

---

---

**Qualité du sol — Méthode de  
comptage acide-base pour les sols  
sulfatés acides —**

**Partie 3:  
Méthode par oxydation au peroxyde  
en suspension combinée à l'acidité et  
aux sulfures (SPOCAS)**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Soil quality — Acid-base accounting procedure for acid sulfate  
soils* **ISO 14388-3:2014**

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/559b1549-ab77-4b6f-9edd-b575425e8322/iso-14388-3-2014>  
**Part 3: Suspension peroxide oxidation combined acidity and sulfur  
(SPOCAS) methodology**



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

ISO 14388-3:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/559b1549-ab77-4bfe-9edd-b575435c82e2/iso-14388-3-2014>



### DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

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.....                                                                                                                                                                                                             | v         |
| Introduction.....                                                                                                                                                                                                             | vi        |
| <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>2</b>  |
| <b>4</b> <b>Principe</b> .....                                                                                                                                                                                                | <b>2</b>  |
| 4.1    Acidité réelle et acidité retenue.....                                                                                                                                                                                 | 2         |
| 4.2    Acidité titrable au peroxyde, capacité de neutralisation d'acide en excès et acidité sulfurique potentielle.....                                                                                                       | 2         |
| <b>5</b> <b>Réactifs</b> .....                                                                                                                                                                                                | <b>2</b>  |
| <b>6</b> <b>Appareillage</b> .....                                                                                                                                                                                            | <b>5</b>  |
| <b>7</b> <b>Mode opératoire pour la détermination du <math>pH_{KCl}</math> et de l'ART</b> .....                                                                                                                              | <b>6</b>  |
| 7.1    Préparation de la suspension.....                                                                                                                                                                                      | 6         |
| 7.2    Mesurage du $pH_{KCl}$ .....                                                                                                                                                                                           | 7         |
| 7.3    Mesurage de l'ART.....                                                                                                                                                                                                 | 7         |
| <b>8</b> <b>Calcul de l'ART</b> .....                                                                                                                                                                                         | <b>8</b>  |
| <b>9</b> <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> ..... | <b>9</b>  |
| <b>10</b> <b>Calcul de <math>S_{KCl}</math>, <math>Ca_{KCl}</math> et <math>Mg_{KCl}</math></b> .....                                                                                                                         | <b>9</b>  |
| <b>11</b> <b>Mode opératoire pour la détermination du pH du peroxyde (<math>pH_{Ox}</math>), de l'acidité titrable au peroxyde (ATP) et de la capacité de neutralisation d'acide en excès (<math>CNA_E</math>)</b> .....      | <b>10</b> |
| 11.1    Digestion au peroxyde de l'échantillon.....                                                                                                                                                                           | 10        |
| 11.2    Mesurage du $pH_{Ox}$ .....                                                                                                                                                                                           | 11        |
| 11.3    Modification du carbonate (titrage du HCl jusqu'à pH 4).....                                                                                                                                                          | 12        |
| 11.4    Décomposition de l'excès de peroxyde.....                                                                                                                                                                             | 12        |
| 11.5    Mesurage de l'acidité titrable au peroxyde (ATP).....                                                                                                                                                                 | 13        |
| <b>12</b> <b>Calcul de l'ATP et de la <math>CNA_E</math></b> .....                                                                                                                                                            | <b>14</b> |
| 12.1    Notation.....                                                                                                                                                                                                         | 14        |
| 12.2    ATP sans modification du carbonate.....                                                                                                                                                                               | 15        |
| 12.3 $CNA_E$ (ou ATP) avec modification du carbonate.....                                                                                                                                                                     | 15        |
| <b>13</b> <b>Mode opératoire pour la détermination du soufre peroxyde (<math>S_p</math>), du calcium peroxyde (<math>Ca_p</math>) et du magnésium peroxyde (<math>Mg_p</math>)</b> .....                                      | <b>16</b> |
| <b>14</b> <b>Calcul du soufre peroxyde (<math>S_p</math>), du calcium peroxyde (<math>Ca_p</math>) et du magnésium peroxyde (<math>Mg_p</math>)</b> .....                                                                     | <b>17</b> |
| <b>15</b> <b>Mode opératoire pour la détermination du soufre extractible avec l'acide dans les résidus de sol après oxydation au peroxyde (<math>S_{RSA}</math>)</b> .....                                                    | <b>17</b> |
| 15.1    Généralités.....                                                                                                                                                                                                      | 17        |
| 15.2    Rinçage des résidus de sol digérés au peroxyde, extraction avec de l'acide chlorhydrique à 4 mol/l et détermination du soufre extractible.....                                                                        | 17        |
| <b>16</b> <b>Calcul du <math>S_{RSA}</math></b> .....                                                                                                                                                                         | <b>18</b> |
| 16.1    Calcul de l'acidité attribuée au $S_{RSA}$ (comptage acide-base).....                                                                                                                                                 | 18        |
| <b>17</b> <b>Calcul de l'AST</b> .....                                                                                                                                                                                        | <b>18</b> |
| <b>18</b> <b>Calcul du <math>S_{OXP}</math>, du <math>Ca_A</math> et du <math>Mg_A</math></b> .....                                                                                                                           | <b>18</b> |
| <b>19</b> <b>Fidélité</b> .....                                                                                                                                                                                               | <b>19</b> |
| <b>20</b> <b>Rapport d'essai</b> .....                                                                                                                                                                                        | <b>19</b> |

