



# PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 14388-2

ISO/TC 190/SC 3

Secrétariat: DIN

Début de vote  
2013-02-06

Vote clos le  
2013-05-06

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

## Qualité de l'eau — Méthode de comptage acide-base pour les sols sulfatés acides —

### Partie 2: Méthode de sulfato réduction au chrome

*Soil quality — Acid-base accounting procedure for acid sulfate soils —*

*Part 2: Chromium reducible sulfur (CRS) methodology*

ICS 13.080.10

**ITEH STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4caa79ba-275b-4c0d-b8cd-06e97d32d413/iso-14388-2-2014>

**Pour accélérer la distribution, le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité. Le travail de rédaction et de composition de texte sera effectué au Secrétariat central de l'ISO au stade de publication.**

**To expedite distribution, this document is circulated as received from the committee secretariat. ISO Central Secretariat work of editing and text composition will be undertaken at publication stage.**

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
(standards.iteh.ai)  
Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4caa79ba-275b-4c0d-b8cd-06e97d32d413/iso-14388-2-2014>



## DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2013

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos .....	iv
Introduction.....	v
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	2
4 <b>Principe</b> .....	2
4.1 <b>Acidité sulfidique potentielle</b> .....	2
4.2 <b>Acidité réelle et acidité retenue</b> .....	2
4.3 <b>Capacité de neutralisation d'acide</b> .....	2
5 <b>Réactifs pour l'analyse du soufre réductible dans le chrome</b> .....	3
6 <b>Appareillage</b> .....	4
7 <b>Mode opératoire pour la détermination du soufre réductible dans le chrome</b> .....	6
8 <b>Calcul de <math>S_{CR}</math></b> .....	8
9 <b>Réactifs pour la détermination du <math>pH_{KCl}</math> et de l'ART</b> .....	8
10 <b>Mode opératoire pour la détermination du <math>pH_{KCl}</math> et de l'ART</b> .....	10
10.1 <b>Préparation de la suspension</b> .....	10
10.2 <b>Mesurage du <math>pH_{KCl}</math></b> .....	10
10.2.1 <b>Étalonnage du titrimètre automatique ou du pH-mètre</b> .....	10
10.2.2 <b>Mesurage du pH</b> .....	10
10.3 <b>Mesurage de l'ART</b> .....	11
10.3.1 <b>Généralités</b> .....	11
10.3.2 <b>Mode opératoire basé sur le résultat du <math>pH_{KCl}</math></b> .....	11
11 <b>Calcul de l'ART</b> .....	12
12 <b>Mode opératoire pour la détermination du soufre (<math>S_{KCl}</math>), du calcium (<math>Ca_{KCl}</math>) et du magnésium (<math>Mg_{KCl}</math>) extractibles avec le chlorure de potassium à 1 mol/l</b> .....	12
13 <b>Calcul de <math>S_{KCl}</math>, <math>Ca_{KCl}</math> et <math>Mg_{KCl}</math></b> .....	12
14 <b>Réactifs pour la détermination du soufre (<math>S_{HCl}</math>), du calcium (<math>Ca_{HCl}</math>) et du magnésium (<math>Mg_{HCl}</math>) extractibles avec l'acide chlorhydrique</b> .....	13
15 <b>Mode opératoire pour la détermination du soufre (<math>S_{HCl}</math>), du calcium (<math>Ca_{HCl}</math>) et du magnésium (<math>Mg_{HCl}</math>) extractibles avec l'acide chlorhydrique</b> .....	13
16 <b>Calcul du soufre net (<math>S_{NAS}</math>), du calcium (<math>Ca_{NAS}</math>) et du magnésium (<math>Mg_{NAS}</math>) solubles dans l'acide</b> .....	14
17 <b>Réactifs pour la détermination de la capacité de neutralisation d'acide par titration en retour (<math>CNA_{RT}</math>)</b> .....	14
18 <b>Mode opératoire pour la détermination de la capacité de neutralisation d'acide par titration en retour (<math>CNA_{RT}</math>)</b> .....	15
18.1 <b>Digestion sur plaque chauffante avec solution d'acide chlorhydrique</b> .....	15
18.2 <b>Titrage de l'acide n'ayant pas réagi dans la suspension de sol digérée</b> .....	15
19 <b>Alternatives à la détermination de la capacité de neutralisation d'acide</b> .....	16
20 <b>Fidélité</b> .....	16
21 <b>Rapport d'essai</b> .....	18

