

ISO/TC 134

Secrétariat: ISIRI

Début de vote:
2020-08-17

Vote clos le:
2020-10-12

Dosage du soufre total dans les engrais par combustion à haute température

Determination of total sulphur in fertilizers by high temperature combustion

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0041-affe-2ad1-48f5-baa4-5fafc4974470/iso-fdis-22887>

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.

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.



Numéro de référence
ISO/FDIS 22887:2020(F)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0041-affe-2adf-48f5-baa4-5fafc4974470/iso-fdis-22887>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Appareillage, matériel et réactifs	1
5.1 Généralités.....	1
5.2 Appareillage.....	2
5.2.1 Appareillage A: Combustion suivie d'une détection par conductivité thermique... 2	
5.2.2 Appareillage B: Combustion suivie d'une détection infrarouge à gamme unique.. 2	
5.3 Matériel, réactifs et consommables.....	3
5.3.1 Matériel.....	3
5.3.2 Réactifs.....	3
5.3.3 Consommables.....	4
6 Courbe de calibration et facteur journalier	4
7 Préparation des échantillons d'essai (échantillons analytiques)	4
7.1 Engrais liquides.....	4
7.2 Engrais solides.....	5
8 Dosage	5
9 Calculs et contrôle qualité	5
9.1 Calculs.....	5
9.2 Contrôle qualité.....	6
Annexe A (informative) Essai interlaboratoires	7
Bibliographie	9

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 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).

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.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 134, Engrais, amendements et substances bénéfiques.

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.

Introduction

L'élaboration de la présente norme est justifiée par le fait qu'il est nécessaire de disposer de nouvelles techniques de laboratoires, plus rapides, pour le dosage du soufre total dans les matières fertilisantes. Il existe de nombreuses méthodes validées et documentées pour le dosage du soufre total, mais elles sont chronophages et, dans certains cas, nécessitent l'utilisation de produits chimiques dangereux (par exemple du brome ou de l'acide perchlorique pour n'en citer que quelques-uns). Ces méthodes reposent également sur la compétence du chimiste/de l'analyste, et la technique de laboratoire est un élément critique pour produire des résultats précis et reproductibles.

La combustion en tant qu'outil analytique a été largement améliorée au cours de ces dernières années et, dans certains laboratoires, cette technique est couramment utilisée. Divers détecteurs sont couplés à un four (chambre de combustion) et la teneur en analyte concerné dans les gaz produits est déterminée.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0041-affe-2adf-48f5-baa4-5fafc4974470/iso-fdis-22887>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0041-af6c-2adf-48f5-baa4-5fafc4974470/iso-fdis-22887>

Dosage du soufre total dans les engrais par combustion à haute température

1 Domaine d'application

La présente norme a pour but de fournir une technique de détermination de la teneur en soufre total dans les engrais et amendements.

La présente méthode est applicable à la détermination de la concentration en soufre total dans les engrais solides et liquides et dans leurs matières premières dans la plage de 1 % à 97 %.

2 Références normatives

Les documents suivants, sont référencés dans le texte de sorte que tout ou partie de leur contenu constitue des exigences de ce 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 8157, *Engrais et amendements* — Vocabulaire

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 8157, *Engrais et amendements* — Vocabulaire, s'appliquent.

L'ISO et la CEI gèrent des bases de données terminologiques destinées à la normalisation aux adresses suivantes:

- Plateforme de navigation ISO Online disponible sur <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible sur <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

Ce mode opératoire implique la conversion des espèces de soufre (S) des engrais et produits de référence chimiques en SO₂ par combustion à une température > 1 100 °C, suivie d'une mesure avec détection par conductivité thermique (TCD) ou détection infrarouge (IR), exprimée en pourcentage en masse (w/w %). Dans le cas de la détection par conductivité thermique et lorsque des mesures simultanées d'autres éléments, tels que le carbone (C), l'hydrogène (H) ou l'azote (N), sont réalisées, une séparation intermédiaire du SO₂ par adsorption/désorption thermique est nécessaire.

