NORME INTERNATIONALE

ISO 14388-2

Première édition
2014-08-01

Qualité de l'eau — Méthode de comptage acide-base pour les sols sulfatés acides —

Partie 2: Méthode de sulfato réduction au chrome

Soil quality - Acid-base accounting procedure for acid sulfate soils — Part 2: Chromium reducible sulfur (CRS) methodology

Numéro de référence
ISO 14388-2:2014(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 Principe ... **2**
4.1 Acidité sulfurique potentielle ... 2
4.2 Acidité réelle et acidité retenue ... 2
4.3 Capacité de neutralisation d'acide ... 2

5 Réactifs pour l'analyse du soufre réductible dans le chrome ... **2**

6 Appareillage ... **4**

7 Mode opératoire pour la détermination du soufre réductible dans le chrome ... **5**

8 Calcul de S_{RC} ... **9**

9 Réactifs pour la détermination du pH_{KCl} et de l'ART ... **9**

10 Mode opératoire pour la détermination du pH_{KCl} et de l'ART ... **11**
10.1 Préparation de la suspension ... 11
10.2 Mesurage du pH_{KCl} ... 11
10.3 Mesurage de l'ART ... 12

11 Calcul de l'ART ... **13**

12 Mode opératoire pour la détermination du soufre (S_{KCl}), du calcium (Ca_{KCl}) et du magnésium (Mg_{KCl}) extractibles avec le chlorure de potassium à 1 mol/l ... **13**

13 Calcul de S_{KCl}, Ca_{KCl} et Mg_{KCl} ... **14**

14 Réactifs pour la détermination du soufre (S_{HCl}), du calcium (Ca_{HCl}) et du magnésium (Mg_{HCl}) extractibles avec l'acide chlorhydrique ... **14**

15 Mode opératoire pour la détermination du soufre (S_{HCl}), du calcium (Ca_{HCl}) et du magnésium (Mg_{HCl}) extractibles avec l'acide chlorhydrique ... **14**

16 Calcul du soufre (S_{SAN}), du calcium (Ca_{SAN}) et du magnésium (Mg_{SAN}) solubles dans l'acide nets ... **15**

17 Réactifs pour la détermination de la capacité de neutralisation d'acide par titrage en retour (CNA_{RT}) ... **15**

18 Mode opératoire pour la détermination de la capacité de neutralisation d'acide par titrage en retour (CNA_{RT}) ... **16**
18.1 Digestion sur plaque chauffante avec solution d'acide chlorhydrique ... 16
18.2 Titrage de l'acide n'ayant pas réagi dans la suspension de sol digérée ... 17

19 Alternatives à la détermination de la capacité de neutralisation d'acide ... **18**

20 Fidélité ... **18**

21 Rapport d'essai ... **19**

Bibliographie ... **21**

© 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*

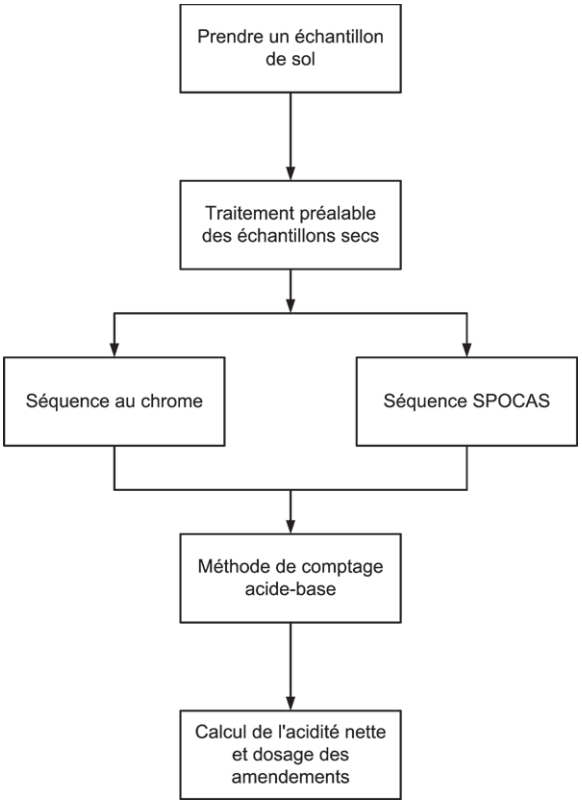
— *Partie 3: Méthode par oxydation au peroxyde en suspension combinée à l'acidité et aux sulfures (SPOCAS)*

