

---

---

**Qualité du sol — Modes opératoires de  
lixiviation en vue d'essais chimiques  
et écotoxicologiques ultérieurs des  
sols et matériaux analogues au sol —**

Partie 4:

**Essai de dépendance au pH avec ajout  
initial d'acide/de base**

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

*Soil quality — Leaching procedures for subsequent chemical and  
ecotoxicological testing of soil and soil-like materials —*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5c11c1b7-338c-458b-8811-9210ca6bf83c/iso-21268-4-2019>

**Part 4: Influence of pH on leaching with initial acid/base addition**



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

ISO 21268-4:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb1c1b7-338c-458b-8811-9210ca6bf83c/iso-21268-4-2019>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée 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 401 • Ch. de Blandonnet 8  
CH-1214 Vernier, Genève  
Tél.: +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         |
| <b>1</b> <b>Domaine d'application</b> .....   | <b>1</b>  |
| <b>2</b> <b>Références normatives</b> .....   | <b>2</b>  |
| <b>3</b> <b>Termes et définitions</b> .....   | <b>2</b>  |
| <b>4</b> <b>Principe</b> .....  | <b>3</b>  |
| <b>5</b> <b>Réactifs</b> .....  | <b>4</b>  |
| <b>6</b> <b>Appareillage</b> .....  | <b>4</b>  |
| <b>7</b> <b>Prétraitement des échantillons</b> .....  | <b>6</b>  |
| 7.1    Préparation de l'échantillon pour laboratoire et spécification de la granulométrie.....  | 6         |
| 7.2    Préparation de l'échantillon pour essai.....   | 7         |
| 7.3    Détermination des teneurs en matière sèche et en eau.....  | 7         |
| 7.4    Préparation de la prise d'essai.....   | 7         |
| <b>8</b> <b>Mode opératoire</b> .....   | <b>8</b>  |
| 8.1    Temps de contact.....  | 8         |
| 8.2    Plage de pH.....   | 8         |
| 8.3    Essai de lixiviation.....  | 8         |
| 8.3.1    Généralités.....   | 8         |
| 8.3.2    Préparation des lixiviants.....  | 8         |
| 8.3.3    Étape de lixiviation.....  | 10        |
| 8.3.4    Étape de séparation liquide/solide.....  | 11        |
| 8.4    pH naturel.....  | 12        |
| 8.5    Préparation supplémentaire de l'éluat pour l'analyse.....  | 12        |
| 8.6    Essai à blanc.....   | 12        |
| <b>9</b> <b>Calculs</b> .....   | <b>13</b> |
| <b>10</b> <b>Rapport d'essai</b> .....  | <b>13</b> |
| <b>11</b> <b>Dosage analytique</b> .....  | <b>14</b> |
| 11.1    Généralités.....  | 14        |
| 11.2    Informations concernant les essais à blanc.....   | 14        |
| <b>12</b> <b>Caractéristiques de performance</b> .....  | <b>14</b> |
| <b>Annexe A (informative) Exemple de mode opératoire de séparation liquide-solide<br/>spécifique des échantillons de sol</b> .....                  | <b>15</b> |
| <b>Annexe B (informative) Mise en œuvre et utilisations de l'essai — Influence du pH sur le<br/>comportement à la lixiviation</b> .....             | <b>17</b> |
| <b>Annexe C (informative) Détermination préliminaire de la consommation d'acide/de base</b> .....   | <b>21</b> |
| <b>Annexe D (informative) Données de répétabilité et de reproductibilité</b> .....  | <b>26</b> |
| <b>Annexe E (informative) Calcul de la durée de centrifugation en fonction de la vitesse de<br/>centrifugation et des dimensions du rotor</b> ..... | <b>30</b> |
| <b>Bibliographie</b> .....  | <b>32</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 (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](http://www.iso.org/directives)).

L'attention est attirée 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](http://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 nature volontaire des normes, 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'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: [www.iso.org/iso/fr/avant-propos](http://www.iso.org/iso/fr/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 7, *Évaluation des impacts*.

Cette première édition de l'ISO 21268-4 annule et remplace l'ISO/TS 21268-4:2007, qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications apportées par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- modification de la granulométrie maximale de la prise d'essai, qui est à présent inférieure à 2 mm, ce qui correspond à une valeur habituelle pour les sols;
- mise à jour des références de [l'Article 2](#) et de la Bibliographie;
- révision technique de [l'Article 12](#) «Caractéristiques de performance»;
- ajout de [l'Annexe D](#), informative «Données de répétabilité et de reproductibilité»;
- ajout d'une nouvelle [Annexe E](#), informative «Calcul de la durée de centrifugation en fonction de la vitesse de centrifugation et des dimensions du rotor».

