NORME INTERNATIONALE

ISO 14388-3

Première édition
2014-08-01

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)

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

Part 3: Suspension peroxide oxidation combined acidity and sulfur (SPOCAS) methodology

Numéro de référence
ISO 14388-3:2014(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 ..... **v**

Introduction ..... **vi**

1 Domaine d'application **1**

2 Références normatives **1**

3 Termes et définitions **2**

4 Principe **2**
4.1 Acidité réelle et acidité retenue 2
4.2 Acidité titrable au peroxyde, capacité de neutralisation d'acide en excès et acidité sulfurique potentielle 2

5 Réactifs **2**

6 Appareillage **5**

7 Mode opératoire pour la détermination du pH_{KCl} et de l'ART **6**
7.1 Préparation de la suspension 6
7.2 Mesurage du pH_{KCl} 7
7.3 Mesurage de l'ART 7

8 Calcul de l'ART **8**

9 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 **9**

10 Calcul de S_{KCl}, Ca_{KCl} et Mg_{KCl} **9**

11 Mode opératoire pour la détermination du pH du peroxyde (pH_{OX}), de l'acidité titrable au peroxyde (ATP) et de la capacité de neutralisation d'acide en excès (CNA_E) **10**
11.1 Digestion au peroxyde de l'échantillon 10
11.2 Mesurage du pH_{OX} 11
11.3 Modification du carbonate (titrage du HCl jusqu'à pH 4) 12
11.4 Décomposition de l'excès de peroxyde 12
11.5 Mesurage de l'acidité titrable au peroxyde (ATP) 13

12 Calcul de l'ATP et de la CNA_E **14**
12.1 Notation 14
12.2 ATP sans modification du carbonate 15
12.3 CNA_E (ou ATP) avec modification du carbonate 15

13 Mode opératoire pour la détermination du soufre peroxyde (S_P), du calcium peroxyde(Ca_P) et du magnésium peroxyde (Mg_P) **16**

14 Calcul du soufre peroxyde (S_P), du calcium peroxyde(Ca_P) et du magnésium peroxyde (Mg_P) **17**

15 Mode opératoire pour la détermination du soufre extractible avec l'acide dans les résidus de sol après oxydation au peroxyde (S_{RSA}) **17**
15.1 Généralités 17
15.2 Rinçage des résidus de sol digérés au peroxyde, extraction avec de l'acide chlorhydrique à 4 mol/l et détermination du soufre extractible 17

