NORME INTERNATIONALE

ISO 14388-1

Première édition
2014-08-01

Version corrigée
2014-09-15

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

Partie 1: Introduction et définitions, symboles et acronymes, échantillonnage et préparation des échantillons

Soil quality — Acid-base accounting procedure for acid sulfate soils —

Part 1: Introduction and definitions, symbols and acronyms, sampling and sample preparation

Numéro de référence
ISO 14388-1:2014(F)

© ISO 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
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 **2**
4 Abréviations **9**
5 Principe **9**
6 Appareillage **9**
7 Échantillonnage et prétraitement des échantillons sur le terrain **10**
8 Prétraitement des échantillons en laboratoire **10**
8.1 Généralités 10
8.2 Séchage 11
8.3 Élimination des matériaux > 2 mm 11
8.4 Broyage final de l'échantillon pour laboratoire 12
8.5 Stockage et archivage des échantillons 12
9 Calcul des matières étrangères **13**
10 Rapport de prétraitement **13**
11 Calcul du potentiel acidifiant du sol sulfaté acide à l'aide d'une méthode de comptage acide-base **14**
11.1 Généralités 14
11.2 Mode opératoire 14
11.3 Calcul 15
Annexe A (normative) **Comptage acide-base par séquence au chrome et par séquence SPOCAS** **17**
Bibliographie **19**

© ISO 2014 – Tous droits réservés

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).

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).

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)*

La présente version corrigée de l'ISO 14388-1:2014 a pour objet la correction de l'élément introductif du titre dans lequel l'expression «Qualité de l'eau» a été remplacée par «Qualité du sol».

 © ISO 2014 – Tous droits réservés

Introduction

Les sols sulfatés acides sont un groupe complexe de sols et de sédiments majoritairement côtiers et situés en basses terres qui contiennent des sulfures de fer et/ou leurs produits d'oxydation. Habituellement, le sulfure présent est la pyrite (FeS_2), mais dans certains cas, la présence de « monosulfures » de fer peut être importante. Les sols sulfatés acides se rencontrent surtout dans les régions tropicales et subtropicales, mais peuvent être présents également dans les régions tempérées et subarctiques. Conservés dans des conditions réduites et dans un sol gorgé d'eau, la pyrite et les autres sulfures présents dans ces sols ne s'oxydent pas, et les sols dans cet état portent le terme générique de sols potentiellement sulfatés-acides. Lorsque ces sols sont exposés à l'oxygène de l'atmosphère et l'oxygène dissous suite à une perturbation quelconque, les sulfures qu'ils contiennent s'oxydent et se transforment en ions sulfates et ferriques qui acidifient simultanément le sol. L'oxydation complexe de la pyrite par l'oxygène est généralement représentée par la Formule (1):

$$FeS2 + {}^{15}/_{4}\ O2 + {}^{7}/_{2}\ H2O \rightarrow Fe(OH)3 + 4\ H^{+} + 2\ SO4^{2-} \quad (1)$$

Cependant, l'oxydation de la pyrite ne se réalise pas toujours sur une courte période, ce qui génère des produits d'oxydation différents de l'hydroxyde de fer et l'acide sulfurique qui se forment fréquemment. La *jarosite* [$KFe_3(SO_4)_2(OH)_6$], minéral constitué d'hydroxysulfates de fer, peut être un produit visible du processus d'oxydation dans le sol sulfaté acide. Ces produits de l'oxydation ainsi que d'autres ions métalliques provenant du sol (par exemple l'aluminium) qui se dissolvent sous l'effet de l'acide peuvent avoir des conséquences délétères sur l'environnement, l'agronomie et l'économie. Quand le pH de ces sols est inférieur ou égal à 4 (suite à l'oxydation des sulfures), on les appelle généralement des sols sulfatés-acides réels (SSAR). Lorsqu'un sol potentiellement sulfaté acide contient du carbonate ou d'autres minéraux présentant une capacité de neutralisation de l'acide (CNA; par exemple la calcite sous forme de coquilles finement divisées), ils ne peuvent pas s'acidifier lorsqu'ils s'oxydent.