Une liste de toutes les parties de la série ISO 21268 se trouve sur le site web de l'ISO.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse [www.iso.org/fr/members.html](http://www.iso.org/fr/members.html).

## Introduction

Des essais ont été mis au point dans plusieurs pays pour caractériser et évaluer les substances pouvant être relarguées à partir de matériaux. Le relargage de substances solubles au contact de l'eau est considéré comme le principal mécanisme de relargage, qui se traduit par un risque potentiel pour l'environnement lors de l'utilisation ou de l'élimination de ces matériaux. L'objectif de ces essais est d'identifier les propriétés de lixiviation des matériaux. La complexité du processus de lixiviation nécessite des simplifications<sup>[1]</sup>.

Tous les aspects pertinents du comportement à la lixiviation ne peuvent être traités dans une seule norme.

Les essais destinés à caractériser le comportement des matériaux peuvent généralement être divisés en trois catégories traitées dans l'ISO 18772 et l'EN 12920. La relation entre ces essais est résumée ci-après.

Les essais de «caractérisation de base» sont utilisés pour obtenir des informations sur le comportement à la lixiviation à court et à long terme, ainsi que les propriétés caractéristiques des matériaux. Le rapport liquide/solide (L/S), la composition du lixiviant, les facteurs contrôlant la lixivabilité, tels que le pH, le potentiel redox, la complexation, le rôle du carbone organique dissous (COD), le vieillissement des matériaux et les paramètres physiques, sont repris dans ces essais.

Les essais de «conformité» sont utilisés pour déterminer si le matériau est conforme à un comportement ou à des valeurs de référence spécifiques. Les essais portent plus particulièrement sur des variables clés et sur le comportement à la lixiviation préalablement identifié par des essais de caractérisation de base.

Les essais de «vérification sur site» sont utilisés comme contrôle rapide pour confirmer que le matériau est le même que celui qui a été soumis à un ou plusieurs essais de conformité. Les essais de vérification sur site ne sont pas nécessairement des essais de lixiviation.

Le mode opératoire de l'essai décrit dans la présente méthode appartient à la catégorie a), essais de «caractérisation de base».

[ISO 21268-4:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb1c1b7-338c-458b-8811-920a083e20-1268-42019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb1c1b7-338c-458b-8811-920a083e20-1268-42019>

Le présent document a été élaboré dans un premier temps sur la base de la CEN/TS 14429:2005. Elle a ensuite été modifiée notamment pour tenir compte des exigences relatives aux essais écotoxicologiques et à l'analyse ultérieurs des substances organiques. De plus, les résultats de validation obtenus pour la méthode US-EPA<sup>[5]</sup> ont été intégrés.

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

ISO 21268-4:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb1c1b7-338c-458b-8811-9210ca6bf83c/iso-21268-4-2019>

# Qualité du sol — Modes opératoires de lixiviation en vue d'essais chimiques et écotoxicologiques ultérieurs des sols et matériaux analogues au sol —

## Partie 4:

## Essai de dépendance au pH avec ajout initial d'acide/de base

### 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie un essai permettant d'obtenir des informations sur le comportement à la lixiviation à court terme et à long terme ainsi que sur les propriétés caractéristiques des matériaux.

Le présent document a été conçu pour étudier le relargage, en fonction du pH, de substances organiques et inorganiques à partir du sol et des matériaux analogues au sol et produire des éluats destinés aux essais écotoxicologiques ultérieurs. Pour en savoir plus sur les essais écotoxicologiques, voir l'ISO 15799 et l'ISO 17616. L'état d'équilibre tel que défini dans le présent document s'obtient en ajoutant des quantités prédéterminées d'acide ou de base afin d'atteindre les valeurs de pH finales désirées.

NOTE 1 Les substances organiques volatiles incluent les substances de faible masse moléculaire contenues dans des mélanges tels que les huiles minérales.

