

PROJET DE NORME INTERNATIONALE

ISO/DIS 17586

ISO/TC 190/SC 3

Secrétariat: DIN

Début de vote:
2013-09-04

Vote clos le:
2013-12-04

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

Soil quality — Extraction of trace elements using dilute nitric acid

ICS: 13.080.10

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

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.



Numéro de référence
ISO/DIS 17586:2013(F)

© ISO 2013

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

Notice de droit d'auteur

Ce document de l'ISO est un projet de Norme internationale qui est protégé par les droits d'auteur de l'ISO. Sauf autorisé par les lois en matière de droits d'auteur du pays utilisateur, aucune partie de ce projet ISO ne peut être reproduite, enregistrée dans un système d'extraction ou transmise sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, les enregistrements ou autres, sans autorisation écrite préalable.

Les demandes d'autorisation de reproduction doivent être envoyées 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
Web www.iso.org

Toute reproduction est soumise au paiement de droits ou à un contrat de licence.

Les contrevenants pourront être poursuivis.

Sommaire

Page

1	Domaine d'application	1
2	Références normatives	1
3	Principe.....	1
4	Interférences	1
5	Réactifs.....	2
6	Appareillage	2
7	Mode opératoire.....	3
7.1	Préparation de l'échantillon	3
7.2	Détermination de la teneur en eau.....	3
7.3	Extraction	3
7.4	Séparation des phases	3
7.5	Essai à blanc.....	3
7.6	Mesurage des éléments traces	4
8	Calcul	4
9	Expression des résultats	5
10	Rapport d'essai.....	5
Annexe A (informative) Fidélité		6
Annexe B (informative) Notes concernant l'homogénéisation, la masse initiale de l'échantillon et l'extraction.....		7
B.1	Homogénéisation d'échantillons fraîchement recueillis	7
B.2	Extraction d'horizons organiques	7
B.3	Extraction d'horizons réductomorphiques.....	7

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 17586 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques du sol*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard available on
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/17586-2018/accf-4f16-b387-858c79182d69/iso-17586-2018>

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

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.

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

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 3696:1991, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 11074, *Qualité du sol — Vocabulaire*

ISO 11464:1994, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques*

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

3 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 120 min 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 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, ce qui est nécessaire pour extraire les métaux potentiellement disponibles pour l'environnement comme défini dans l'ISO 17402. 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.

4 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.

5 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.

5.1 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 $25 \text{ }^\circ\text{C}$). 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 $0,18 \text{ M}\Omega \text{ m}$.

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

5.3 Acide nitrique dilué, 5 mol/l .

Verser 347 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.

5.4 Acide nitrique dilué, $0,5 \text{ mol/l}$.

A l'aide d'une pipette, introduire $100,0 \text{ ml}$ d'acide nitrique (6.3) dans une fiole jaugée et compléter à 1 litre avec de l'eau (6.1).

6 Appareillage

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

6.1 Balance, d'une précision de $0,01 \text{ g}$.

6.2 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.

6.3 Agitateur, par retournement, pouvant effectuer (25 ± 10) rotations par min, placé dans une salle à une température constante de $(20 \pm 2) \text{ }^\circ\text{C}$.

6.4 Filtre seringue à membrane pour assemblage avec une seringue à usage unique

Raccorder un filtre seringue à membrane, ayant une taille de pore de $0,45 \text{ }\mu\text{m}$, à une seringue à usage unique à embout Luer lock. Si nécessaire, nettoyer le filtre à membrane et la seringue en les rinçant avec de l'acide nitrique à $5 \text{ } \%$.

Si le liquide surnageant après filtration est trouble, répéter la filtration en utilisant un filtre à membrane de $0,2 \text{ }\mu\text{m}$.

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

6.6 Centrifugeuse, capable de centrifuger les tubes à essai (7.2) à au moins $1\,000 \text{ g}$.

6.7 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.

6.8 Matériel de tamisage à mailles nominales de 2 mm ou 4 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.

7 Mode opératoire

7.1 Préparation de l'échantillon

Prétraiter l'échantillon conformément à l'ISO 11464. L'échantillon pour essai 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 (7.8) et concassée à l'aide d'un équipement de fragmentation approprié (7.7) jusqu'à une granulométrie < 2 mm.

Les matériaux surdimensionnés d'origine naturelle (par exemple pierres, gravillons, brindilles) dans l'échantillon doivent être séparés et leur masse totale déterminée, puis doivent être éliminés. La fraction surdimensionnée, qui a été réduite à une granulométrie < 2 mm, doit être mélangée et homogénéisée avec l'échantillon pour essai. Si l'échantillon pour laboratoire ne peut pas être tamisé en raison d'une teneur élevée en eau, il est permis dans ce cas uniquement de réduire la teneur en eau jusqu'à ce que l'échantillon pour laboratoire puisse être tamisé.

La température de séchage ne doit pas dépasser 25 °C.

Le matériau ne doit en aucun cas être finement broyé.

7.2 Détermination de la teneur en eau

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

7.3 Extraction

A 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). A l'aide d'une pipette, ajouter 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 %. 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 (120 ± 5) min.

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

7.4 Séparation des phases

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. Rincer le filtre seringue à membrane et la seringue avec au moins 1 ml de solution d'extraction et éliminer la solution de rinçage. 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. Conserver l'extrait acide dans un tube à essai conique propre.

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

7.5 Essai à blanc

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

7.6 Mesurage des éléments traces

Pour déterminer la fraction d'éléments extraite avec une solution d'acide nitrique à 0,5 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 de l'ISO 17294-2 ou les méthodes d'absorption atomique de l'ISO 11047 ou de 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.

8 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 l'Équation (1) pour des échantillons séchés à l'air ou à l'Équation (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 :

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

Déterminer la fraction de matière sèche conformément à l'ISO 11465 et calculer selon l'Équation (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, µg/kg ;

ρ_B est la concentration corrigée du blanc de l'élément (x), en microgrammes par litre, µg/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 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 l'Équation (4).

$$\rho_{\text{M}} = w_x \cdot \rho_{\text{d}} \quad (4)$$

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 .

9 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.

10 Rapport d'essai

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

- une référence à la présente Norme internationale (ISO 17586) ;
- l'identification de l'échantillon ;
- 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) ;
- la teneur en matière sèche conformément à l'ISO 11465 ;
- le résultat du dosage des éléments traces conformément à la méthode d'analyse utilisée ;
- tous les détails non spécifiés dans la présente norme ou qui sont facultatifs, et toute circonstance ayant pu influencer sur le résultat.