

CATALOGUE ANALYTIQUE GENERAL 2024

Devis disponible sur demande à stlas-npc@inrae.fr

Les activités de notre laboratoire sont essentiellement axées sur l'analyse des sols et de solutions issues soit du milieu naturel (eaux de pluies, rivières, eaux interstitielles...), soit de solutions plus ou moins salines utilisées pour extraire des éléments d'intérêt.

Le Laboratoire d'Analyses des Sols est accrédité par la Section Essais du COFRAC sous le n° 1-1380 au titre domaines « analyses de terres » et « analyses des sols en relation avec l'environnement », (portée disponible sur www.cofrac.fr). Les prestations couvertes par l'accréditation sont distinguées dans le présent catalogue par le symbole @ (en regard du code analytique). Le laboratoire possède également l'agrément du Ministère de l'Agriculture et de la Souveraineté Alimentaire (Arrêté du 2 janvier 2024 fixant la liste des laboratoires d'analyses de terre agréés pour l'année 2024 (consultable à <https://www.legifrance.gouv.fr/jorf/id/JORFTEXT000048851619>)).

Vous trouverez dans ce catalogue analytique les méthodes d'analyses de sol les plus couramment utilisées. **Nous sommes à votre écoute pour étudier toutes demandes portant sur des méthodes n'étant pas proposées dans ce catalogue.**

Commande

Afin de garantir une qualité optimale lors de la prise en charge de vos échantillons, nous vous rappelons qu'il est indispensable de fournir une liste complète de vos références d'échantillons, ainsi que de préciser clairement les codes analytiques à appliquer à chaque échantillon. Par ailleurs, nous vous demandons de bien vouloir remplir la fiche de renseignements jointe pour faciliter le traitement administratif de votre demande.

Echantillon

Disposer d'une quantité suffisante d'échantillon pour maintenir sa représentativité lors des différentes étapes analytiques implique la fourniture d'une quantité minimale. Pour les sols, nous vous demandons de constituer un échantillon moyen (par exemple selon la norme AFNOR X 31-100), de 0,5 à 1 kg (sol frais), conditionné en sachet plastique propre et bien identifié. Dans les cas où vos échantillons sont préparés par vos soins, vous pouvez nous consulter pour ajuster la quantité minimale d'échantillon à nous envoyer. Les échantillons sont conservés au laboratoire durant six semaines après l'envoi des résultats. Au terme de ce délai, les échantillons sont détruits. Les données produites pour la réalisation et la gestion des analyses sont conservées cinq ans après édition du rapport d'essai.

Utilisation de ce catalogue

Les tarifs proposés sont les tarifs de base incluant les frais de gestion prélevés par INRAE conformément à la note de service 2015-34. Des remises sont proposées aux collègues INRAE (pour des facturations en interne de l'ordre de 25 % à 30 %) et aux collègues de la recherche académique (de l'ordre de 10 %). Nous vous les précisons lors de l'établissement d'un devis.

Les paramètres analytiques disponibles sont présentés en groupes traitant spécifiquement d'un domaine analytique (préparation, matières organiques, pH-calcaire, cations échangeables, éléments totaux...).

Les préfixes LAS-SOL, LAS-SLT font partie intégrante du code analytique. Nous vous demandons de ne pas les omettre lors du report des codes sur vos bons de commande. Il est indispensable de nous contacter avant toute demande afin d'établir un devis tenant compte du nombre d'échantillons, de leur état et d'éventuelles remises. La possibilité et les délais d'attente peuvent aussi être définis lors de cette étape.

Le LAS ne détient pas d'agrément pour l'importation d'échantillon de sol provenant de pays hors Union Européenne ou assimilé. Nous ne pouvons donc pas traiter des sols provenant de pays hors Union Européenne, sauf s'ils ont subi un traitement sanitaire approprié.

Pour les analyses sur solution, la nature de cette matrice étant très variée, il est préférable de nous contacter pour définir la faisabilité des analyses et les limites de quantification en fonction du type de solution et de méthode analytique. Des aménagements de tarifs pourront être proposés en fonction des informations qui nous seront données au préalable.

N'hésitez pas à nous contacter avant toute commande. Nous pouvons vous aider à choisir les déterminations dont vous avez besoin et à les codifier.

