon pour laboratoire et sur lequel sont prélevées les prises d'essai destinées au contrôle ou à l'analyse. Cette prise de matériau, issue de l'échantillon pour laboratoire, au moyen d'une méthode appropriée de traitement préalable des échantillons, et ayant la taille (volume/masse) nécessaire pour les essais ou l'analyse souhaités

NOTE Adapté de l'ISO 11074:2005.

**3.9**  
**prise d'essai**  
**partie analysée**

quantité de matériau, prélevée dans l'échantillon pour analyse, suffisante pour permettre la mesure de la concentration ou de toute autre propriété étudiée

NOTE 1 Si, en l'absence de toute préparation, la prise d'essai peut être prélevée dans l'échantillon primaire ou directement dans l'échantillon pour laboratoire (par exemple dans le cas de liquides), elle est généralement prélevée dans l'échantillon préparé pour analyse.



NOTE 2 On peut considérer comme prise d'essai une unité ou un prélèvement élémentaire suffisamment homogène, important(e) et pur(e), et qui ne nécessite aucune autre préparation.

[ISO 11074:2005]

### 3.10

#### matériau du sol

terre excavée, matériaux de dragage, matériaux artificiels et matériaux de sol traités et de remblayage et autres matériaux appropriés, y compris les amendements de sol et les déchets

## 4 Principe

Les espèces spécifiques de carbone organique dissous sont séparées sur la base de conditions opérationnelles définies. Les acides humiques sont précipités à pH 1 et les acides fulviques (ainsi que la fraction organique neutre hydrophobe) sont adsorbés sur de la résine DAX-8. Les substances organiques restant en solution après l'ajout de résine sont classées en tant que substances organiques hydrophiles. Les concentrations en COD sont mesurées à la fin de chaque étape; c'est à partir de ces concentrations que sont calculées les concentrations individuelles des acides humiques et fulviques, des substances organiques neutres hydrophobes et des substances organiques hydrophiles.

## 5 Appareillage

L'équipement suivant doit être utilisé. Il convient qu'aucun des matériaux susceptibles de venir au contact de l'échantillon (matériaux ou réactifs) ne provoque de contamination par les composés à analyser ni n'adsorbe les composés étudiés.

5.1 **Balance**, avec une précision de 0,1 g.

5.2 **Matériel courant de laboratoire en verre ou en plastique**, rincé conformément à l'ISO 5667-3.

5.3 **pH-mètre**, ayant une précision de mesure d'au moins  $\pm 0,05$  unité de pH.

5.4 **Agitateur par retournement** ( $5 \text{ min}^{-1}$  à  $10 \text{ min}^{-1}$ ).

NOTE D'autres méthodes d'agitation peuvent être utilisées, s'il est prouvé qu'elles peuvent fournir des résultats équivalents.

5.5 **Appareil de filtration**, soit un dispositif de filtration sous vide (entre 2,5 kPa et 4,0 kPa), soit un appareil de filtration sous pression ( $< 0,5 \text{ MPa}$ ). Le nettoyage est impératif.

5.6 **Filtres**, porosité de 20  $\mu\text{m}$ , pour utilisation dans le dispositif de filtration de l'entonnoir Büchner (5.7).

5.7 **Dispositif de filtration Büchner**.

5.8 **Membranes filtrantes**, pour le dispositif de filtration, fabriquées en matériau inerte avec une porosité de 0,45  $\mu\text{m}$ . Les membranes filtrantes doivent être prélavées avec de l'eau déminéralisée pour éliminer le COD.

5.9 **Dispositif d'extraction Soxhlet**.

5.10 **Cartouches d'extraction Soxhlet**, en fibre de verre pour dispositif d'extraction Soxhlet (5.9).

5.11 **Centrifugeuse**, de préférence à 3 000g. Pour d'autres conditions appropriées, voir l'Annexe C.

5.12 **Flacons à centrifuger**, de 250 ml, par exemple en polycarbonate, nettoyés avec de l'eau distillée et déminéralisée et de l'acide dilué ( $\text{HNO}_3$ ) avant utilisation.

**5.13 Équipement de fragmentation:** concasseur à mâchoires ou broyeur à couteaux.

**5.14 Matériel de tamisage,** de dimensions nominales des ouvertures de 2 mm ou 4 mm.

## 6 Réactifs

Les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique et l'eau utilisée doit être de qualité 3 conformément à l'ISO 3696.