NOTE 2 Il n'est pas toujours possible d'optimiser les conditions d'essai à la fois pour les substances organiques et les substances inorganiques, et les conditions d'essai optimales peuvent également varier entre différents groupes de substances organiques. Pour les substances organiques, les exigences des essais sont généralement plus contraignantes que pour les substances inorganiques. En général, les conditions d'essai adaptées pour mesurer le relargage des substances organiques seront également applicables aux substances inorganiques.

NOTE 3 Au sein de la catégorie des substances organiques, une différence de comportement notable existe entre les composés les plus polaires, relativement solubles dans l'eau et les substances organiques hydrophobes (COH), apolaires. Concernant ces derniers, les mécanismes de relargage (par exemple liés à des particules ou liés au carbone organique dissous) peuvent avoir plus d'importance, de même que les pertes dues à la sorption de COH solubles sur différents matériaux avec lesquels ils entrent en contact (par exemple flacons, filtres). Il convient d'utiliser les essais et les résultats pour la lixiviation des substances organiques, uniquement en ayant une connaissance approfondie des propriétés spécifiques des substances en question et des problèmes potentiels qui y sont associés.

NOTE 4 Pour les essais écotoxicologiques, des éluats représentant le relargage des substances à la fois organiques et inorganiques sont nécessaires. Dans le présent document, les essais écotoxicologiques englobent les essais génotoxicologiques.

Cette méthode d'essai produit des éluats qui peuvent ensuite être caractérisés par des méthodes physiques, chimiques et écotoxicologiques selon des méthodes normalisées existantes. L'essai n'est pas adapté aux substances qui sont volatiles dans des conditions ambiantes.

Pour les besoins des essais écotoxicologiques, la plage de pH applicable (voir [8.2](#)) sera généralement comprise entre 5 et 9.

L'essai est principalement destiné aux fins de contrôle et d'analyse de routine, et il ne peut être utilisé seul pour décrire toutes les propriétés de lixiviation d'un sol. D'autres essais sont nécessaires pour atteindre cet objectif plus large. Le présent document ne traite pas des problèmes liés à la santé et à la sécurité. Il permet uniquement de déterminer les propriétés de lixiviation telles que décrites à [l'Article 5](#).

## 2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 5667-3, *Qualité de l'eau — Échantillonnage — Partie 3: Conservation et manipulation des échantillons d'eau*

ISO 7027-1, *Qualité de l'eau — Détermination de la turbidité — Partie 1: Méthodes quantitatives*

ISO 10523, *Qualité de l'eau — Détermination du pH*

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.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>;
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>.

**3.1** **essai de lixiviation** ISO 21268-4:2019  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb1c1b7-338c-458b-8811-9210ca6b83e4/iso-21268-4-2019>  
essai au cours duquel un matériau est mis en contact avec un *lixiviant* (3.2) dans des conditions strictement définies et durant lequel certaines des substances du matériau sont extraites

**3.2** **lixiviant**  
liquide utilisé lors d'un *essai de lixiviation* (3.1)

Note 1 à l'article: Pour les besoins du présent document, le lixiviant est spécifié en 6.1.

**3.3** **éluat**  
solution obtenue après un *essai de lixiviation* (3.1)

Note 1 à l'article: L'éluat est également appelé «lixiviât».

**3.4** **rapport liquide/solide**  
rapport L/S  
rapport entre le volume total de liquide (L, en litres), qui est en contact avec l'échantillon de sol au cours de cette extraction, et la masse sèche de l'échantillon (S, en kg de matière sèche)

Note 1 à l'article: Le rapport L/S est exprimé en litres par kilogramme (l/kg).

**3.5** **taux de matière sèche**  
**teneur en matière sèche**  
 $w_{ms}$   
rapport, exprimé en pourcentage, de la masse du résidu sec, déterminée conformément à l'ISO 11465, sur la masse brute correspondante



### 3.6 taux d'humidité teneur en eau

$w_{H_2O}$

rapport exprimé en pourcentage de la masse d'eau contenue dans le matériau tel qu'il est reçu sur la masse du résidu sec correspondant du matériau

Note 1 à l'article: Dans le présent document, le calcul du taux d'humidité repose sur la masse du résidu sec, comme spécifié dans l'ISO 11465 (pour la détermination de la teneur en eau du sol).