Tout échantillon pris en charge fait l'objet d'une "prise en charge de l'échantillon" : LAS-SOL-0101, ou LAS-SLT-0101.

Préparation des échantillons

Sauf accord préalable avec le laboratoire, les analyses sur sols sont systématiquement réalisées sur un échantillon séché à l'air, désagrégué, tamisé à 2 mm et éventuellement broyé à 250 µm lorsque la méthode d'analyse l'exige. Dans ce cas, tout échantillon non séché à l'air ou d'une granulométrie supérieure à 2 mm fait l'objet d'une préparation de l'échantillon LAS-SOL-0103 et éventuellement d'un broyage à 250 µm (méthode LAS-SOL-0102).

En cas d'inadéquation perceptible de l'échantillon en regard des déterminations demandées, le laboratoire vous demandera confirmation pour mettre en application une solution appropriée au problème rencontré.

Revue d'ouvrages analytiques

- Guide des analyses en pédologie (3ème édition revue et augmentée), Denis Baize ; édition QUAE 2018 ;
- Recueil de norme AFNOR « Qualité des sols - pédologie 2014 » ;
- Recueil de méthodes d'analyses de sol ICP FOREST ;
- SOP (Standard Operating Procedure) proposées par le réseau GLOSOLAN de la FAO.

Sites internet en lien avec l'analyse de sol :

- Le site du LAS : <https://las.hautsdefrance.hub.inrae.fr/>
- Le site du Groupement d'Etudes Méthodologiques pour l'Analyse des Sols (GEMAS) : <http://www.gemas.asso.fr/?accueil=laboratoires>
- Le site de GLOSOLAN : [Standard Operating Procedures | Global Soil Partnership | Food and Agriculture Organization of the United Nations \(fao.org\)](https://www.glosolan.org/)
- Le site de ICP FOREST : https://www.icp-forests.org/pdf/manual/2010/Manual_2010_soil.pdf

Abréviations utilisées :

MP-AES : spectrométrie d'émission atomique à plasma d'azote généré par micro-ondes

ICP-AES : Spectrométrie d'émission en plasma induit d'argon

ICP-MS : Spectrométrie de masse couplée à un plasma induit d'argon

CRI-ICP-MS : ICP-MS couplé à une cellule de collision réaction

HPLC-UV-Fluo : chromatographie liquide haute performance couplée à un spectrophotomètre à ultra-violet et à un spectrofluorimètre : à GC-MS-MS : chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse en tandem

HPIC : chromatographie ionique à haute pression

SPIR ou NIRS : spectroscopie proche infra-rouge ou Near Infrared spectroscopy

SOLS - Groupe 1 : Prise en charge - Préparation

Code	Libellé
LAS-SOL-0101	Prise en charge de l'échantillon
@ LAS-SOL-0102	Broyage échantillon (diamètre < 250 µm)
@ LAS-SOL-0103	Préparation des sols
LAS-SOL-0104	Traitement spécial de l'échantillon niveau 1
LAS-SOL-0105	Traitement spécial de l'échantillon niveau 2
LAS-SOL-0106	Traitement spécial de l'échantillon niveau 3
LAS-SOL-0107	Renvoi de l'échantillon après analyse
LAS-SOL-0111	Prise de spectre en SPIR (proche infrarouge)

SOLS - Groupe 2 : Humidités - Matière sèche

Code	Libellé
@ LAS-SOL-0201	Teneur en eau résiduelle à 105°C - g/kg
LAS-SOL-0203	Humidité sur sol frais - g/kg

SOLS - Groupe 3 : Granulométrie

Code	Libellé
LAS-SOL-0301	Taux d'éléments grossiers (Terre fine, graviers, cailloux) - g/kg
@ LAS-SOL-0302	Granulométrie 5 fractions sans décarbonatation - g/kg
LAS-SOL-3302	Granulométrie 3 fractions - g/kg

SOLS - Groupe 4 : Matières organiques

Code	Libellé
LAS-SOL-0401	Matières volatiles à 550°C - g/100g
LAS-SOL-0402	Perte au feu à 1100°C - g/kg
@ LAS-SOL-0405	Calcaire (CaCO ₃) total, Carbone (COT) organique, Carbone (C) total, Azote (N) total - g/kg
@ LAS-SOL-0406	Carbone (C) total et Azote (N) total - g/kg