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

ISO 14388-3:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/559b1549-ab77-4bfe-9edd-b575435c82e2/iso-14388-3-2014>

## 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 procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/CEI, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2 (voir [www.iso.org/directives](http://www.iso.org/directives)).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues (voir [www.iso.org/patents](http://www.iso.org/patents)).

Les éventuelles appellations commerciales utilisées dans le présent document sont données pour information à l'intention des utilisateurs et ne constituent pas une approbation ou une recommandation.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, aussi bien que pour des informations au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC) voir le lien suivant: Avant-propos - Informations supplémentaires.

Le comité responsable du présent document est l'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 — Méthode de comptage acide-base pour les sols sulfatés acides*:

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

## Introduction

La séquence 'SPOCAS' utilise la méthode par oxydation au peroxyde en suspension combinée à l'acidité et aux sulfures (SPOCAS) comme base de détermination d'un comptage acide-base pour les sols sulfatés acides. Comme la séquence au chrome, un processus de type diagramme décisionnel est suivi ([Figure 1](#)). Différents composants de l'acidité et/ou de l'alcalinité du sol sont déterminés en fonction du pH. Une fois le processus du diagramme décisionnel achevé, les différents composants peuvent être utilisés pour effectuer un comptage acide-base.

Les résultats requis pour réaliser le comptage acide-base varient avec l'acidité réelle du sol, comme représenté par le  $\text{pH}_{\text{KCl}}$  dans le Tableau A.2 de la partie 1 de l'ISO 14388<sup>1)</sup> montre les analyses requises pour la séquence SPOCAS. Ce tableau utilise les résultats rapportés en unités d'acidité. Sinon, il est possible d'utiliser des résultats en unités de soufre équivalentes.