## 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 14388-2 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques des sols*.

L'ISO 14388 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Qualité du sol — Sols sulfatés acides* :

- *Partie 1 : Introduction, terminologie, préparation du sol et potentiel acidogène*
- *Partie 2 : Méthode de sulfato-réduction au chrome*
- *Partie 3 : Méthode par oxydation au peroxyde en suspension combinée à l'acidité et aux sulfures*

## Introduction

L'objectif de la présente Norme Internationale est de déterminer l'acidité nette (ou l'alcalinité) de sols sulfatés acides par la mise à disposition d'une approche simplifiée pour la détermination des différents composés de l'acidité et/ou l'alcalinité du sol, en fonction du pH. La séquence du chrome combine le mesurage du soufre réductible dans le chrome ( $S_{CR}$ ) aux différentes mesures d'acidité existante et de la capacité de neutralisation d'acide (CNA) à l'aide d'un diagramme décisionnel basé sur la valeur du  $pH_{KCl}$  (Figure 1) qui sert de base pour la détermination du potentiel acidogène pour les sols sulfatés acides.

Le résultat requis pour la détermination de l'acidité nette varie avec l'acidité réelle du sol, comme représenté par le  $pH_{KCl}$ , Tableau A.1 de la partie 1 de l'ISO 14388 qui montre les analyses requises pour la séquence au chrome. Ce tableau utilise les résultats rapportés en unités d'acidité. Sinon, il est possible d'utiliser des résultats en unités de soufre.

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

Full standard:  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4caa79ba-275b-4c0d-b8cd-06e97d32d413/iso-14388-2-2014>