 © ISO 2014 – Tous droits réservés

Introduction

L'objectif de la présente partie de l'ISO 14388 est de déterminer l'acidité nette (ou l'alcalinité) de sols sulfatés acides par la mise à disposition d'une approche rationnalisée pour la détermination des différents composés de l'acidité et/ou l'alcalinité du sol, en fonction du pH. La séquence au chrome combine le mesurage du soufre réductible dans le chrome (S_{RC}) aux différentes mesures d'acidité existante et de la capacité de neutralisation d'acide (CNA) à l'aide d'un diagramme décisionnel basé sur la valeur du pH_{KCl} (Figure 1) qui sert de base pour la détermination d'un comptage acide-base pour les sols sulfatés acides

Les résultats requis pour la détermination de l'acidité nette varient en fonction de l'acidité réelle du sol, comme représenté par le pH_{KCl} dans le Tableau A.1 de la partie 1 de l'ISO 14388 montre les analyses requises pour la séquence au chrome. Ce tableau utilise les résultats rapportés en unités d'acidité. Sinon, il est possible d'utiliser peut résultats en unités de soufre.



Légende

a Titrage de l'acidité

b Détermination du soufre

c Détermination des neutralisants d'acide

d Paramètres calculés

Figure 1 — Organigramme de la séquence au chrome

© ISO 2014 – Tous droits réservés

Qualité de l'eau — Méthode de comptage acide-base pour les sols sulfatés acides —

Partie 2:
Méthode de sulfato réduction au chrome

AVERTISSEMENT — Il convient que les personnes qui utilisent la présente partie de l'ISO 14388 soient familières avec les pratiques de laboratoire courantes. Cette partie de l'ISO 14388 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

La présente partie de l'ISO 14388 spécifie une séquence de méthodes utilisées pour déterminer l'acidité nette des sols sulfatés acides. La présente partie de l'ISO 14388 spécifie une méthode pour mesurer le soufre réductible dans le chrome (S_{RC}) par titrage iodométrique du sulfure d'hydrogène distillé produit suite à une digestion au chlorure de chrome acide. Le H_2S est piégé sous forme de sulfure de zinc. La présente méthode détermine les sulfures inorganiques (par exemple la pyrite, la marcasite, la greigite, la mackinawite) et le soufre élémentaire dans un sol sulfaté acide sans interférences du soufre organique ou des formes oxydées du soufre, comme le sulfate.

Sur une portion de sol d'essai séparée, le pH dans une suspension de sol à 1 mol/l KCl (pH_{KCl}) est déterminé. Quand le pH_{KCl} est < 6,5, l'acidité réelle titrable (ART) est alors déterminée. Le soufre (S_{KCl}), le calcium (Ca_{KCl}) et le magnésium (Mg_{KCl}) extractibles dans le chlorure de potassium peuvent ensuite être déterminés. Lorsque de la jarosite est identifiée dans le sol (ou si le pH_{KCl} est < 4,5), le soufre soluble dans l'acide net (S_{SAN}) est déterminé par la différence entre le soufre extractible dans l'acide chlorhydrique (S_{HCl}) et le soufre extractible avec le chlorure de potassium. Sur les échantillons où pH_{KCl} est < 6,5, la capacité de neutralisation d'acide est déterminée en mesurant soit le carbone inorganique (C_{IN}) en chambre de combustion, ou CNA_{RT} (CNA mesurée par titrage en retour de l'acide restant après digestion acide).