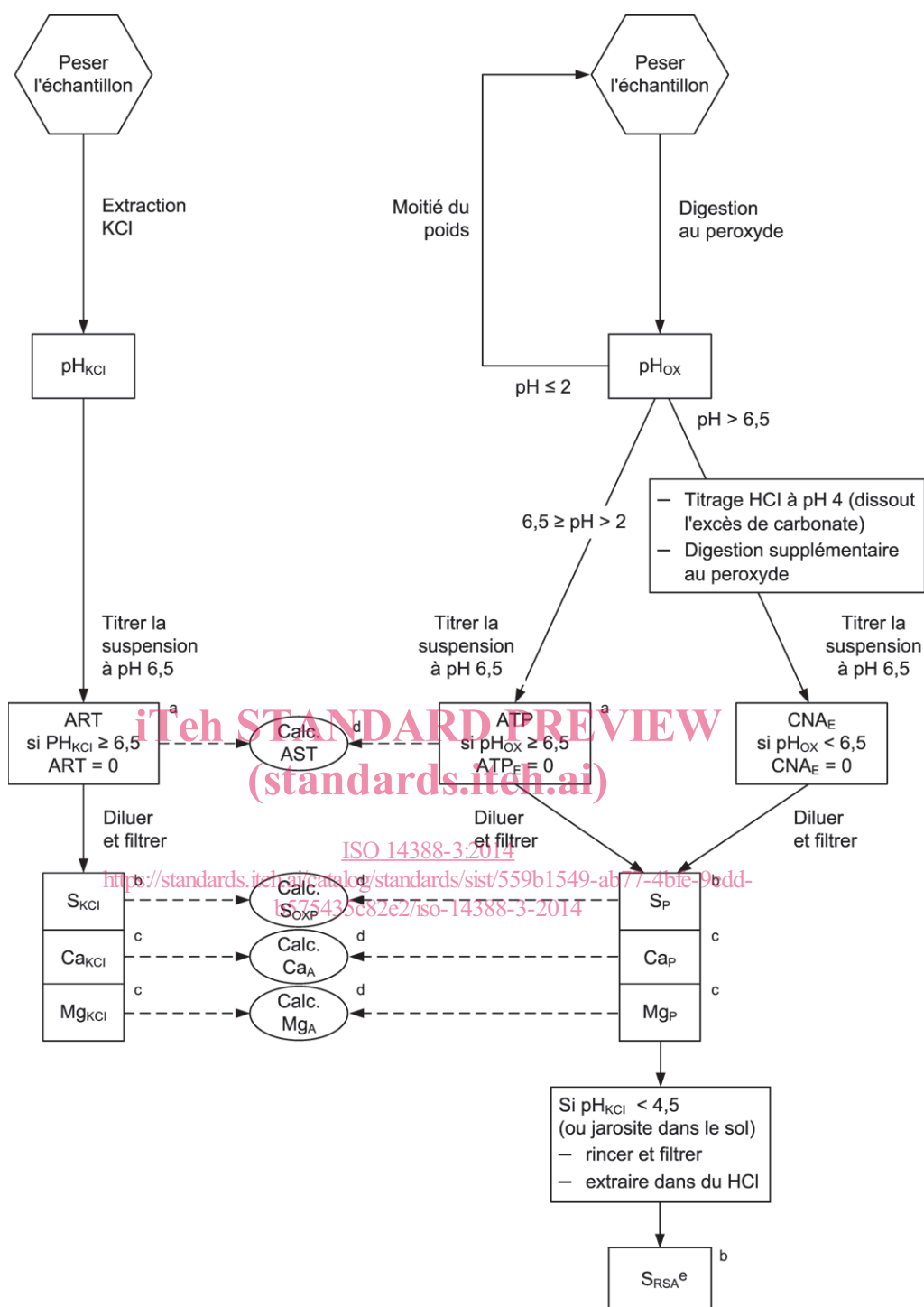
## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 14388-3:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/559b1549-ab77-4bfe-9edd-b575435c82e2/iso-14388-3-2014>

---

1) À publier.



### Légende

- a Titrage de l'acidité      c Neutralisation des cations/acide      e Sinon, le  $S_{SAN}$  peut remplacer le  $S_{RSA}$   
 b Détermination du soufre      d Paramètres calculés

**Figure 1 — Organigramme de la séquence SPOCAS**

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

ISO 14388-3:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/559b1549-ab77-4bfe-9edd-b575435c82e2/iso-14388-3-2014>