En raison du grand nombre de réactions chimiques complexes possibles, la caractérisation des sols sulfatés-acides qui utilise des méthodes d'analyse peut être un processus complexe, mais il est crucial d'effectuer une caractérisation correcte pour la gestion de ces sols. Une analyse chimique fournit les données nécessaires pour évaluer le potentiel acidifiant de ces sols. À partir de ces données, un comptage acide-base peut être obtenu dans le but de déterminer le dosage des amendements alcalins qui traiteront entièrement toute acidité nette. Une fois dosés correctement, il convient que ces sols ne génèrent aucune acidité, ce qui réduit le risque de conséquences négatives sur l'environnement et/ou sur les éventuelles infrastructures.

Théoriquement, la meilleure manière d'évaluer le potentiel acidifiant de ces sols est de réaliser une procédure «comptage acide-base» (CAB) qui détermine les quantités d'«acidité sulfurique potentielle», d'«acidité existante» et de «capacité de neutralisation d'acide» (CNA). Ces composants du comptage acide-base peuvent être déterminés séparément par les différentes méthodes d'essai de la présente série ISO 14388. Une fois que les composants individuels sont déterminés, l'acidité nette peut être calculée comme suit:

acidité nette = acidité sulfurique potentielle + acidité existante - CNA

Plusieurs approches existent pour déterminer l'«acidité sulfurique potentielle» (c'est-à-dire l'acidité qui peut être générée par l'oxydation peut sulfures). La teneur en sulfures peut être mesurée soit par des méthodes de réduction (par exemple soufre réductible dans le chrome (S_{RC}), soit par des méthodes d'oxydation (par exemple soufre oxydable au peroxyde S_{OXP}). L'acidité sulfurique générée par ces sols peut alors être calculée à partir de la teneur en sulfures déterminée. Sinon, l'acidité sulfurique potentielle peut être mesurée directement par titrage, suite à l'oxydation accélérée des sulfures au peroxyde d'hydrogène (c'est-à-dire l'acidité sulfurique titrable [AST]).

L'acidité existante peut être présente dans le sol à la suite d'une oxydation précédente de sulfures. Si cette acidité est présente sous des formes échangeables et/ou solubles, elle est appelée "acidité réelle". Elle est mesurée par le titrage à pH 6,5 d'une suspension de sol contenant 1 mol/l de chlorure de potassium (KCl) et est appelée «acidité réelle titrable» (ART). Les suspensions de sol dont les valeurs de pH_{KCl} sont supérieures ou égales à 6,5 sont considérées comme ne présentant aucune acidité réelle.

© ISO 2014 – Tous droits réservés

L'acidité supplémentaire présente peut également se trouver dans des phases d'hydroxysulfates de fer et d'aluminium modérément solubles, comme la jarosite. Cette composante de l'acidité existante est appelé «acidité retenue». Elle peut être estimée par la détermination du soufre soluble dans l'acide net (SNAS) ou du soufre résiduel soluble dans l'acide (SRSA); elle est généralement mesurée sur des sols dont le pH_{KCl} est < 4,5, et/ou sur des sols où de la jarosite a été identifiée.

Si le pH_{KCl} d'un sol est > 6,5, il est possible qu'il contienne une certaine CNA (par exemple sous la forme de $CaCO_3$ issu de coquilles). La CNA peut être déterminée à l'aide de différentes méthodes (par exemple au carbone inorganique [C_{IN}], à l'aide d'un four de combustion, ou par digestion acide suivie du titrage de l'acide n'ayant pas réagi [CNA_{RT}]).

Ces composants individuels peuvent être combinés en séquences analytiques qui rationalisent le processus du comptage acide-base. La Figure 1 représente les options possibles pour l'analyse des sols sulfatés acides. Les deux suites analytiques principales, la séquence au chrome et la séquence SPOCAS sont représentées respectivement sur les Figures 2 et 3.