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 385-1, *Verrerie de laboratoire — Burettes — Partie 1: Exigences générales.*

ISO 648, *Verrerie de laboratoire — Pipettes à un volume.*

ISO 835-1, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées — Partie 1: Exigences générales.*

ISO 835-2, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées — Partie 2: pipettes sans temps d'attente.*

ISO 835-3, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées — Partie 3: pipettes avec temps d'attente de 15 s.*

ISO 1042, *Verrerie de laboratoire — Fioles jaugées à un trait.*

ISO 1770, *Thermomètres sur tige d'usage général.*

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

© ISO 2014 – Tous droits réservés

ISO 8655-1, *Appareils volumétriques à piston — Partie 1: définitions, exigences générales et recommandations pour l'utilisateur.*

ISO 8655-2, *Appareils volumétriques à piston — Partie 2: pipettes à piston.*

ISO 8655-3, *Appareils volumétriques à piston — Partie 3: burettes à piston.*

ISO 10694, *Qualité du sol — Détermination de l'acidité échangeable dans un extrait au chlorure de baryum (analyse élémentaire).*

ISO 14388, *Qualité du sol — Sols sulfatés acides — Partie 1: introduction, terminologie, préparation du sol et comptage acide-base.*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes, définitions, symboles, unités et termes abrégés donnés dans la partie 1 de l'ISO 14388 s'appliquent.

4 Principe

4.1 Acidité sulfurique potentielle

L'**acidité sulfurique potentielle** est déterminée comme étant le soufre réductible dans le chrome (S_{RC}). Dans cette méthode, le soufre provenant du sol sulfaté acide est distillé en tant que H_2S en solution de chlorure chromeux acide produite par la réaction du métal chrome en poudre et de l'acide chlorhydrique. Le gaz émis H_2S est précipité en tant que ZnS dans une solution de piégeage d'acétate de zinc/ammoniac, et le soufre piégé est alors quantifié par titrage iodométrique.

4.2 Acidité réelle et acidité retenue

Pour déterminer l'**acidité réelle**, une suspension 1:40 de sol dans une solution de KCl à 1 mol/l est agitée pendant 4 h puis laissée au repos pendant toute la nuit. La suspension est alors brièvement agitée avant la détermination du pH (pH_{KCl}). Si le pH_{KCl} est inférieur à 6,5, l'acidité réelle titrable (ART) est déterminée par titrage de la suspension de sol à pH 6,5. Après dilution appropriée de la suspension de sol, le soufre (S_{KCl}), le calcium (Ca_{KCl}) et le magnésium (Mg_{KCl}) extractibles avec le chlorure de potassium sont mesurés par une ou des techniques d'analyse appropriées. Si le pH_{KCl} est < 4,5 (ou si la présence de jarosite a été constatée dans l'échantillon reçu), l'**acidité retenue** est déterminée en tant que soufre soluble dans l'acide net (S_{SAN}). Le soufre soluble dans l'acide net est la différence entre le soufre extractible avec l'acide chlorhydrique à 4 mol/l (S_{HCl}) et le soufre extractible avec le chlorure de potassium (S_{KCl}). Dans les sols fortement organiques, S_{SAN} peut surestimer l'acidité retenue en raison de contribution du soufre organique au résultat.

4.3 Capacité de neutralisation d'acide

Dans les sols où $pH_{KCl} > 6,5$ et donc quand la capacité de neutralisation d'acide (CNA) est potentiellement présente, la CNA peut être estimée à l'aide de différentes méthodes comme l'analyse du carbone inorganique (par exemple C_{IN} en chambre de combustion selon l'ISO 10694), et la CNA par titrage en retour (CNA_{RT}). De cette manière, un comptage acide-base complet du sol peut être réalisé.

5 Réactifs pour l'analyse du soufre réductible dans le chrome

Tous les réactifs doivent être de classe analytique. De l'eau déionisée ou distillée dans du verre de classe 2, telle que définie dans l'ISO 3696, doit être utilisée pendant toute l'analyse.

Il convient de vérifier la pureté de tous les réactifs en effectuant un essai à blanc recherchant la présence de soufre, de calcium et de magnésium. Il convient également de soumettre à essai les réactifs pour détecter la présence de ces éléments à chaque changement de source (par exemple marque ou lot).

© ISO 2014 – Tous droits réservés