# Qualité du sol — Méthode de comptage acide-base pour les sols sulfatés acides —

## Partie 3: Méthode par oxydation au peroxyde en suspension combinée à l'acidité et aux sulfures (SPOCAS)

**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 sont 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 spécifie une séquence de méthodes utilisées pour déterminer l'acidité nette des sols sulfatés acides. La présente partie de l'ISO 14388 décrit une méthode pour la détermination du pH dans une suspension de sol de chlorure de potassium à 1 mol/l ( $\text{pH}_{\text{KCl}}$ ) et si nécessaire, de l'acidité réelle titrable (ART). Le soufre ( $\text{S}_{\text{KCl}}$ ), le calcium ( $\text{Ca}_{\text{KCl}}$ ) et le magnésium ( $\text{Mg}_{\text{KCl}}$ ) extractibles avec le chlorure de potassium sont ensuite déterminés. Sur une autre prise d'essai, après une digestion au peroxyde d'hydrogène à 30 %, le pH peroxyde ( $\text{pH}_{\text{OX}}$ ), l'acidité titrable au peroxyde (ATP) et la capacité de neutralisation d'acide en excès ( $\text{CNA}_{\text{E}}$ ) sont déterminés. Le soufre peroxyde ( $\text{S}_{\text{P}}$ ), le calcium peroxyde ( $\text{Ca}_{\text{P}}$ ) et le magnésium peroxyde ( $\text{Mg}_{\text{P}}$ ) sont ensuite déterminés. Sur les échantillons où de la jarosite est présente, ou si le  $\text{pH}_{\text{KCl}}$  est 4,5, le soufre résiduel soluble dans l'acide ( $\text{S}_{\text{RSA}}$ ) est déterminé sur les résidus de sol restant après la digestion au peroxyde. L'acidité sulfurique titrable (AST), le calcium réactif ( $\text{Ca}_{\text{A}}$ ), le magnésium réactif ( $\text{Mg}_{\text{A}}$ ) et le soufre oxydable au peroxyde ( $\text{S}_{\text{OXP}}$ ) sont ensuite déterminés par soustraction. Pour les échantillons de tourbe contenant des niveaux substantiels de soufre organique, la séquence SPOCAS n'est généralement pas appropriée pour estimer la teneur en sulfures et il convient d'utiliser des méthodes de sulfato-réduction au chrome à la place.

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

ISO 835, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées.*

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.*

### 3 Termes et définitions

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

### 4 Principe

#### 4.1 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** peut être déterminée en tant que soufre résiduel soluble dans l'acide ( $S_{RSA}$ ). Celle-ci est mesurée par l'extraction avec de l'acide chlorhydrique à 4 mol/l des résidus de sol restant après la digestion au peroxyde du sol suite à la détermination de l'acidité titrable au peroxyde (après un lavage approprié des résidus pour retirer le sulfate soluble). Sinon, si l'acidité retenue est mesurée comme la différence entre  $S_{HCl}$  (le soufre mesuré après une extraction avec de l'acide chlorhydrique à 4 mol/l) pendant une nuit d'un sous-échantillon à part et  $S_{KCl}$  (le soufre soluble dans l'acide net  $S_{SAN}$ ). Cette dernière approche est préférable dans les sols fortement organiques où  $S_{SAN}$  peut surestimer l'acidité retenue en raison de la contribution du soufre organique au résultat.

#### 4.2 Acidité titrable au peroxyde, capacité de neutralisation d'acide en excès et acidité sulfurique potentielle

Une autre prise d'essai de sol est digérée avec du peroxyde d'hydrogène à 30 % et l'acidité est générée à partir de l'oxydation des sulfures (et de la matière organique, le cas échéant). Après digestion, le  $pH_{Ox}$  est mesuré sur la solution de digestion. Si le pH après digestion initiale au peroxyde est  $\leq 6,5$ , la solution de KCl est alors ajoutée à l'échantillon qui est ensuite titré jusqu'à pH 6,5 pour déterminer l'acidité titrable au peroxyde (ATP). Si après digestion au peroxyde, le pH est  $> 6,5$  un titrage HCl jusqu'à pH 4 est réalisé, suivi d'une étape de digestion au peroxyde supplémentaire. Cela permet de calculer la capacité de neutralisation d'acide en excès ( $CNA_E$ ), c'est-à-dire la CNA en excès disponible de celle nécessaire pour neutraliser l'acidité potentielle provenant de la présence de sulfures ou d'autres espèces acidifiantes dans le sol.