### 3.7 échantillon pour laboratoire

échantillon ou sous-échantillon(s) envoyé(s) au laboratoire ou reçu(s) par celui-ci

### 3.8 échantillon pour essai

échantillon préparé à partir de l'échantillon pour laboratoire (3.7) et duquel des prises d'essai (3.9) sont prélevées pour essai ou analyse

### 3.9 prise d'essai

quantité appropriée de matériau pour la mesure de la concentration ou d'autres propriétés pertinentes, prélevée sur l'échantillon pour essai (3.8)

Note 1 à l'article: La prise d'essai peut être prélevée directement sur l'échantillon pour laboratoire (3.7) si aucune préparation de l'échantillon n'est requise, mais elle est généralement prélevée à partir de l'échantillon pour essai préparé.

Note 2 à l'article: Une unité ou un incrément d'homogénéité, de dimension et de finesse appropriées, ne nécessitant aucune préparation supplémentaire, peut constituer une prise d'essai.

### 3.10 matériau analogue au sol

ensemble des terres excavées, des matériaux de dragage, des sols artificiels, des sols traités et des matériaux de remblai

## 4 Principe

Les prises d'essai qui, soit d'origine, soit après un prétraitement, ont une granulométrie inférieure ou égale à 2 mm, sont mises en contact avec une eau à faible concentration en chlorure de calcium (0,001 mol/l) ou avec de l'eau déminéralisée (5.1), dans des conditions spécifiées. Différentes prises d'essai (jusqu'à huit) sont lixiviées à un rapport L/S fixé (L/S = 10 l/kg) avec des lixiviants contenant des quantités prédéfinies d'acide ou de base, afin d'obtenir des valeurs de pH stationnaires au terme de la période d'extraction (voir 8.4). Chaque lixiviant est ajouté en trois étapes au début de l'essai. Dans l'essai complet, huit valeurs de pH finales sont requises, couvrant la plage de pH 4 à pH 12 (les deux valeurs extrêmes étant incluses, c'est-à-dire valeur minimale 4 et valeur maximale 12). Les quantités d'acide ou de base nécessaires pour couvrir la plage de pH peuvent être déduites à partir des résultats d'un titrage préliminaire, de données expérimentales disponibles sur le matériau soumis à l'essai ou d'une division arbitraire de la consommation maximale prédéfinie d'acide et de base. Les essais sont effectués pendant un temps de contact fixe, au terme duquel l'état d'équilibre peut être supposé atteint pour la plupart des substances de la majorité des matériaux analogues au sol à caractériser. L'état d'équilibre tel que défini dans le présent document est vérifié à la fin de la période d'extraction.

Les résultats sont exprimés en milligrammes par litre (mg/l) de substances pour chaque valeur finale de pH. En outre, pour chaque valeur finale de pH, la quantité d'acide ajoutée est exprimée en moles

de H<sup>+</sup> par kilogramme de matière sèche et la quantité de base ajoutée est exprimée en moles de H<sup>+</sup> consommées par kilogramme de matière sèche.

NOTE 1 Cet essai peut aussi être effectué en utilisant un contrôle continu du pH. Les résultats sont généralement cohérents (voir [Annexe B](#)).

NOTE 2 Les résultats peuvent être exprimés dans d'autres unités (y compris en mg/kg de matière sèche).

Il est également possible de déterminer la capacité de neutralisation acide (CNA) ou la capacité de neutralisation basique (CNB) du sol ou du matériau analogue au sol à partir de la quantité d'acide et de base utilisée pour atteindre un pH final spécifique.

NOTE 3 La plage de pH couverte par le présent essai peut être limitée à une plage de valeurs spécifiquement adaptée au matériau et au problème considéré (voir [8.2](#)).

NOTE 4 La concentration du lixiviant en CaCl<sub>2</sub> est de 0,001 mol/l afin de réduire le plus possible la mobilisation du COD due à une force ionique trop faible du lixiviant. Avec une concentration de 0,001 mol/l de CaCl<sub>2</sub>, la complexation des métaux avec le chlorure est considérée comme négligeable.

Les substances des éluats sont mesurées par des méthodes conçues pour l'analyse de l'eau et adaptées afin de satisfaire aux critères d'analyse des éluats. Les éluats peuvent également être utilisés lors d'essais d'écotoxicité ou de génotoxicité ultérieurs.

Après l'essai, les conditions de lixiviation (en termes de pH, de conductivité électrique, de COD et éventuellement de turbidité et de potentiel redox imposés par le matériau) sont enregistrées.

NOTE 5 Le comportement à la lixiviation des matériaux analogues au sol est souvent fonction de ces paramètres. Ces derniers jouent donc un rôle important dans la vérification de l'essai de lixiviation.