La séquence au chrome combine les mesures de S_{RC} aux différentes mesures d'acidité existante et à la CNA à l'aide d'un diagramme décisionnel basé sur la valeur du pH_{KCl}. Dans les sols où le pH_{KCl} est supérieur à 6,5 et donc quand la CNA est potentiellement présente, la CNA peut être estimée à l'aide de différentes méthodes comme l'analyse du (C_{IN}) et la CNA par titrage en retour(CNA_{RT}). Lorsque le pH_{KCl} est inférieur à 6,5, le sol contient une acidité existante. Elle peut être mesurée par l'ART. Si le pH_{KC} < 4,5, le sol peut également contenir une acidité retenue en plus de l'acidité réelle. L'acidité retenue peut être déterminée en tant que S_{SAN} conformément à la partie 2 de l'ISO 14388, à l'aide de l'approche du diagramme décisionnel (Figure 2). De cette manière, un comptage acide-base complet du sol peut être réalisé. Dans de nombreuses situations, une mesure du S_{RC} seul ne constitue pas un comptage acide-base correct.

La méthode SPOCAS (méthode par oxydation au peroxyde en suspension combinée à l'acidité et aux sulfures) combine le calcul du S_{OXP} et de l'AST au mesurage des cations alcalins (calcium et magnésium) rendus solubles par la digestion au peroxyde. Pour les sols où la capacité de neutralisation d'acide est supérieure à l'acidité potentielle des sulfures présents (c'est-à-dire quand les sols sont «auto-neutralisants»), un titrage utilisant de l'acide chlorhydrique peut être réalisé pour quantifier cette capacité de neutralisation de l'acide en excès (CNA_E). La méthode SPOCAS complète mesure également l'acidité existante sous forme d'ART, et évalue l'acidité retenue dans les minéraux d'aluminium et de fer modérément solubles à partir du mesurage du S_{RSA} des résidus de sol suite à la digestion au peroxyde.

La séquence dite SPOCAS utilise la méthode SPOCAS comme base de détermination d'un bilan acide-base. Comme la séquence au chrome, un processus de type diagramme décisionnel est suivi (Figure 3). 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.

L'approche de la séquence au chrome présente l'avantage d'être une séquence d'analyses plus économique et plus rapide. Elle estime mieux les sulfures présents en faibles quantités et/ou dans les échantillons fortement organiques, alors que la séquence SPOCAS donne un ensemble de données plus complet (par exemple les cations alcalins), ce qui permet une interprétation plus étendue de ce qui se passe dans le sol ou dans un profil de sol.