16 Calcul du S_{RSA} **18**
16.1 Calcul de l'acidité attribuée au S_{RSA} (comptage acide-base) 18

17 Calcul de l'AST **18**

18 Calcul du S_{OXP}, du Ca_A et du Mg_A **18**

19 Fidélité **19**

20 Rapport d'essai **19**

© ISO 2014 – Tous droits réservés

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

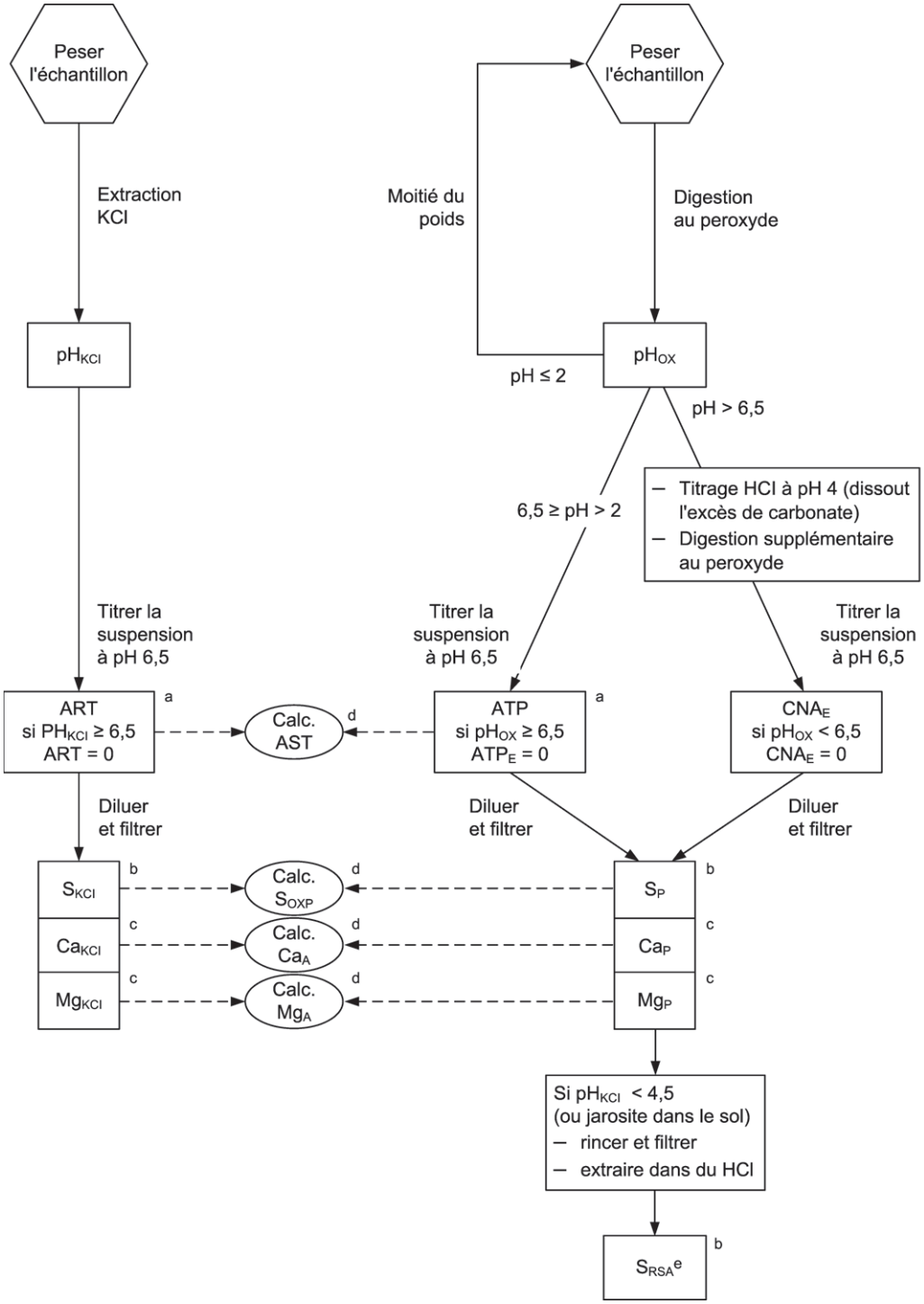
Introduction

La séquence 'SPOCAS' utilise la méthode par oxydation au peroxyde en suspension combinée à l'acidité et aux sulfures (SPOCAS) comme base de détermination d'un comptage acide-base pour les sols sulfatés acides. Comme la séquence au chrome, un processus de type diagramme décisionnel est suivi (Figure 1). 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.

Les résultats requis pour réaliser le comptage acide-base varient avec l'acidité réelle du sol, comme représenté par le pH_{KCl} dans le Tableau A.2 de la partie 1 de l'ISO 14388[1)] montre les analyses requises pour la séquence SPOCAS. Ce tableau utilise les résultats rapportés en unités d'acidité. Sinon, il est possible d'utiliser des résultats en unités de soufre équivalentes.

1) À publier.

© 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 remplacer le S_{RSA}

Figure 1 — Organigramme de la séquence SPOCAS

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)