Après dilution appropriée de la suspension de sol, le soufre peroxyde ( $S_P$ ), le calcium peroxyde ( $Ca_P$ ) et le magnésium peroxyde ( $Mg_P$ ) sont mesurés par une ou des techniques d'analyse appropriées. Ces analytes permettent de calculer divers autres paramètres du sol. La capacité de neutralisation d'acide peut également être calculée à partir des résultats du calcium réactif ( $Ca_A$ ) et du magnésium réactif ( $Mg_A$ ) (c'est-à-dire la différence de quantité de calcium et de magnésium solubles avant et après oxydation au peroxyde).

L'acidité sulfurique potentielle, (l'acidité latente dans les composés de sulfure de fer inorganique réduit), peut être déterminée en tant que soufre oxydable au peroxyde ( $S_{OXP}$ ) (l'acidité calculée entre le soufre peroxyde ( $S_P$ ) et le soufre extractible avec le KCl [ $S_{KCl}$ ]).

### 5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de classe analytique. De l'eau déionisée ou distillée dans du verre 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).

## 5.1 Solutions d'étalonnage pour le pH-mètre

### 5.1.1 Généralités

Pour les déterminations de pH, des solutions tampons spécifiées en 5.1.2 et 5.1.3 sont suffisantes pour l'étalonnage du pH-mètre. Il relève de la responsabilité du laboratoire d'analyses de vérifier l'exactitude des solutions tampons.

NOTE Il est possible d'utiliser des solutions tampons disponibles dans le commerce qui couvrent une plage de pH comparable.

### 5.1.2 Solution tampon, pH 4,00 à 20 °C

Dissoudre  $(10,21 \pm 0,01)$  g de dihydrogénophosphate de potassium ( $\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$ ) dans de l'eau et diluer jusqu'à obtenir 1 000 ml.

### 5.1.3 Solution tampon, pH 6,88 à 20 °C

Dissoudre  $(3,40 \pm 0,005)$  g de dihydrogénophosphate de potassium ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) et  $(3,55 \pm 0,005)$  g de disodium hydrogénophosphate ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ ) dans de l'eau et diluer jusqu'à obtenir 1 000 ml.

### 5.1.4 Solution tampon, pH 9,22 à 20 °C (voir Article 4 de l'ISO 14254:2001)

Dissoudre  $(3,81 \pm 0,005)$  g de tétraborate de disodium décahydraté ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et diluer jusqu'à obtenir 1 000 ml.

NOTE Les solutions tampons spécifiées en 5.1.2, 5.1.3 et 5.1.4 sont stables pendant un mois si elles sont stockées dans des flacons en polyéthylène.

## 5.2 Solution de chlorure de cuivre, 400 mg Cu/l sous forme de $\text{CuCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$

Dissoudre 1,073 g de chlorure de cuivre (II) dihydraté ( $\text{CuCl}_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ ) dans de l'eau et diluer jusqu'à obtenir 1 000 ml à 20 °C.

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

## 5.4 Solution d'acide chlorhydrique, 0,5 mol/l

Ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique concentré (5.3) à environ 700 ml d'eau en agitant. Refroidir jusqu'à température ambiante, transférer dans une fiole volumétrique d'1 l et compléter au trait de jauge. Titrer cette solution par rapport au tétraborate de disodium décahydraté ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ ) et calculer la concentration molaire de la solution d'acide chlorhydrique ( $C_3$ ).

Il est également possible d'utiliser des solutions réalisées en diluant des ampoules disponibles dans le commerce.

## 5.5 Solution d'acide chlorhydrique, 4 mol/l

Ajouter 400 ml d'acide chlorhydrique (5.3) à environ 400 ml d'eau en agitant. Refroidir jusqu'à température ambiante, transférer dans une fiole volumétrique d'1 l et compléter au trait de jauge.