5 Appareillage, matériel et réactifs

5.1 Généralités

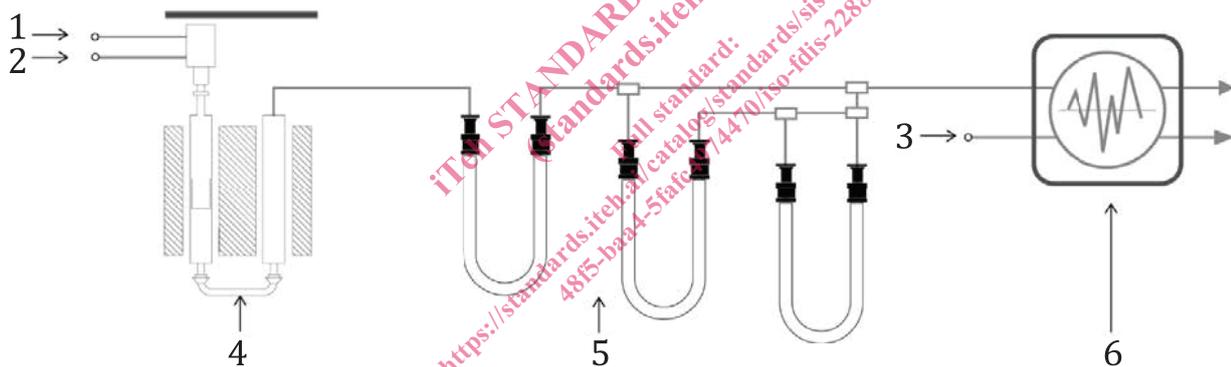
Attention: Une manipulation incorrecte pendant l'analyse élémentaire ayant recours à une combustion comporte un risque de brûlures, car certains composants de l'instrument sont très chauds. Même après avoir mis l'instrument hors tension, certains composants restent chauds pendant un long moment. Des brûlures graves peuvent se produire en cas d'une utilisation inappropriée de l'instrument. Suivre les instructions d'utilisation spécifiques du fabricant pour une manipulation en toute sécurité.

Les dosages de soufre total peuvent être réalisés avec plusieurs types d'appareillages selon la méthode de détection choisie.

5.2 Appareillage

5.2.1 Appareillage A: Combustion suivie d'une détection par conductivité thermique

Pour les instruments du type de l'appareillage A illustré à la [Figure 1](#), le soufre sous forme de SO₂ est déterminé par TCD avec de l'hélium ou de l'argon comme gaz vecteur, ce qui permet une analyse multi-élément. Avec cette configuration, il convient d'introduire la prise d'essai dans la zone de combustion en faisant en sorte d'éliminer la contamination atmosphérique. De l'oxygène est ajouté à la prise d'essai à une température > 1 100 °C, ce qui convertit tous les éléments en leur espèce gazeuse complètement oxydée. Un catalyseur, tel que de l'oxyde de tungstène (VI) (WO₃), placé à l'intérieur du tube de combustion, sert à faciliter l'oxydation. Après la combustion, les gaz passent dans un environnement réducteur et un épurateur d'halogène afin, respectivement, de convertir les espèces de NO_x en N₂ et d'éliminer les contaminants halogènes. Les autres composants gazeux résultant de la combustion, CO₂, H₂O et SO₂, sont épurés ou adsorbés sur des colonnes d'adsorption/de désorption thermique spécifiques de l'analyte. Le N₂ n'est pas adsorbé et s'écoule directement vers le détecteur par conductivité thermique. Chaque composé CO₂, H₂O et SO₂ est désorbé séquentiellement après la mesure complète des éléments précédents par TCD, ce qui permet une séparation nette des espèces de l'analyte. Les matériaux de purification tels que les absorbeurs physiques ou chimiques, peuvent être placés entre le four et le détecteur afin d'éliminer le CO₂ et/ou H₂O si la détermination de C et/ou de H n'est pas souhaitée. A l'aide d'une courbe de calibration, un logiciel de traitement convertit ensuite le signal du pic de SO₂ en un pourcentage en masse de S dans l'échantillon.