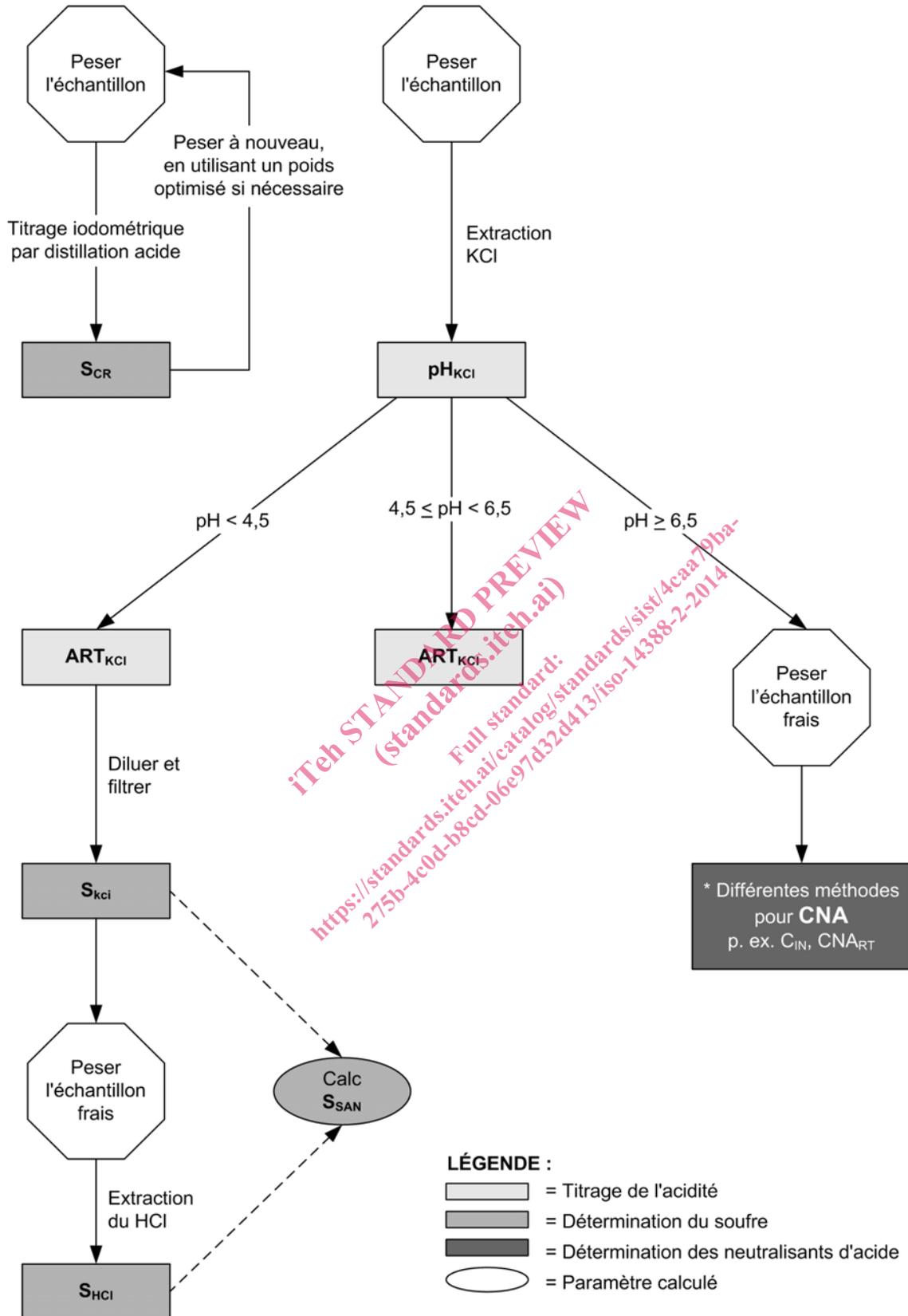


Figure 1 — Organigramme de la séquence au chrome

# Qualité du sol — Sols sulfatés acides — Partie 2: Méthode de sulfato-réduction au chrome

**AVERTISSEMENT** — Il convient que les personnes qui utilisent la présente Norme Internationale soient familières avec les pratiques de laboratoire courantes. La présente Norme n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui éventuellement liés à son application. Il relève de la responsabilité de l'utilisateur d'établir les pratiques de sécurité et d'hygiène appropriées et d'assurer la conformité aux réglementations nationales.

## 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 14388 prescrit une séquence de méthodes utilisées pour déterminer l'acidité nette des sols sulfatés acides. La présente partie de l'ISO 14388 prescrit une méthode pour mesurer le soufre réductible au chrome ( $S_{CR}$ ) par titrage iodométrique du sulfure d'hydrogène produit suite à une digestion au chlorure de chrome acide. Le  $H_2S$  est piégé sous forme de sulfure de zinc. La présente méthode détermine les sulfures inorganiques (p. ex. la pyrite, la marcasite, la greigite, la mackinawite) et le soufre élémentaire dans un sol sulfaté acide sans interférences des formes organiques du soufre ou des formes oxydées du soufre, comme le sulfate.