© ISO 2014 – Tous droits réservés

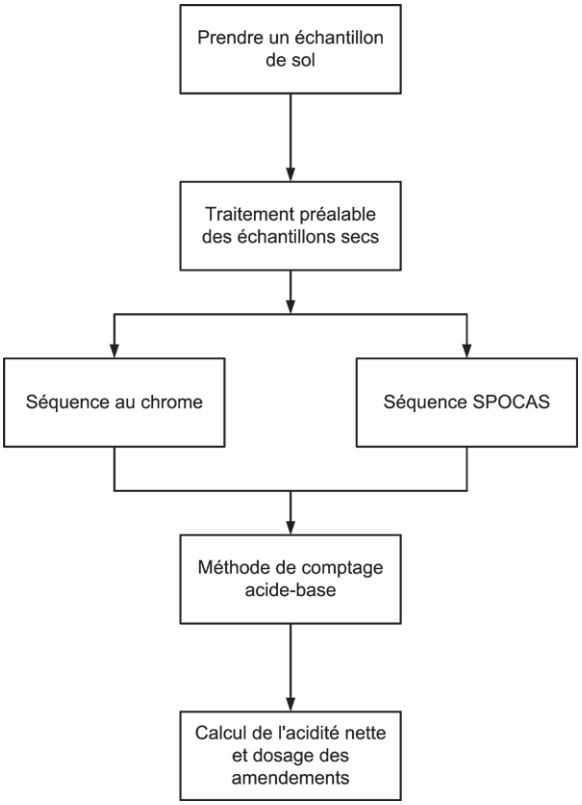
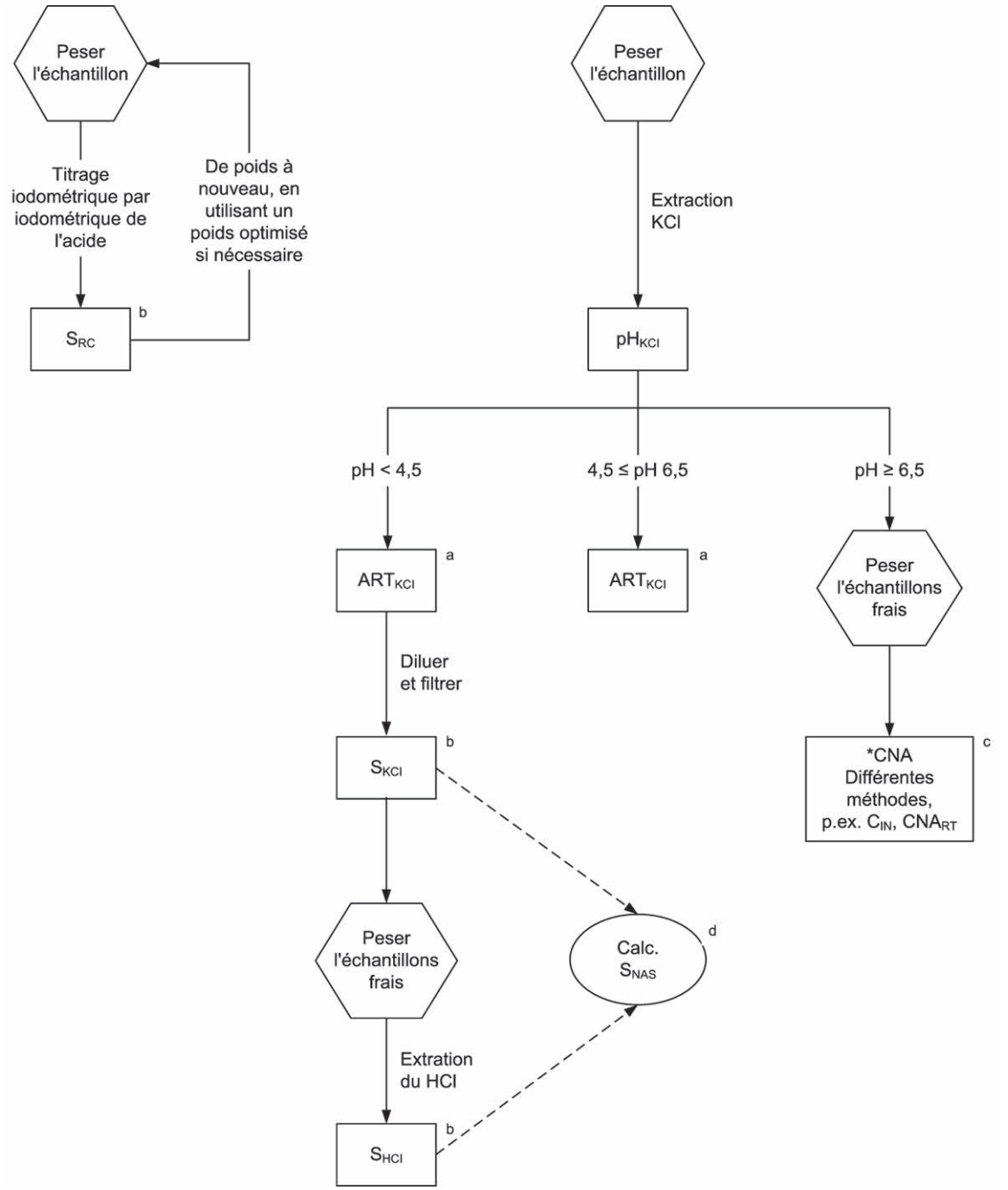