ITEH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 5 Réactifs

Les réactifs utilisés doivent avoir une pureté de qualité analytique.  
ISO 21268-4:2019  
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/21268-4:2019/9210ca6bf83c/iso-21268-4-2019

**5.1 Eau déminéralisée, eau déionisée ou eau d'une pureté équivalente** (5 < pH < 7,5), avec une conductivité < 0,5 mS/m conformément à la qualité 3 spécifiée dans l'ISO 3696, amenée à **0,001 mol/l de CaCl<sub>2</sub>**.

**5.2 Chlorure de calcium** (CaCl<sub>2</sub> · 2 H<sub>2</sub>O), de qualité analytique.

**5.3 Azoture de sodium** (NaN<sub>3</sub>), de qualité analytique.

**5.4 Acide nitrique** (HNO<sub>3</sub>) pour analyse, de 0,1 mol/l à 5 mol/l, et appliqué en solution de rinçage à 0,1 mol/l.

**5.5 Hydroxyde de sodium** (NaOH) ou **hydroxyde de potassium** (KOH), de 0,1 mol/l à 5 mol/l.

NOTE L'utilisation de KOH au lieu de NaOH peut améliorer la lixiviation de certains cations tels que NH<sub>4</sub><sup>+</sup> et Cs<sup>+</sup> par échange de cations.

**5.6 Solvant organique (acétone, de qualité analytique)** pour le rinçage et le nettoyage.

## 6 Appareillage

**6.1 Verre borosilicaté**, d'une grande pureté conformément à l'ISO 5667-3, possédant un volume nominal de 1 l, les **flacons en verre** étant munis de bouchons en matériau inerte, par exemple en polytétrafluoroéthylène (PTFE). Le rinçage est impératif et il convient de s'assurer que les flacons précédemment utilisés ne présentent aucun niveau de fond d'analyte.

NOTE 1 Si seuls des paramètres inorganiques sont analysés, d'autres matériaux sont adaptés pour les flacons, comme le PEHD/PP, excepté pour les échantillons non préservés servant à l'analyse du mercure.

NOTE 2 Pour empêcher la dégradation des composés organiques sous l'effet de la lumière, conserver le produit à l'abri de la lumière, utiliser un flacon en verre ambré, ou entourer le matériel de lixiviation d'une feuille d'aluminium.

Si des analyses du bore sont nécessaires, il est possible d'utiliser n'importe quelle bouteille en plastique, par exemple en polytétrafluoréthylène (PTFE).

Le volume de 1 l est choisi en fonction de la masse,  $m_s$ , de 60 g, afin de réduire au minimum l'espace libre dans la bouteille. Pour  $m_s = 15$  g et 30 g, des bouteilles de 250 ml et 500 ml respectivement doivent être utilisées. Dans le cas des matériaux de faible densité, il peut s'avérer nécessaire de s'écarter de cette exigence tout en essayant de réduire au minimum l'espace libre. Il convient de mentionner cet écart.

NOTE 3 Un verre de haute qualité est jugé adéquat pour les substances métalliques et organiques, en particulier du fait que la plage de pH normalement couverte durant l'essai du sol n'atteint pas les conditions ( $\text{pH} > 12$  et  $\text{pH} < 3$ ) dans lesquelles le verre lui-même peut être partiellement dissous. Pour les essais d'écotoxicité, des éluats avec à la fois des substances inorganiques et organiques sont nécessaires, ce qui renforce le besoin de générer des éluats intégrés.

NOTE 4 Un traitement thermique à 550 °C de la verrerie utilisée peut être appliqué pour éliminer les traces d'analytes. Cependant, il a été montré que ce traitement favorise l'augmentation de l'adsorption des substances organiques de l'air.

**6.2 Agitateur à retournements** (5 r/min à 10 r/min) ou **table à rouleaux** effectuant environ 10 r/min. D'autres dispositifs d'agitation peuvent être utilisés s'il est prouvé qu'ils peuvent fournir des résultats équivalents. Les dispositifs d'agitation ci-dessus sont préconisés, car il convient d'éviter toute abrasion excessive risquant de réduire de manière significative la taille des particules.

**6.3 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 MPa). Le rinçage est impératif. Lorsque des substances semi-volatiles sont analysées, un appareil de filtration sous vide ne doit pas être utilisé.