Sur une autre prise d'essai de sol, le pH dans une suspension de sol de KCl à 1 mol/l ( $pH_{KCl}$ ) est déterminé. Quand le  $pH_{KCl}$  est  $< 6,5$ , l'acidité réelle titrable (ART) est alors déterminée. Le soufre ( $S_{KCl}$ ), le calcium ( $Ca_{KCl}$ ) et le magnésium ( $Mg_{KCl}$ ) extractibles avec le chlorure de potassium peuvent ensuite être déterminés. Lorsque de la jarosite est identifiée dans le sol (ou si le  $pH_{KCl}$  est  $< 4,5$ ), le soufre net soluble dans l'acide ( $S_{NAS}$ ) est déterminé par la différence entre le soufre extractible avec l'acide chlorhydrique ( $S_{HCl}$ ) et le soufre extractible dans le chlorure de potassium. Sur les échantillons où  $pH_{KCl}$  est  $< 6,5$ , la capacité de neutralisation d'acide est déterminée en mesurant soit le carbone inorganique ( $C_{IN}$ ), par combustion, soit  $CNA_{RT}$  ( $CNA$  mesurée par rdosage en retour de l'acide restant après digestion acide).

## 2 Références normatives

Les documents ci-après, dans leur intégralité ou non, sont des références normatives indispensables à 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 385-1, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1 : exigences générales.*

ISO 385-2, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 2 : burettes sans temps d'attente.*

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume.*

ISO 835-1, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées — Partie 1 : spécifications générales.*

ISO 835-2, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées — Partie 2 : pipettes sans temps d'attente.*

ISO 835-3, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées — Partie 3 : pipettes avec temps d'attente de 15 s.*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 1770, *Thermomètres sur tige d'usage général.*

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

ISO 8655-1, *Appareils volumétriques à piston — Partie 1 : définitions, exigences générales et recommandations pour l'utilisateur.*

ISO 8655-2, *Appareils volumétriques à piston — Partie 2 : pipettes à piston.*

ISO 8655-3, *Appareils volumétriques à piston — Partie 3 : burettes à piston.*

ISO 14254, *Qualité du sol — Détermination de l'acidité échangeable dans un extrait au chlorure de baryum.*

ISO 10694, *Qualité du sol — Dosage du carbone organique et du carbone total après combustion sèche (analyse élémentaire).*

ISO 14388, *Qualité du sol — Sols sulfatés acides — Part 1 : Introduction, terminologie, préparation du sol et comptage acide-base.*

### 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes, définitions, symboles, unités et termes abrégés donnés dans la partie 1 de l'ISO 14388 s'appliquent.

### 4 Principe

#### 4.1 Acidité sulfidique potentielle

L'**acidité sulfidique potentielle** est déterminée comme étant le soufre réductible au chrome ( $S_{CR}$ ). Dans cette méthode, le soufre provenant du sol sulfaté acide est distillé en tant que  $H_2S$  en solution de chlorure chromeux acide produite par la réaction du métal chrome en poudre et de l'acide chlorhydrique. Le gaz émis  $H_2S$  est précipité en tant que  $ZnS$  dans une solution de piégeage d'acétate de zinc/ammoniac, et le soufre piégé est alors quantifié par titrage iodométrique.

#### 4.2 Acidité réelle et acidité retenue

Pour déterminer l'**acidité réelle**, une suspension 1:40 de sol dans une solution de KCl à 1 mol/l est agitée pendant 4 h puis laissée au repos pendant toute la nuit. La suspension est alors brièvement agitée avant la détermination du pH ( $pH_{KCl}$ ). Si le  $pH_{KCl}$  est inférieur à 6,5, l'acidité réelle titrable (ART) est déterminée par titrage de la suspension de sol à pH 6,5. Après dilution appropriée de la suspension de sol, le soufre ( $S_{KCl}$ ), le calcium ( $Ca_{KCl}$ ) et le magnésium ( $Mg_{KCl}$ ) extractibles dans le chlorure de potassium sont mesurés par une ou des techniques d'analyse appropriées. Si le  $pH_{KCl}$  est  $< 4,5$  (ou si la présence de jarosite a été constatée dans l'échantillon reçu, l'**acidité retenue** est déterminée en tant que soufre net soluble dans l'acide ( $S_{SAN}$ ). Le soufre net soluble dans l'acide est la différence entre le soufre extractible avec l'acide chlorhydrique à 4 mol/l ( $S_{HCl}$ ) et le soufre extractible avec le chlorure de potassium ( $S_{KCl}$ ). Dans les sols fortement organiques,  $S_{SAN}$  peut surestimer l'acidité retenue en raison de contribution du soufre organique au résultat.