**6.1 Eau déminéralisée,** eau déionisée ou eau d'une pureté équivalente ( $5 < \text{pH} < 7,5$ ) ayant une conductivité  $< 0,5$  mS/m conformément à la qualité 3 spécifiée dans l'ISO 3696.

**6.2 Hydroxyde de potassium,**  $c(\text{KOH}) = 0,1$  mol/l et 1 mol/l.

**6.3 Acide chlorhydrique,**  $c(\text{HCl}) = 0,1$  mol/l à 6 mol/l.

**6.4 Hydroxyde de sodium,**  $c(\text{NaOH}) = 0,1$  mol/l à 5 mol/l.

**6.5 Acétonitrile** ( $\text{CH}_3\text{CN}$ ), approprié pour la chromatographie en phase liquide.

**6.6 Méthanol** ( $\text{CH}_3\text{OH}$ ), approprié pour la chromatographie en phase liquide.

**6.7 Résine DAX-8,** par exemple Sigma-Aldrich<sup>1)</sup>.

NOTE Diverses méthodes documentées pour la séparation et la purification des substances humiques (HS) utilisent la résine XAD-8 pour adsorber les acides humiques (HA) et/ou les acides fulviques (FA). Cette résine n'étant plus disponible dans le commerce, la résine DAX-8 a fait l'objet d'une étude comparative afin de la remplacer. Pour plus d'informations, voir l'Annexe B.

[ISO 12782-5:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71301ef4-2b63-434a-baa6-c4567758c450/iso-12782-5-2012)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71301ef4-2b63-434a-baa6-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71301ef4-2b63-434a-baa6-c4567758c450/iso-12782-5-2012)

**6.8 Acide nitrique,**  $c(\text{HNO}_3) = 0,1$  mol/l. [c4567758c450/iso-12782-5-2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/71301ef4-2b63-434a-baa6-c4567758c450/iso-12782-5-2012)

## 7 Échantillonnage

### 7.1 Échantillon pour laboratoire

L'échantillon pour laboratoire doit consister en un volume d'au moins 50 ml.

### 7.2 Échantillon pour essai

Les échantillons doivent être soumis aux essais sur des liquides filtrés ( $0,45 \mu\text{m}$ ). Les échantillons pour essai peuvent provenir d'origines diverses et il convient de les conserver au réfrigérateur. Pour éviter l'altération des échantillons au cours de la conservation, il est possible d'ajouter du  $\text{NaN}_3$  (0,1 % en solution).

Il convient que les échantillons dopés par du  $\text{NaN}_3$  soient manipulés sous une hotte. Le  $\text{NaN}_3$  se décompose dans des conditions acides en libérant des gaz toxiques.

### 7.3 Prise d'essai

En se fondant sur le volume des éluats requis pour analyse, la taille de la prise d'essai doit être de 50 ml (avec une tolérance de  $\pm 10$  %).

---

1) La résine DAX-8 de Sigma-Aldrich est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Préparation de la résine DAX-8

Nettoyer chaque nouveau lot de résine DAX-8 (6.7) afin d'éliminer les impuretés organiques, en effectuant cinq extractions (pendant 24 h) à l'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l (6.3). Renouveler la solution après chaque extraction. Répéter ce cycle avec de l'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l (6.4). Purifier ensuite soigneusement la résine par des extractions Soxhlet (5.9) avec de l'acétonitrile (6.5) et du méthanol (6.6), chaque extraction devant durer 24 h. La résine purifiée est conservée dans le méthanol (6.6) jusqu'à son utilisation.

Avant utilisation, éliminer le méthanol en plaçant la résine DAX-8 (6.7) dans un entonnoir Büchner (5.7) muni d'un filtre (5.6) et laver la résine sous vide en utilisant un volume d'eau (6.1) égal à 20 fois celui de la résine. Rincer ensuite la résine de la même manière avec un volume d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l (6.3) égal à 10 fois celui de la résine.

NOTE Il a été démontré<sup>[15]</sup> que 250 g de résine DAX-8 (6.7) pouvaient être suffisamment purifiés en rinçant avec 2 l d'eau (6.1) et 1 l d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l (6.3). Cette opération de nettoyage peut être utilisée pour obtenir une résine acide (pH 1) et exempte de carbone organique dissous (COD généralement < 2 mg C/l).