## 5.6 Peroxyde d'hydrogène ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), 30 % (m/m) (peroxyde brut pour la digestion)

**AVERTISSEMENT — LE PEROXYDE D'HYDROGÈNE EST UN OXYDANT CORROSIF. IL FAVORISE L'INFLAMMATION DES MATIÈRES COMBUSTIBLES. ÉVITER LE CONTACT AVEC LA PEAU ET LES YEUX.**

### 5.6.1 Vérification de l'acidité du peroxyde d'hydrogène

Les solutions de peroxyde d'hydrogène (5.6) peuvent contenir une acidité importante, en particulier si le pH est inférieur à 3,5. Si le pH est inférieur à 3,5, il convient alors de quantifier l'acidité du peroxyde d'hydrogène pour vérifier si le blanc présente un niveau élevé inacceptable. Ajouter 20 ml de peroxyde d'hydrogène à 30 % (5.6) dans 30 ml d'eau et noter le pH. Suivre le même mode opératoire que pour une digestion d'échantillon, y compris la décomposition du peroxyde avec une solution de chlorure de cuivre et l'ajout de chlorure de potassium. Mesurer le pH et titrer jusqu'à pH 6,5 (si nécessaire) et calculer l'acidité du blanc. Si le titrage des blancs produit un résultat dépassant l'équivalent de 6 mmol H<sup>+</sup>/kg, passer alors à un autre lot de peroxyde d'hydrogène ayant une acidité plus faible, ou sinon neutraliser partiellement le peroxyde à 30 % jusqu'à un pH d'environ 5,0 avec une solution d'hydroxyde de sodium (5.10.2). Dans tous les cas, répéter la détermination des blancs pour assurer une acidité suffisamment faible.

### 5.6.2 Vérification de la teneur en soufre du peroxyde d'hydrogène

Le soufre étant souvent mesuré dans les solutions après la détermination de l'ATP, il convient de déterminer la teneur en soufre du peroxyde. Les valeurs acceptables pour le soufre sont inférieures à 0,000 5 % de S.

NOTE Les peroxydes de qualité technique ne sont pas recommandés, car ils sont généralement stabilisés à l'acide et leur teneur en soufre et en pH varient considérablement selon les flacons.

### 5.7 Peroxyde d'hydrogène H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 30 % (m/m) (pH ajusté)

NOTE 1 Ce réactif est utilisé pour oxyder les ions ferreux dans le titrage final. Ce réactif n'est destiné à la digestion des échantillons (dans ce cas, voir 5.6).

Si le pH du peroxyde brut (5.6) est inférieur à 5,5, ajuster le pH jusqu'à 5,5 ± 0,1 en ajoutant de l'hydroxyde de sodium à 0,05 mol/l sodium hydroxyde (5.10.2) goutte à goutte en agitant, en s'assurant que cette valeur de pH reste stable par la suite.

NOTE 2 Se référer à l'avertissement en 5.6.

### 5.8 Solution de chlorure de potassium, 1 mol/l

Dissoudre 74,55 g de chlorure de potassium dans de l'eau, transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait de jauge.

### 5.9 Solution de chlorure de potassium, 2,66 mol/l

Dissoudre 198,80 g de chlorure de potassium dans de l'eau, transférer dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait de jauge.

### 5.10 Étalons d'hydroxyde de sodium (NaOH)

#### 5.10.1 Solution d'hydroxyde de sodium à 0,25 mol/l

Dissoudre (10,1 ± 0,1) g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau, transférer entièrement dans une fiole jaugée de 1 000 ml et compléter au trait de jauge. Titrer à l'aide du phtalate d'hydrogène de potassium précédemment séché pendant 4 h à 105 °C et stocké dans un dessiccateur. Calculer la concentration molaire de la solution d'hydroxyde de sodium (C<sub>1</sub>).

Il est également possible d'utiliser des solutions réalisées en diluant des ampoules disponibles dans le commerce.