#### 4.3 Capacité de neutralisation d'acide

Dans les sols où  $pH_{KCl} > 6,5$  et donc quand la capacité de neutralisation d'acide (CNA) est potentiellement présente, la CNA peut être estimée à l'aide de différentes méthodes comme l'analyse du carbone inorganique (p. ex.  $C_{IN}$  en chambre de combustion selon l'ISO 10694), et la CNA par titrage en retour ( $CNA_{RT}$ ). De cette manière, le potentiel acidogène du sol peut être déterminé.

## 5 Réactifs pour l'analyse du soufre réductible dans le chrome

Tous les réactifs doivent être de classe analytique. De l'eau déionisée ou distillée de classe 2, telle que définie dans l'ISO 3696, doit être utilisée pendant toute l'analyse.

Il convient de vérifier la pureté de tous les réactifs en effectuant un essai à blanc recherchant la présence de soufre, de calcium et de magnésium. Il convient également de soumettre à essai les réactifs pour détecter la présence de ces éléments à chaque changement de source (p. ex. marque ou lot).

Des ampoules de solutions standardisées disponibles dans le commerce peuvent également être utilisées quand elles sont disponibles.

### 5.1 Poudre de chrome

NOTE Différentes sources ou différents lots de poudre de chrome peuvent donner différentes valeurs à blanc.

**ATTENTION — LA POUSSIÈRE DE CHROME PEUT ÊTRE TOXIQUE SI INHALÉE ET PEUT PRÉSENTER UN RISQUE DE COMBUSTION. ÉVITER L'UTILISATION DE POUDRE DE CHROME TRÈS FINE.**

5.2 **Éthanol**, solution à 95 %.

5.3 **Acide chlorhydrique (HCl)**,  $\rho$  1,16 g/ml.

5.4 **Solution d'acide chlorhydrique**, 6 mol/l

Diluer l'acide chlorhydrique concentré (5.3) dans de l'eau.

5.5 **Solution iodée**, 0,012 5 mol/l

Dissoudre  $22,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$  d'iodure de potassium dans de l'eau et ajouter  $3,2 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$  d'iode. Une fois l'iode dissoute, diluer dans l'eau jusqu'à obtenir 1 l. Titrer la solution iodée à l'aide de la solution étalon de thiosulfate de sodium à 0,025 mol/l (5.8), en utilisant l'empois d'amidon (5.9) comme indicateur. Calculer la concentration molaire ( $C$ ) de la solution iodée, en moles par litre, selon l'Équation (1) :

$$C_1 = \frac{F \times D}{2 \times E} \quad (1)$$

où :

$D$  est le volume de titrage de la solution étalon de thiosulfate de sodium, en millilitres (ml) ;

$E$  est le volume de solution iodée titrée, en millilitres (ml) ;

$F$  est la concentration molaire de la solution étalon de thiosulfate de sodium utilisée, en moles par litre (mol/l) ;

Il convient de vérifier le titre de la solution iodée chaque jour, ou immédiatement avant usage.

5.6 **Azote gazeux**, d'un degré de pureté très élevé.

5.7 **Solution d'hydroxyde de sodium**, 6 mol/l

**ATTENTION — L'hydroxyde de sodium solide est caustique et hygroscopique, il convient de le stocker loin de l'eau.**

Dissoudre  $240 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$  d'hydroxyde de sodium solide dans de l'eau, transférer entièrement dans une fiole volumétrique d'1 l. Refroidir jusqu'à la température ambiante et remplir d'eau jusqu'au trait de jauge.