Figure 1 — Organigramme de l'analyse de sols sulfatés acides

© ISO 2014 – Tous droits réservés



Légende

a Titrage de l'acidité

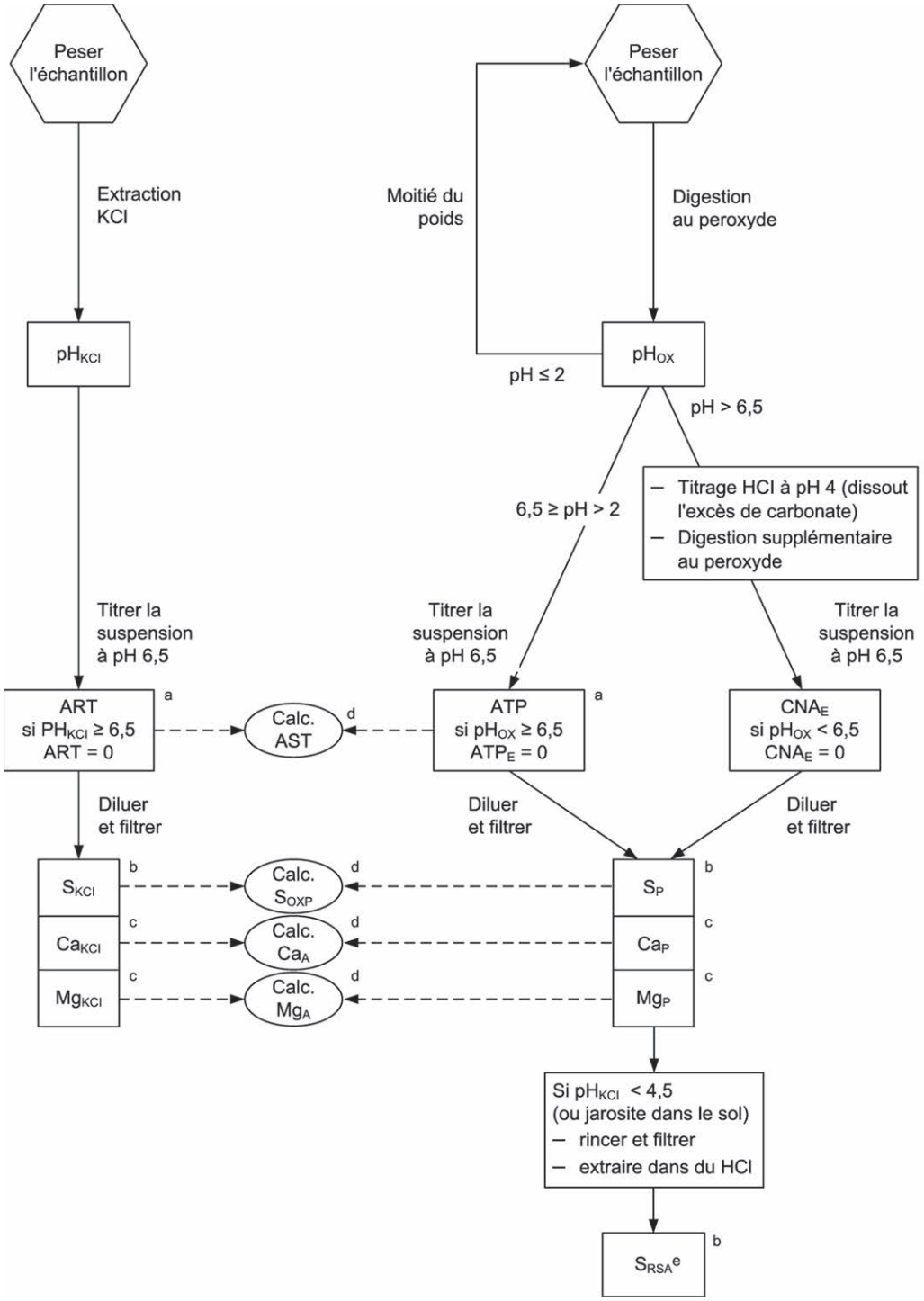
b Détermination du soufre

c Détermination des neutralisants d'acide

d Paramètres calculés

Figure 2 — Organigramme de la séquence au chrome

© ISO 2014 – Tous droits réservés



Légende

a Titrage de l'acidité

b Détermination du soufre

c Neutralisation des cations/acide

d Paramètres calculés

e Sinon, le S_{SAN} peut être remplacé par du S_{RSA}

Figure 3 — Organigramme SPOCAS

© ISO 2014 – Tous droits réservés

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

Partie 1:
Introduction et définitions, symboles et acronymes, échantillonnage et préparation des échantillons

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

Cette partie de l'ISO 14388 fournit une introduction générale sur les sols sulfatés acides et les approches qui peuvent être utilisées pour mesurer les différents composants de ce groupe de sols spécial, et leur capacité à produire de l'acidité. Elle fournit une compilation des méthodes d'essai, d'identification et des définitions des symboles, des termes et des acronymes utilisés dans la série ISO 14388. Même si un aspect du processus décisionnel peut impliquer l'analyse d'échantillons préparés humides ou secs, la présente partie de l'ISO 14388 explique spécifiquement les modes opératoires associés à la préparation et à l'analyse d'échantillons secs (voir Figure 1).