Légende

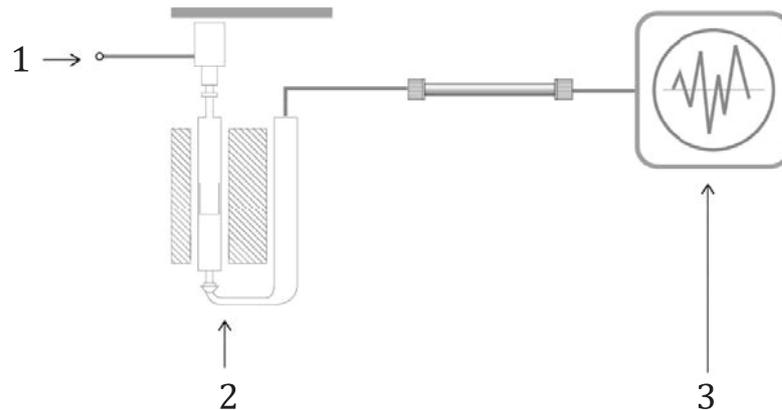
- 1 gaz vecteur He / Ar
- 2 entrées d'oxygène
- 3 Gaz de référence He / Ar
- 4 combustion et réduction
- 5 séparation des gaz
- 6 détection (TCD)

Figure 1 — Système de mesure type multi-éléments utilisant des séparations par adsorption/désorption et une TCD

5.2.2 Appareillage B: Combustion suivie d'une détection infrarouge à gamme unique

Pour les instruments du type de l'appareillage B illustré à la [Figure 2](#), le soufre sous forme de SO₂ est déterminé par un détecteur IR spécifique du soufre avec de l'oxygène comme gaz vecteur. La prise d'essai est introduite dans la zone de combustion, où l'oxygène associé à une température > 1 100 °C convertit le S en SO₂. Un catalyseur, tel que de l'oxyde de tungstène (VI) (WO₃), placé à l'intérieur du tube de combustion, sert à faciliter l'oxydation. Le flux de gaz est séché avant d'entrer dans le détecteur. A l'aide d'une courbe de calibration, un logiciel de traitement convertit ensuite le signal du pic de SO₂ en

un pourcentage en masse de S dans l'échantillon. Pour de meilleurs résultats avec ce type d'appareillage, suivre les instructions spéciales de [l'Article 6](#).



Légende

- 1 gaz vecteur d'oxygène
- 2 combustion
- 3 détection (IR)

Figure 2 — Analyseur type mesurant uniquement le soufre par combustion avec détection IR spécifique du SO₂

5.3 Matériel, réactifs et consommables

5.3.1 Matériel

- a) Balance analytique d'une résolution d'au moins 0,1 mg;
- b) Conteneurs de prises d'essai généralement feuille d'étain ou creuset en céramique;
- c) Presse manuelle de pastilles pour transformer les matériaux pulvérulents en pastilles;
- d) Presse de scellement de capsule pour former un joint à froid étanche au gaz sur la capsule en étain qui retient les matériaux liquides.

5.3.2 Réactifs

5.3.2.1 Hélium ou argon d'une pureté minimale de 99,995 %

5.3.2.2 Oxygène d'une pureté minimale de 99,5 %

5.3.2.3 Granulés d'oxyde de tungstène (VI) (WO₃), granulométrie env. 0,5 mm à 2 mm, minimum 99,7 % pureté — fournis par le fabricant de l'instrument.

5.3.2.4 Poudre d'oxyde de tungstène (VI) (WO₃) comme additif de l'échantillon, minimum 99,7 % pureté — fournie par le fabricant de l'instrument

5.3.2.5 Fils de cuivre, environ. 0,5 mm de longueur — fournis par le fabricant de l'instrument

5.3.2.6 Fils d'oxyde de cuivre, environ. 0,5 mm de longueur — fournies par le fabricant de l'instrument

5.3.2.7 Catalyseur Pt, Dessiccateur 5 % sur Al₂O₃, granulé — fourni par le fabricant de l'instrument