**5.8 Solution de thiosulfate de sodium, 0,025 0 mol/l (solution étalon)**

Peser exactement  $6,205 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$  de  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5 \text{ H}_2\text{O}$  et dissoudre dans de l'eau. Transférer entièrement dans une fiole volumétrique d'1 l. Ajouter  $1,5 \text{ ml} \pm 0,01 \text{ ml}$  de solution d'hydroxyde de sodium à 6 mol/l (5.7) et remplir d'eau jusqu'au trait de jauge. Titrer avec l'iodate de potassium ou aux solutions de dichromate de potassium.

NOTE Des ampoules de solution étalon de thiosulfate de sodium disponibles dans le commerce peuvent également être utilisées.

**5.9 Solution d'amidon indicateur**

Dissoudre  $2,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$  d'empois d'amidon et  $0,20 \text{ g} \pm 0,01 \text{ g}$  d'acide salicylique dans 100 ml d'eau chaude. Attendre le refroidissement jusqu'à température ambiante avant utilisation.

**5.10 Solution d'acétate de zinc/ammoniac à 2,8 % (solution de piégeage)**

Dissoudre  $30 \text{ g} \pm 0,5 \text{ g}$  de dihydrate d'acétate de zinc dans 750 ml d'eau. Ajouter 100 ml de solution d'ammoniac à 28 %. Transférer dans une fiole volumétrique d'1 l et remplir d'eau jusqu'au trait de jauge.

**6 Appareillage**

Utiliser de la verrerie volumétrique de qualité A tout au long de la méthode. Les fioles volumétriques doivent être conformes à l'ISO 1042 et les pipettes doivent être conformes aux ISO 648 et ISO 835-1, ISO 835-2 et ISO 835-3. L'utilisation de verrerie volumétrique doit être conforme aux ISO 8655-1, ISO 8655-2 et ISO 8655-3.

**6.1 Instrument de titrage automatique ou pH-mètre**, avec ajustement de l'inclinaison et contrôle des températures, capable de mesurer à une précision de 0,01 unité de pH.

**6.2 Bêcher ou autre conteneur**, d'une capacité minimale de 450 ml, fabriqué en polyéthylène, en verre ou tout matériau inerte similaire.

**6.3 Burette**, qualité A, pouvant contenir 10 ml, graduée par intervalles de 0,02 ml, conforme à la classe A selon l'ISO 385-1. Une burette numérique précise similaire, ou une burette correctement étalonnée par un instrument de titrage automatique peut être utilisée.

**6.4 Centrifugeuse**, capable de centrifuger 80 ml et 400 ml de suspension.

**6.5 Distributeur 1 (manuel ou automatique)**, capable de distribuer précisément 50 ml et  $80 \text{ ml} \pm 0,5 \text{ ml}$ .

**6.6 Ballon à double col rodé**, d'une capacité de 250 ml, fabriqué en verre borosilicaté, avec joint en verre dépoli ou à assemblage rapide permettant de former un joint étanche au gaz. Utiliser une fiole à fond arrondi si un chauffe-ballon est utilisé, ou à fond plat pour des plaques chauffantes.

**6.7 Balance 1**, capable de peser à une précision de  $\pm 0,01 \text{ g}$ .

**6.8 Balance 2**, capable de peser à une précision de  $\pm 0,001 \text{ g}$ .

**6.9 Balance 3**, capable de peser à une précision de  $\pm 0,0001 \text{ g}$ .

**6.10 Fiole Erlenmeyer**, d'une capacité de 100 ml, fabriquée en verre borosilicaté

**6.11 Papier filtre**, épais, à vitesse moyenne, à forte rétention.

**6.12 Entonnoir**, fabriqué en verre ou en plastique pour recevoir le papier filtre.

**6.13 Bêcher en verre borosilicaté** (bêcher de digestion), de forme haute et d'une capacité de 250 ml (recommandé).