### 8.2 Détermination de la teneur totale en acides humiques (HA), acides fulviques (FA) et carbone organique hydrophile (Hy) dans les échantillons aqueux

Peser la prise d'essai (7.3) dans un flacon à centrifuger (5.12). Acidifier la prise d'essai ( $M_w$ ) jusqu'à un pH compris entre 1 et 2, avec de l'acide chlorhydrique à 1 mol/l (6.3). Ajuster le volume de la solution à 200 ml (L/S = 10) avec de l'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l (6.3) et enregistrer le volume total d'acide chlorhydrique ajouté (1 mol/l et 0,1 mol/l) ( $V_6$ ). Refermer le flacon à centrifuger, équilibrer la suspension par agitation continue (5.4) pendant 1 h et centrifuger pendant 30 min à 3 000g ou dans les conditions de centrifugation appropriées indiquées dans l'Annexe C. Éliminer le surnageant (FAHyHON<sub>1</sub>) du résidu par décantation dans un flacon de 250 ml (5.2) et enregistrer le volume d'eau ( $V_7$ ). Conserver l'échantillon au réfrigérateur jusqu'au traitement par la résine DAX-8 (voir ci-dessous).

Neutraliser la prise d'essai qui reste dans le flacon à centrifuger avec de l'hydroxyde de sodium à 1 mol/l (6.4) jusqu'à un pH = 7,0. Ajouter de l'hydroxyde de sodium à 0,1 mol/l sous une atmosphère d'azote gazeux (N<sub>2</sub>) jusqu'à un volume final de 200 ml (L/S = 10). Vérifier que le pH final est  $\geq 12$  pour assurer une solubilité élevée des acides humiques (HA). Si nécessaire, ajouter de l'hydroxyde de sodium à 1 mol/l. Refermer le flacon à centrifuger, équilibrer la suspension par agitation continue (5.4) pendant une nuit et centrifuger la suspension pendant 30 min à 3 000g ou dans les conditions de centrifugation appropriées indiquées dans l'Annexe C. Éliminer le surnageant du résidu par décantation dans un flacon à centrifuger propre de 250 ml (5.12) et enregistrer le volume de l'éluat décanté ( $V_1$ ).

Acidifier le surnageant pour précipiter les acides humiques (HA) en ajoutant de l'acide chlorhydrique à 6 mol/l (6.3) ( $V_2$ ) sous agitation continue jusqu'à l'obtention d'un pH de 1,0. Laisser la suspension reposer toute la nuit puis centrifuger pendant 30 min à 3 000g ou dans les conditions de centrifugation appropriées indiquées dans l'Annexe C. Éliminer le surnageant par décantation ( $V_8$ ) dans un flacon de 250 ml (5.2). Conserver la solution (FAHyHON<sub>2</sub>) dans un réfrigérateur en vue du traitement par la résine DAX-8. Redissoudre les acides humiques (HA) qui restent dans le flacon à centrifuger dans de l'hydroxyde de potassium à 0,1 mol/l (6.2) ( $V_5$ ) et analyser le carbone organique dissous (COD<sub>HA</sub>).

Filtrer les solutions conservées (FAHyHON<sub>1,2</sub>) à travers une membrane filtrante (5.5, 5.8) et analyser le COD (Article 10) (COD<sub>FAHyHON1,2</sub>). Transvaser 50 ml ( $V_{4,i}$ ) des solutions filtrées dans des flacons (distincts) de 100 ml (5.2) et ajouter 10 g de résine DAX-8 humide (8.1) ( $m_{DAX,i}$ ) aux deux échantillons. Équilibrer pendant 1 h par agitation continue (5.4) et filtrer (5.6, 5.7) les suspensions. Analyser le carbone organique dissous (Article 10) dans les deux solutions (COD<sub>Hy1,2</sub>). Afin de désorber les acides fulviques (FA), transférer les résines filtrées dans des flacons distincts de 50 ml (5.2), ajouter 20 ml d'hydroxyde de potassium à 0,1 mol/l (6.2) et équilibrer par agitation continue pendant 1 h (5.4). Filtrer (5.6, 5.7) les suspensions, recueillir les filtrats dans des flacons de 100 ml. Transférer les résines filtrées dans des flacons de 50 ml (5.2), ajouter 20 ml d'hydroxyde de potassium à 1,0 mol/l (6.2) et répéter la désorption des acides fulviques (FA) en trois étapes supplémentaires (chacune d'une durée de 1 h). Il convient que le pH soit supérieur à 11 et il peut, si nécessaire, être ajusté avec