Cette partie de l'ISO 14388 fournit également une procédure pour le traitement préalable du sol sulfaté acide après échantillonnage et avant l'analyse sous forme d'échantillon sec à l'aide des méthodes d'essai appropriées. Le mode opératoire comprend la manipulation des échantillons avant de les livrer au laboratoire, et le séchage, broyage et stockage des échantillons. La présente norme fournit également un mode opératoire d'archivage des échantillons après analyse.

Cette partie de l'ISO 14388 fournit une méthode de comptage acide-base qui permet de calculer le potentiel de production d'acidité nette de matériaux de sols sulfatés acides par l'évaluation individuelle de la capacité acidifiante due à l'oxydation de sulfures inorganiques, de l'acidité existante et de la capacité de consommation effective d'acide à l'aide des résultats obtenus dans les parties 2 et 3 de l'ISO 14388.

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 ses amendements).

ISO 14388-2, *Qualité du sol — Méthode de comptage acide-base pour les sols sulfatés acides — Partie 2: Méthode de sulfato-réduction au chrome.*

ISO 14388-3 *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).*

© ISO 2014 – Tous droits réservés

3 Termes et définitions

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

NOTE Les symboles précédés d'un «a-» indiquent qu'ils ont été convertis en unités d'acidité équivalentes (soit acidifiantes, soit neutralisantes, en présumant la stoichiométrie de la réaction par oxydation de la pyrite donnée dans l'introduction).

3.1
sol sulfaté acide réel
SSAR
sol fortement acidifié résultant de l'oxydation de sulfures inorganiques

Note 1 à l'article: typiquement, le SSAR résulte de l'oxydation partielle ou complète de SSPA en raison d'un remaniement, ce qui donne un sol dont le pH est inférieur à 4.

3.2
acidité réelle
composant de l'acidité existante

Note 1 à l'article: l'acidité soluble et échangeable déjà présente dans le sol peut être mobilisée et évacuée suite à des pluies et survenant suite à une oxydation précédente des sulfures.

Note 2 à l'article: l'acidité réelle ne comprend pas l'acidité moins soluble (c'est-à-dire l'acidité retenue) contenue dans les minéraux hydroxysulfatés comme la jarosite.

3.3
capacité de neutralisation d'acide
CNA
mesure de la capacité d'un sol à réduire l'acidité

Note 1 à l'article: s'exprime en % équivalent de $CaCO_3$.

3.4
capacité de neutralisation d'acide par titrage en retour
CNA_{RT}
capacité de neutralisation d'acide mesurée par une digestion acide suivie d'un titrage en retour de l'acide qui n'a pas réagi

Note 1 à l'article: s'exprime en % équivalent de $CaCO_3$.

3.5
capacité de neutralisation d'acide par titrage en retour
a-CNA_{RT}
capacité de neutralisation d'acide exprimée en unités de neutralisation d'acide

Note 1 à l'article: calculée en tant que CNA_{RT} (%) × 199,8 (unité: mmol H^+/kg).

3.6
capacité de neutralisation d'acide en excès
CNA_E
calculée en tant que a-CNA_E (mmol H^+/kg)/199,8

Note 1 à l'article: s'exprime en % équivalent de $CaCO_3$.

3.7
capacité de neutralisation d'acide en excès exprimée en unité de neutralisation d'acide
a-CNA_E
Titrage SPOCAS HCl jusqu'à pH 4 moins l'acidité titrable jusqu'à pH 6,5

Note 1 à l'article: unité: mmol H^+/kg.

© ISO 2014 – Tous droits réservés