
**Qualité du sol — Extraction
d'éléments traces à l'aide d'acide
nitrique dilué**

Soil quality — Extraction of trace elements using dilute nitric acid

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 17586:2016](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a287b57-aecf-4f16-b387-858c79182d69/iso-17586-2016)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a287b57-aecf-4f16-b387-858c79182d69/iso-17586-2016>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 17586:2016

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a287b57-accf-4f16-b387-858c79182d69/iso-17586-2016>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

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
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

	Page
Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Interférences	2
6 Réactifs	2
7 Appareillage	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Préparation de l'échantillon.....	3
8.2 Détermination de la teneur en eau.....	4
8.3 Extraction.....	4
8.4 Séparation des phases.....	4
8.5 Essai à blanc.....	4
8.6 Mesurage des éléments traces.....	4
9 Calcul	5
10 Expression des résultats	6
11 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Fidélité	7
Annexe B (informative) Notes concernant l'homogénéisation, la masse initiale de l'échantillon et l'extraction	13
Bibliographie	14

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 (IEC) 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/IEC, 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/IEC, Partie 2 (voir 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 dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information 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](http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a287b57-accf-4116-b387-858c79182d69/iso-17586-2016).

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

Qualité du sol — Extraction d'éléments traces à l'aide d'acide nitrique dilué

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais réalisés conformément à la présente Norme internationale soient exécutés par un personnel ayant reçu une formation adéquate.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode permettant d'extraire des éléments traces du sol à un pH d'environ 0,5 en utilisant une solution diluée d'acide nitrique. Cette méthode permet d'extraire les éléments traces potentiellement disponibles pour l'environnement comme défini dans l'ISO 17402.

La méthode s'applique à tous les sols et matériaux de type sol.

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 11464, *Qualité du sol* — Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques

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

3 Termes et définitions

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

3.1

prise d'essai partie analysée

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

Note 1 à l'article: 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 essai.

Note 2 à l'article: On peut considérer comme prise d'essai une unité ou un prélèvement élémentaire suffisamment homogène et pur(e), de taille appropriée, et qui ne nécessite aucune autre préparation.

[SOURCE: ISO 11074:2005, 4.3.13]

4 Principe

L'échantillon de sol avec une taille de particules < 2 mm est extrait avec une solution d'acide nitrique à $(0,43 \pm 0,02)$ mol/l à un rapport sol:solution de 1:10 (*m/V*) pendant quatre heures à (20 ± 2) °C. Après centrifugation de la suspension, la phase liquide est filtrée à travers un filtre seringue à membrane. La solution est ensuite prête pour le dosage des éléments par des méthodes d'analyse appropriées.

NOTE 1 Le dosage des éléments traces dans les extraits peut être effectué par spectrométrie d'absorption atomique flamme ou avec atomisation électrothermique ou génération d'hydrures, par spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence, par spectrométrie de masse avec plasma induit par haute fréquence ou par toute autre technique sensible.

Le pH après extraction est généralement compris entre 0,5 et 1. Pour des sols fortement calcaires, le pH final doit être inférieur à 1,0. Dans ce cas, il convient de régler le pH en conséquence, sinon la méthode peut ne pas fonctionner convenablement.

NOTE 2 Un pH compris entre 0,5 et 1 est nécessaire pour extraire les éléments traces potentiellement disponibles pour l'environnement comme défini dans l'ISO 17402.

5 Interférences

Les minéraux sulfurés interféreront, par exemple si la pyrite contenue dans le sol ou les sédiments passe de conditions anaérobies à des conditions aérobies et que du sulfure d'hydrogène est libéré par contact avec l'acide nitrique. Les sulfures de métaux lourds précipiteront.

L'extraction s'applique directement à tous les types de sol ayant une teneur en carbonate inférieure à 5 %. Pour s'assurer que les sols contenant davantage de carbonate sont extraits au pH approprié, la quantité d'acide neutralisée par le carbonate du sol doit être prise en compte en ajoutant de l'acide supplémentaire.

STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 17586:2016
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a287b57-aecf-4f16-b387-858c79182d69/iso-17586-2016>

6 Réactifs

Les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique ou supérieure. La valeur du blanc des réactifs doit être nettement inférieure à la plus faible concentration d'élément à déterminer.

6.1 Eau.

Utiliser uniquement de l'eau satisfaisant aux exigences relatives à l'eau de qualité 2 selon l'ISO 3696 (conductivité électrique inférieure à $0,1 \text{ mS m}^{-1}$ équivalente à une résistivité supérieure à $0,01 \text{ M}\Omega \text{ m}$ à 25 °C). Il est recommandé d'utiliser de l'eau provenant d'un système de purification d'eau qui produit de l'eau ultrapure ayant une résistivité supérieure à $0,18 \text{ M}\Omega \text{ m}$.