**6.4 Filtres à membrane, de 0,45 µm**, pré-rincés ou nettoyés de manière similaire [par exemple, rincés avec du  $\text{HNO}_3$  (5.4) à 0,1 mol/l puis à l'eau (5.1)] (uniquement pour l'analyse de substances inorganiques).

Les filtres doivent être choisis de sorte qu'ils n'adsorbent (ou ne relarguent) pas les substances d'intérêt.

NOTE Ceci peut faire l'objet d'un essai lors d'expérimentations préliminaires.

**6.5 Filtres en fibres de verre**, ayant un degré de séparation de 0,7 µm.

Les filtres doivent être choisis de sorte qu'ils n'adsorbent (ou ne relarguent) pas les substances d'intérêt.

NOTE Ceci peut faire l'objet d'un essai lors d'expérimentations préliminaires.

**6.6 Matériel de tamisage**, avec des tamis à mailles nominales de 2 mm.

NOTE En raison du tamisage, il peut se produire une pollution de l'échantillon atteignant un tel niveau qu'elle modifie la lixiviation de certaines substances d'intérêt, par exemple le chrome, le nickel et le molybdène des équipements en acier inoxydable ou les plastifiants des tamis en plastique.

**6.7 Centrifugeuse**, fonctionnant de 20 000 g à 30 000 g, utilisant des tubes à centrifuger en éthylène-propylène fluoré (FEP) ou constitués d'un autre matériau inerte vis-à-vis des composés inorganiques et organiques et adapté à la centrifugation à haute vitesse.

NOTE L'éventuelle sorption de substances organiques hydrophobes sur les tubes à centrifuger peut faire l'objet d'un essai lors d'expérimentations préliminaires.

Si aucune centrifugeuse à haute vitesse n'est disponible, il est également permis d'utiliser une centrifugeuse fonctionnant de 2 000 g à 2 500 g avec des flacons en verre, en augmentant la durée de centrifugation. Un refroidissement doit être prévu pour maintenir la température désirée.

**6.8 Flacons en verre**, munis de bouchons à vis et d'un revêtement en polytétrafluoroéthylène (PTFE) pour la centrifugation.

**6.9 Dispositif de mesure de la conductivité électrique.**

**6.10 pH-mètre**, conforme à l'ISO 10523.

**6.11 Potentiomètre redox** (facultatif).

**6.12 Balance**, d'une précision d'au moins 0,1 g.

**6.13 Diviseur d'échantillon**, pour le quartage des échantillons pour laboratoire (facultatif).

**6.14 Turbidimètre**, comme spécifié dans l'ISO 7027-1.

**6.15 Équipement de fragmentation**, concasseur à mâchoires.

NOTE En raison du fractionnement granulométrique, il peut se produire une pollution de l'échantillon atteignant un tel niveau qu'elle modifie la lixiviation de certaines substances d'intérêt, par exemple le chrome, le nickel et le molybdène des équipements en acier inoxydable.

(standards.iteh.ai)

## 7 Prétraitement des échantillons

ISO 21268-4:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb1c1b7-338c-458b-8811-9210ca00183c/iso-21268-4-2019>

### 7.1 Préparation de l'échantillon pour laboratoire et spécification de la granulométrie

Un échantillon pour laboratoire représentatif d'au moins 2 kg (de matière sèche) est prélevé (par exemple, comme indiqué dans la série de l'ISO 18400 et dans l'ISO 23909) et doit être conservé à basse température (4 °C) dans des emballages scellés, afin d'éviter toute altération indésirable du matériau (voir par exemple l'ISO 18400-105).

L'essai doit être réalisé sur un sol ou un matériau analogue au sol de granulométrie < 2 mm obtenu par tamisage (par exemple, comme indiqué dans l'ISO 11464). Les matériaux de fraction granulométrique supérieure d'origine naturelle dans l'échantillon doivent être triés et éliminés. Le type ainsi que la quantité des matériaux écartés doivent être enregistrés. En présence de matériaux de fraction granulométrique supérieure d'origine anthropique, et si ceux-ci sont présumés contenir des substances d'intérêt, cette partie peut faire l'objet d'autres formes de préparation d'échantillon et d'essai.

Si l'échantillon pour laboratoire ne peut pas être homogénéisé ou tamisé en raison de son taux d'humidité, il est permis, dans ce cas uniquement, de le sécher (conformément à l'ISO 11464). La température de séchage ne doit pas dépasser 30 °C.