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

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 décrit une méthode pour la détermination du pH dans une suspension de sol de chlorure de potassium à 1 mol/l (pH_{KCl}) et si nécessaire, de l'acidité réelle titrable (ART). Le soufre (S_{KCl}), le calcium (Ca_{KCl}) et le magnésium (Mg_{KCl}) extractibles avec le chlorure de potassium sont ensuite déterminés. Sur une autre prise d'essai, après une digestion au peroxyde d'hydrogène à 30 %, le pH peroxyde (pH_{OX}), l'acidité titrable au peroxyde (ATP) et la capacité de neutralisation d'acide en excès (CNA_E) sont déterminés. Le soufre peroxyde (S_P), le calcium peroxyde (Ca_P) et le magnésium peroxyde (Mg_P) sont ensuite déterminés. Sur les échantillons où de la jarosite est présente, ou si le pH_{KCl} est < 4,5, le soufre résiduel soluble dans l'acide (S_{RSA}) est déterminé sur les résidus de sol restant après la digestion au peroxyde. L'acidité sulfurique titrable (AST), le calcium réactif (Ca_A), le magnésium réactif (Mg_A) et le soufre oxydable au peroxyde (S_{OXP}) sont ensuite déterminés par soustraction. Pour les échantillons de tourbe contenant des niveaux substantiels de soufre organique, la séquence SPOCAS n'est généralement pas appropriée pour estimer la teneur en sulfures et il convient d'utiliser des méthodes de sulfato-réduction au chrome à la place.

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 les éventuels amendements).

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

ISO 835, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées.*

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 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 2014 – Tous droits réservés

ISO 8655-5, *Appareils volumétriques à piston — Partie 5: Distributeurs.*

3 Termes et définitions

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

4 Principe

4.1 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 dans 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** peut être déterminée en tant que soufre résiduel soluble dans l'acide (S_{RSA}). Celle-ci est mesurée par l'extraction avec de l'acide chlorhydrique à 4 mol/l des résidus de sol restant après la digestion au peroxyde du sol suite à la détermination de l'acidité titrable au peroxyde (après un lavage approprié des résidus pour retirer le sulfate soluble). Sinon, si l'acidité retenue est mesurée comme la différence entre S_{HCl} (le soufre mesuré après une extraction avec de l'acide chlorhydrique à 4 mol/l) pendant une nuit d'un sous-échantillon à part et $_{SKCl}$ (le soufre soluble dans l'acide net S_{SAN}). Cette **dernière** approche est préférable dans les sols fortement organiques où S_{SAN} peut surestimer l'acidité retenue en raison de la contribution du soufre organique au résultat.

4.2 Acidité titrable au peroxyde, capacité de neutralisation d'acide en excès et acidité sulfurique potentielle

Une autre prise d'essai de sol est digérée avec du peroxyde d'hydrogène à 30 % et l'acidité est générée à partir de l'oxydation des sulfures (et de la matière organique, le cas échéant). Après digestion, le pH_{OX} est mesuré sur la solution de digestion. Si le pH après digestion initiale au peroxyde est ≤ 6,5, la solution de KCl est alors ajoutée à l'échantillon qui est ensuite titré jusqu'à pH 6,5 pour déterminer l'acidité titrable au peroxyde (ATP). Si après digestion au peroxyde, le pH est > 6,5 un titrage HCl jusqu'à pH 4 est réalisé, suivi d'une étape de digestion au peroxyde supplémentaire Cela permet de calculer la capacité de neutralisation d'acide en excès (CNA_E), c'est-à-dire la CNA en excès disponible de celle nécessaire pour neutraliser l'acidité potentielle provenant de la présence de sulfures ou d'autres espèces acidifiantes dans le sol.

Après dilution appropriée de la suspension de sol, le soufre peroxyde (S_P), le calcium peroxyde (Ca_P) et le magnésium peroxyde (Mg_P) sont mesurés par une ou des techniques d'analyse appropriées. Ces analytes permettent de calculer divers autres paramètres du sol. La capacité de neutralisation d'acide peut également être calculée à partir des résultats du calcium réactif (Ca_A) et du magnésium réactif (Mg_A) (c'est-à-dire la différence de quantité de calcium et de magnésium solubles avant et après oxydation au peroxyde).

L'acidité sulfurique potentielle, (l'acidité latente dans les composés de sulfure de fer inorganique réduit), peut être déterminée en tant que soufre oxydable au peroxyde (S_{OXP}) (l'acidité calculée entre le soufre peroxyde (S_P) et le soufre extractible avec le KCl [S_{KCl}]).

5 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de classe anylitique. 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.

© ISO 2014 – Tous droits réservés