SOLS - Groupe 5 : pH - Calcaire

Code	Libellé
@ LAS-SOL-0501	pH eau
@ LAS-SOL-0503	pH KCl N
@ LAS-SOL-0504	Calcaire (CaCO ₃) total - g/kg

SOLS - Groupe 6 : Phosphore assimilable

Code	Libellé
@ LAS-SOL-0601	Phosphore (P) - méthode Joret-Hébert - g/kg
@ LAS-SOL-0602	Phosphore (P) - méthode Dyer - g/kg
LAS-SOL-0603	Phosphore (P) - méthode Duchaufour - g/kg
@ LAS-SOL-0604	Phosphore (P) - méthode Olsen - g/kg

SOLS - Groupe 7 : CEC - Cations échangeables

Code	Libellé
@ LAS-SOL-0701	Capacité d'échange cationique méthode Metson - cmol+/kg
@ LAS-SOL-0702	Extraction des cations échangeables à l'acétate d'ammonium N
@ LAS-SOL-0706	Sodium (Na) échangeable à l'acétate d'ammonium (MP-AES) - cmol+/kg
@ LAS-SOL-0709	Extraction au chlorure de cobaltihexammine
@ LAS-SOL-0710	Capacité d'échange cationique cobaltihexammine (spectrocolorimétrie) - cmol+/kg
LAS-SOL-0717	Protons (H ⁺) échangeables à la cobaltihexammine (titrimétrie) - cmol+/kg

@	LAS-SOL-0726	Ca, Mg, Mn, K échangeables à l'acétate d'ammonium (ICP-AES) - cmol+/kg
@	LAS-SOL-0728	Al, Ca, Fe, Mg, Mn, K échangeables cobaltihexammine (ICP-AES) - cmol+/kg

SOLS - Groupe 8 : Oligo-éléments

	Code	Libellé
@	LAS-SOL-0801	Extraction à l'EDTA
@	LAS-SOL-0806	Cu, Fe, Mn, Zn extractibles à l'EDTA (ICP-AES) - mg/kg
	LAS-SOL-0807	Bore (B) soluble à l'eau bouillante - mg/kg
@	LAS-SOL-0809	Extraction au DTPA
@	LAS-SOL-0814	Cu, Fe, Mn, Zn extractibles au DTPA (ICP-AES) - mg/kg

SOLS - Groupe 9 : Paramètres pédologiques

	Code	Libellé
	LAS-SOL-0901	Extraction selon la méthode Tamm en obscurité
	LAS-SOL-0905	Al, Fe, Si méthode Tamm en obscurité (ICP-AES) - g/100g
	LAS-SOL-0906	Extraction selon la méthode Mehra-Jackson
	LAS-SOL-0910	Al, Fe, Si méthode Mehra-Jackson (ICP-AES) - g/100g

SOLS - Groupe 10 : Eléments totaux HF

Code	Libellé
@ LAS-SOL-1001	Mise en solution totale par HF, manuelle ou automatisée
@ LAS-SOL-1029	ICP1-Eléments traces totaux HF : Co, Cr, Cu, Ni, Zn (ICP-AES) - mg/kg
@ LAS-SOL-1030	ICP2-Eléments traces totaux HF : Cd, Mo, Pb, Tl (ICP-MS) - mg/kg
@ LAS-SOL-1031	ICP3-Eléments totaux HF : Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P (ICP-AES)
@ LAS-SOL-1041	Arsenic (As) total HF (CRI-ICP-MS) - mg/kg

SOLS - Groupe 11 : Eléments totaux non HF

Code	Libellé
LAS-SOL-1106	Mercure (Hg) total (combustion sèche) - mg/kg
LAS-SOL-1108	Sélénium (Se) total (HG-AFS) - mg/kg
LAS-SOL-1130	Minéralisation par le peroxyde de sodium
LAS-SOL-1134	Al, Si, Ti extraits au peroxyde de sodium - g/100g

SOLS - Groupe 12 : Eléments extraits à l'eau régale

Code	Libellé
@ LAS-SOL-1201	Mise en solution eau régale
@ LAS-SOL-1211	ICP7-éléments traces (Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn) extraits à l'eau régale (ICP-AES) - mg/kg

SOLS - Groupe 13 : Micropolluants organiques

Code	Libellé
@ LAS-SOL-1303	16 HAP (HPLC-UV-FLUO) - mg/kg
LAS-SOL-1308	20 PCB (GC-MS-MS) - µg/kg