NOTE 1 Le tamisage et le séchage à une température de plus de 30 °C, ainsi que le concassage, peuvent engendrer des pertes de certaines substances semi-volatiles (inorganiques et organiques) et altérer les caractéristiques de lixiviation.

NOTE 2 En raison du tamisage, il peut se produire une pollution de l'échantillon atteignant un tel niveau qu'elle modifie la lixiviation de certaines substances d'intérêt, par exemple le chrome, le nickel et le molybdène des équipements en acier inoxydable ou les plastifiants des tamis en plastique.

## 7.2 Préparation de l'échantillon pour essai

Utiliser un diviseur d'échantillon (6.13) ou recourir au quartage pour diviser l'échantillon pour laboratoire et obtenir un échantillon pour essai. La taille de l'échantillon pour essai requise est fonction du volume d'éluat nécessaire à l'objectif spécifique visé et de l'analyse chimique et/ou des essais écotoxicologiques ultérieurs à réaliser sur l'éluat.

NOTE 1 Des volumes plus importants d'éluat peuvent être produits en associant les éluats de réplicats d'essais après centrifugation (ou filtration), si cela se révèle nécessaire pour l'analyse chimique ou les essais écotoxicologiques. En variante, des volumes plus importants d'éluat peuvent également être produits en un seul essai, sous réserve de conserver les rapports en termes de L/S et d'espace libre minimal.

NOTE 2 La quantité requise des échantillons pour essai est fonction de la distribution granulométrique du sol à analyser (voir l'ISO 23909). La quantité d'échantillon spécifiée sera généralement appropriée. Pour des cas spécifiques, une quantité d'échantillon plus petite peut être acceptée si, par exemple, pour des raisons spécifiques une quantité inférieure de matériau est disponible, dans la mesure où la réalisation de l'essai peut se dérouler comme spécifié en 7.2 à 7.4.

## 7.3 Détermination des teneurs en matière sèche et en eau

L'ensemble de l'échantillon pour essai, en conformité avec le critère de taille du 7.2, ne doit plus être séché. Le taux d'humidité de l'échantillon pour essai doit être déterminé sur une prise d'essai séparée, à une température de  $(105 \pm 5)$  °C. Si, avant les essais, l'échantillon de sol est séché à l'air, le taux de matière sèche  $w_{ms}$  de l'échantillon séché à l'air doit également être déterminé. Il doit être pris en compte lors de l'ajustement du rapport L/S. La masse sèche de l'échantillon doit être déterminée à  $(105 \pm 5)$  °C conformément à l'ISO 11465 et la teneur en matière sèche est calculée à partir de la Formule (1):

$$w_{ms} = 100 \times m_s / m_H \quad (\text{standards.iteh.ai}) \quad (1)$$

où

ISO 21268-4:2019

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb1c1b7-338c-458b-8811-](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/5cb1c1b7-338c-458b-8811-9310ca6b83c/iso-21268-4-2019)

9310ca6b83c/iso-21268-4-2019

$w_{ms}$  est la teneur en matière sèche, exprimée en pourcentage (%);

$m_s$  est la masse de l'échantillon séché, exprimée en kilogrammes (kg);

$m_H$  est la masse de l'échantillon non séché, exprimée en kilogrammes (kg).

La teneur en eau ( $w_{H_2O}$  en %) est calculée à partir de la Formule (2):

$$w_{H_2O} = 100 \times (m_H - m_s) / m_s \quad (2)$$

NOTE Si l'échantillon de sol contient des composés volatils ou instables, cette méthode gravimétrique ne peut pas être utilisée pour déterminer précisément la teneur en eau.

## 7.4 Préparation de la prise d'essai

Préparer au moins huit prises d'essai à partir de l'échantillon pour essai. Suivant l'hétérogénéité de l'échantillon et les exigences en termes de volume d'éluats pour analyse, la masse de la prise d'essai doit être  $m_s = (15 \pm 1)$  g,  $(30 \pm 1)$  g ou  $(60 \pm 1)$  g [avec une précision de 0,1 g (6.12)] de matière sèche ( $m_s$ ) selon la Formule (3):

$$m = 100 \times m_s / w_{ms} \quad (3)$$

Utiliser un diviseur d'échantillon (6.13) ou recourir au quartage pour diviser l'échantillon.

NOTE La division ou le quartage d'échantillon peut donner lieu à une perte des substances semi-volatiles (inorganiques et organiques).