6.2 Acide nitrique, pour analyse, $w(\text{HNO}_3) = 63 \text{ \%}$ à 68 \% .

6.3 Acide nitrique dilué, 5 mol/l .

Verser 350 ml d'acide nitrique (6.2) dans 500 ml d'eau, refroidir à température ambiante et compléter à 1 litre avec de l'eau dans une fiole jaugée.

6.4 Acide nitrique dilué, $0,43 \text{ mol/l}$.

Diluer 30 ml d'acide nitrique (65 \%) à 1 l d'eau (6.1). Ajouter l'acide nitrique (6.2) à l'eau.

NOTE En utilisant une autre concentration d'acide nitrique (6.2), ajuster la quantité d'acide nitrique pour obtenir $0,43 \pm 0,02 \text{ mol/l}$.

7 Appareillage

Toute la verrerie utilisée doit être soigneusement nettoyée, par exemple avec de l'acide nitrique à 5 %, afin d'éliminer les contaminants.

7.1 Balance, d'une précision de 0,01 g.

7.2 Tubes à essai coniques avec bouchon à vis, d'une capacité nominale de 150 ml à 200 ml, fabriqués en polypropylène ou autre matériau approprié. Vérifier la propreté des tubes et des bouchons avant utilisation.

7.3 Agitateur, par retournement, pouvant effectuer (25 ± 10) rotations par min, placé dans une salle à une température constante de (20 ± 2) °C.

7.4 Filtre à membrane, d'une taille de pore de 0,45 µm, pour raccordement à une seringue à usage unique

7.5 Filtre à membrane, d'une taille de pore de 0,2 µm, pour raccordement à une seringue à usage unique. Si nécessaire, nettoyer le filtre à membrane et la seringue en les rinçant avec de l'acide nitrique à 5 %.

7.6 Seringue en plastique à usage unique, d'un volume nominal de 10 ml ou 20 ml, munie d'un embout Luer Lock.

7.7 Centrifugeuse, capable de centrifuger les tubes à essai (7.2) à au moins 1 000 g.

7.8 Équipement de broyage: concasseur à mâchoires ou broyeur à couteaux.

NOTE En raison du concassage, il peut se produire une contamination de l'échantillon à un point tel qu'elle affecte la concentration de certains constituants étudiés, par exemple cobalt et tungstène provenant d'équipements au carbure de tungstène, ou encore chrome, nickel et molybdène provenant d'équipements en acier inoxydable.

7.9 Matériel de tamisage, à mailles nominales de 2 mm.

NOTE En raison du tamisage, il peut se produire une contamination de l'échantillon à un point tel qu'elle affecte la concentration de certains constituants étudiés, par exemple chrome, nickel et molybdène provenant d'équipements en acier inoxydable ou cuivre et zinc provenant d'équipements en laiton.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon

La méthode peut être appliquée à des échantillons de terrain humide (voir également B.2) et à des échantillons prétraités conformément à l'ISO 11464. L'échantillon pour essai prétraité doit avoir une granulométrie inférieure ou égale à 2 mm. Les matériaux surdimensionnés qui ne sont pas d'origine naturelle doivent être éliminés et si la fraction > 2 mm dépasse 5 % (fraction massique), la totalité de la fraction surdimensionnée doit être séparée par tamisage (7.9) et concassée à l'aide d'un équipement de broyage approprié (7.8) jusqu'à une granulométrie < 2 mm.

La température de séchage ne doit pas dépasser 40 °C.

Le matériau ne doit en aucun cas être finement broyé.

8.2 Détermination de la teneur en eau

Déterminer la teneur en eau comme spécifié dans l'ISO 11465 en utilisant une prise d'essai distincte.

8.3 Extraction

8.3.1 À l'aide d'une pipette ou d'un distributeur, ajouter 100,0 ml de solution d'acide nitrique à $(0,43 \pm 0,02)$ mol/l (6.4) à $(10 \pm 0,1)$ g de la prise d'essai de sol (8.1) dans un tube à essai approprié (7.2).

8.3.2 À l'aide d'une pipette, ajouter, goutte à goutte, 0,50 ml d'acide nitrique à 5 mol/l (6.4) pour chaque fraction massique de carbonate de calcium, en pourcentage, supérieure à 5 %.

8.3.3 Fermer le tube à essai avec un bouchon à vis, le placer dans un agitateur par retournement (7.3) et extraire le sol à une température ambiante de (20 ± 2) °C et à une vitesse de (25 ± 10) tours par min pendant (240 ± 10) min.

NOTE Après l'addition d'acide nitrique, en cas d'effervescence, attendre que le moussage cesse avant de poursuivre.

8.4 Séparation des phases

8.4.1 Placer les tubes à essai fermés dans une centrifugeuse et séparer la phase solide par centrifugation à 1 000 g ou plus pendant 10 min.