SOLS - Groupe 14 : Azote minéral

Code	Libellé
LAS-SOL-1401	Extraction 1/10 au KCl 0.5 mol/l
LAS-SOL-1406	Azote minéral (N de NO ₃ et N de NH ₄) sur extrait 1/10 au KCl 0.5 mol/l - mg/kg

SOLS - Groupe 15 : Éléments extraits à l'eau

Code	Libellé
LAS-SOL-1502	Extraction à l'eau 1/5
LAS-SOL-1505	Conductivité totale sur extrait 1/5 (m/v) à 25°C - mS/cm
LAS-SOL-1511	Azote (N) total soluble dans l'eau (combustion) - mg/kg
LAS-SOL-1512	Chlorures (Cl) solubles dans l'eau (chromatographie ionique) - g/kg
LAS-SOL-1521	Ca, Mg, K, Na solubles dans l'eau (ICP-AES) - g/kg
LAS-SOL-1524	Carbone organique non purgeable (NPOC) (combustion) - mg/l
LAS-SOL-1525	Cl, N de NO ₃ , S de SO ₄ (chromatographie ionique) - g/kg

SOLS - Groupe 17 : Éléments traces extractibles

Code	Libellé
LAS-SOL-1701	Extraction CaCl ₂ 0.01 mol/l
LAS-SOL-1704	Extraction à l'EDTA - méthode BCR
LAS-SOL-1753	ICP5-éléments extraits à l'EDTA (BCR) : Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn (ICP-AES)
LAS-SOL-1757	ICP12-éléments extraits à l'EDTA (BCR) : Co, Fe, Mn (ICP-AES) - mg/kg
LAS-SOL-1765	ICP10-éléments extraits au (CaCl ₂ 0.01mol/l) : Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn (ICP-MS)

SOLS - Groupe 18 : Pesticides

Code	Libellé
@ LAS-SOL-1854	17 pesticides organochlorés (OCP) - µg/kg

ANALYSES de SOLUTION

Le LAS propose de mettre en œuvre ses techniques analytiques les plus performantes pour l'analyse d'échantillon liquide. Nous proposons nos principales méthodes, mettant en œuvre la spectrométrie d'émission par plasma induit (ICPAES), la spectrométrie de masse couplée à un plasma induit d'Argon (ICPMS), la chromatographie ionique haute performance (HPIC). Nous pouvons aussi étudier au cas par cas les possibilités de détermination de molécules de contaminants traces organiques en solution. Nous pouvons étudier avec vous l'adaptation de nos méthodes à vos types de milieux, de préférence au début du montage de vos projets de recherche.

Code	Libellé
LAS-SLT-0101	Prise en charge de l'échantillon
LAS-SLT-0103	Prise en charge des travaux sur solution
LAS-SLT-0104	Traitement spécial de l'échantillon niveau 1
LAS-SLT-0105	Traitement spécial de l'échantillon niveau 2
LAS-SLT-0106	Traitement spécial de l'échantillon niveau 3
LAS-SLT-0107	Renvoi de l'échantillon après analyse
LAS-SLT-1604	pH
LAS-SLT-1606	Azote ammoniacal (N de NH_4^+) (spectrocolorimétrie) - mg/l
LAS-SLT-1608	Azote nitrique (N de NO_3^-) (spectrocolorimétrie) - mg/l
LAS-SLT-1609	Azote total (N) (combustion) - mg/l
LAS-SLT-1638	Cl, N de NO_3 , S de SO_4 (chromatographie ionique) - mg/l
LAS-SLT-1643	(Ca, Mg, K, Na) (ICP-AES) - mg/l
LAS-SLT-1646	Conductivité à 25°C - mS/cm
LAS-SLT-1651	Eléments traces Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn (ICP-MS) - µg/l
LAS-SLT-1657	Carbone organique non purgeable (NPOC) (combustion) - mg/l

AUTRES MATRICES DIVERSES

Le LAS peut réaliser des analyses sur des sous-produits (type PRO (Produit Résiduaire Organique, boues de station d'épuration...), pour des projets de recherche sur des paramètres environnementaux (ETM, CTO...). Pour ces matrices, nous ne pouvons pas prendre en charge la préparation des produits bruts. Vous devez nous faire parvenir des échantillons séchés à l'air et tamisés à 2 mm. Les techniques applicables sont la spectrométrie et la chromatographie. N'hésitez pas à nous consulter si vous souhaitez cadrer des analyses sur ce type de matrice dans un contexte de préparation de projet de recherche. Nous n'avons pas la vocation de fournir des analyses sur ce type de produit en prestation analytique classique.