8.4.2 Rincer le filtre à membrane et la seringue avec au moins 1 ml de solution d'extraction et éliminer la solution de rinçage.

8.4.3 Filtrer une quantité appropriée pour l'analyse ultérieure (par exemple 10 ml) du liquide surnageant directement à partir du tube à essai d'échantillon en le poussant à travers une seringue équipée d'un filtre seringue à membrane de 0,45 µm à usage unique.

8.4.4 Conserver l'extrait acide dans un tube à essai conique propre.

NOTE L'extrait étant déjà acide, l'addition supplémentaire n'est pas nécessaire pour la stabilisation.

8.5 Essai à blanc

Soumettre au moins un blanc au même mode opératoire d'extraction.

8.6 Mesurage des éléments traces

Pour déterminer la fraction d'éléments extraite avec une solution d'acide nitrique à 0,43 mol/l, il convient d'analyser la solution d'extraction avec une méthode d'analyse suffisamment sensible pour déterminer des concentrations de l'ordre du µg/l. Utiliser la spectrométrie d'émission atomique avec plasma induit par haute fréquence décrite dans l'ISO 22036, la spectrométrie de masse avec plasma à couplage inductif décrite dans l'ISO 17294-2, ou les méthodes d'absorption atomique décrites dans l'ISO 11047 ou l'ISO 20280. Pour une détermination par spectrométrie d'absorption atomique avec atomisation électrothermique (ET-AAS), il convient d'utiliser des programmes de température soigneusement conçus en relation avec le modificateur de matrice approprié. Appliquer une adaptation de la matrice aux solutions d'étalonnage. Toujours s'attendre à des concentrations de blanc non négligeables qui doivent être prises en compte.

9 Calcul

Soustraire la concentration d'un élément dans le blanc de la concentration dans la solution échantillon. Calculer la fraction massique d'élément extractible conformément à la Formule (1) pour des échantillons séchés à l'air ou à la Formule (2) pour un échantillon de terrain humide.

Échantillon séché à l'air:

$$w_{x_{\text{air}}} = \frac{\rho_B \cdot V \cdot F \cdot (100 + w_{\text{H}_2\text{O}})}{m_o \cdot 100} \quad (1)$$

Échantillon de terrain humide. L'équation apporte une correction pour la dilution par l'eau présente dans l'échantillon:

$$w_{x_{\text{humide}}} = \rho_B \cdot F \cdot \left[\frac{V}{m_d} + \frac{w_{\text{H}_2\text{O}}}{\rho_{\text{H}_2\text{O}} \cdot 100} \right] \quad (2)$$

Déterminer la teneur en eau conformément à l'ISO 11465 et calculer à l'aide de la Formule (3).

Teneur en eau en %:

$$w_{\text{H}_2\text{O}} = \frac{m_o - m_d}{m_d} \cdot 100 \quad (3)$$

où

$w_{x_{\text{air}}}$ ou $w_{x_{\text{humide}}}$ est la fraction massique extractible à l'acide nitrique d'un élément (x) dans le sol, en microgrammes par kilogramme, $\mu\text{g}/\text{kg}$;

ρ_B est la concentration corrigée du blanc de l'élément (x), en microgrammes par litre, $\mu\text{g}/\text{l}$;

V est le volume d'acide nitrique ajouté à l'échantillon de sol, en litres (0,1 l nominal);

F est le facteur de dilution, V_{fin}/V_i ; V_i est l'aliquote prélevée d'acide nitrique, diluée au volume V_{fin} de solution d'analyse;

m_o est la masse initiale de l'échantillon séché à l'air ou de l'échantillon de terrain frais, en kilogrammes (kg);

m_d est la masse de sol, séchée conformément à l'ISO 11465, en kilogrammes (kg);

$w_{\text{H}_2\text{O}}$ est le pourcentage d'eau dans l'échantillon de sol, déterminé conformément à l'ISO 11465;

$\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ est la masse volumique de l'eau, généralement prise égale à 1 kg/l.

De plus, la concentration de l'élément extrait, ρ_M , en $\mu\text{g}/\text{dm}^3$, déterminée comme spécifié dans l'ISO 11465, peut être calculée conformément à la Formule (4).

$$\rho_M = w_x \cdot \rho_d \quad (4)$$

où ρ_d est la masse volumique apparente du sol sec, déterminée lors d'une analyse distincte, en kilogrammes par décimètre cube (kg/dm^3).

10 Expression des résultats

Consigner dans le rapport les résultats exprimés en $\mu\text{g}/\text{kg}$.

EXEMPLE 1 $w_{\text{Pb}} = 20,3 \mu\text{g}/\text{kg}$.

EXEMPLE 2 $w_{\text{Cd}} = 1,3 \mu\text{g}/\text{kg}$.

Le nombre de décimales consigné dépendra généralement de la fidélité de la méthode d'analyse utilisée ou des limites de dosage. En règle générale, il convient de consigner les résultats avec trois décimales significatives, mais uniquement avec deux, voire une seule, au voisinage de la limite de dosage.

11 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir au moins les informations suivantes:

- a) une référence à la présente Norme internationale, à savoir l'ISO 17586;
- b) l'identification de l'échantillon;
- c) les détails relatifs au prétraitement de l'échantillon, en indiquant si l'échantillon a été utilisé tel que recueilli sur le terrain (humide ou séché à l'air);
- d) la teneur en matière sèche conformément à l'ISO 11465;
- e) le résultat du dosage des éléments traces conformément à la méthode d'analyse utilisée;
- f) tous les détails non spécifiés dans la présente norme ou qui sont facultatifs, et toute circonstance ayant pu influencer sur le résultat.

ISO 17586:2016
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/7a287b57-aecf-4f16-b387-858c79182d69/iso-17586-2016>

Annexe A (informative)

Fidélité

Une comparaison inter-laboratoires, concernant le dosage d'éléments traces par extraction à l'aide d'acide nitrique dilué conformément à la présente Norme internationale, a été réalisée au début de l'année 2015. Les extraits ont été mesurés à l'aide de la méthode appliquée dans les laboratoires individuels. La plupart des éléments ont été analysés par ICP avec détection AES ou MS. Un laboratoire a utilisé la méthode AAS (y compris la correction du bruit de fond pour le deutérium), ainsi que la technique hydrure pour l'arsenic. Les résultats finaux sont donnés dans les [Tableaux A.2](#) et [A.3](#). Un rapport plus détaillé est disponible à l'adresse www.wepal.nl.

L'essai statistique a été réalisé conformément à la série ISO 5725. Six échantillons ont été utilisés dans le cadre du programme d'évaluation des laboratoires d'analyse (WEPAL) et distribués à 17 laboratoires participants. Il convient que chaque échantillon de sol soit extrait quatre fois conformément à l'ISO 17586 et mesuré conformément aux modes opératoires d'analyse utilisés au laboratoire.

Six échantillons de sol ont été utilisés; ils présentaient des propriétés de sol différentes ([Tableau A.1](#)) et des teneurs différentes en éléments traces ([Tableaux A.2](#) et [A.3](#)):

Tableau A.1 — Valeurs de consensus des paramètres généraux du sol dans les sols analysés

Paramètre	1	2	3	4	5	6
Argile (%)	13,3	25,2	22,0	26,7	13,6	8,9
Matière organique (perte au feu) (%)	5,6	5,3	5,3	12,0	3,0	2,1
CaCO ₃ (%)	9,0	8,4	2,8	8,4	0	1,8

Tous les matériaux utilisés étaient des matériaux homogénéisés et concassés. Ils ont été tamisés (0,5 mm) et répartis dans des récipients contenant chacun 100 g de sol. Avant d'expédier les échantillons, on s'est appuyé sur des résultats d'essai antérieurs pour vérifier si les sols étaient répartis de manière homogène dans les récipients et on a procédé à une analyse spécifique des concentrations totales dans un ensemble de 10 pots sélectionnés au hasard. Les participants ont transmis leurs résultats sous forme électronique à l'adresse www.wepal.nl.

Les valeurs aberrantes ont été identifiées en utilisant le test de Cochran et le test de Grubbs décrits dans l'ISO 5725-2. Bien qu'il ait été demandé aux laboratoires d'analyser quatre répliqués, deux laboratoires ont mesuré deux répliqués et un laboratoire a mesuré trois répliqués. Les résultats de la validation sont récapitulés dans les [Tableaux A.2](#) et [A.3](#). Dans ces tableaux, nous avons ajouté la concentration totale mesurée en utilisant de l'eau régale. La concentration mesurée après extraction, en utilisant l'ISO 17586, fait partie de la concentration totale.

Le [Tableau A.2](#) décrit les résultats obtenus par plus de quatre laboratoires participants. Pour la plupart des éléments, la répétabilité et la reproductibilité sont celles attendues pour une telle analyse, et la méthode est validée pour ces éléments (tous les éléments figurant dans le [Tableau A.2](#), à l'exception de B, Mo et Se). Des valeurs plus élevées sont obtenues pour B, Mo et Se. Pour Mo et Se, cela est dû aux faibles concentrations, alors que la valeur plus élevée pour B montre que cette méthode est moins adaptée pour cet élément.

Le [Tableau A.3](#) récapitule les résultats relatifs aux éléments, obtenus par quatre laboratoires participants ou moins. La répétabilité et la reproductibilité des éléments sont données à titre indicatif dans le [Tableau A.3](#). Pour l'élément Sn, des valeurs de répétabilité et de reproductibilité élevées sont obtenues.