Annexe

Descriptions succinctes des principales méthodes proposées par le LAS

GROUPE I : PRÉLÈVEMENT - PRÉPARATION

LAS-SOL-0101 PREPARATION DES ECHANTILLONS DE SOLS

Les échantillons reçus au laboratoire sont séchés à environ 30°C conformément à la norme *NF ISO 11464*. Le tamisage à 2 mm s'effectue dans des tambours perforés à 2 mm munis de galets cylindriques qui provoquent l'émottage des agrégats de terre lorsqu'on leur imprime un mouvement de rotation. Tambours et galets sont en titane pour éviter les contaminations en métaux. Les agrégats inférieurs à 2 mm sont évacués au fur et à mesure de l'émottage et constituent la "terre fine", fraction qui sera utilisée pour l'analyse. Dans certains cas, on récupère à l'intérieur des tambours, des graviers et des cailloux qui constituent un refus dont la proportion (taux d'éléments grossiers) peut être déterminée si nécessaire (LAS-SOL-0301). On conserve en général 500 ml de terre fine homogénéisée pour constituer l'échantillon pour essais. A partir de celui-ci, on prélève un sous-échantillon complémentaire d'environ 30 ml qui sera broyé à une granulométrie inférieure à 250 µm. Le broyage s'effectue généralement dans une jarre munie de billes et soumise à des mouvements de rotation dans le plan horizontal. Jarres et billes sont constituées d'oxyde de zirconium. Certaines déterminations s'effectuent sur l'échantillon désagrégé à 2 mm, d'autres sur la fraction broyée à 250 µm. Nous travaillerons sur l'échantillon tamisé à 2 mm quand la prise d'essai est >1.5 g et sur l'échantillon broyé < 250 µm quand la prise d'essai est < 1.5 g de manière à assurer des prises d'essai représentatives de l'échantillon. Un échantillon séché à l'air contient un faible pourcentage d'humidité résiduelle (4 à 5 %) qu'il est nécessaire de déterminer si on veut ramener les résultats à un échantillon séché à 105°C. Dans certains cas, il peut être préférable de travailler le sol frais pour éviter des transformations ou des pertes de certains éléments à doser pendant l'étape de séchage. Le type de sol peut aussi être en cause (andosol, analyse de CTO très volatils, analyse de N minéral...).

LAS-SOL-0111 Prise de spectre NIRS

Nous proposons la réalisation d'un spectre proche infrarouge sur un échantillon de sol tamisé à 2 mm, séché à l'air, à partir d'un spectromètre Büchi, modèle NIRFLEX N-500. L'échantillon (prise d'essai d'environ 50 g) est transféré dans un petri (10 cm de diamètre) balayé à différents endroits par un faisceau infrarouge de sorte à obtenir un spectre moyen de l'échantillon (moyenne de 32 scans), tenant ainsi compte de son hétérogénéité.

Les spectres sont acquis en mode « réflectance » sur une gamme spectrale allant de 4000 à 10000 cm⁻¹, et chaque spectre comporte 1501 mesures de

réflectance.

Les données brutes spectrales (pas de transformation) vous seront transmises sous forme de fichier Excel. La première ligne du fichier comporte les valeurs des nombres d'onde, et les lignes suivantes les valeurs de réflectance associées (1 échantillon par ligne), avec en première colonne le numéro unique d'identification de l'échantillon.

Cette méthode est non destructrice de l'échantillon, ce qui rend possible la réalisation d'autres analyses après la prise de spectre ou son renvoi.

La prise d'essai nécessaire est de 50 g. Elle est recyclable pour d'autres analyses.

GROUPE II : HUMIDITÉ – MATIÈRE SÈCHE

LAS-SOL-0201 HUMIDITE A 105°C, g/kg

Cette détermination concerne les échantillons de sols séchés à l'air. Elle n'est pas systématiquement réalisée sur les sols et doit faire l'objet d'une demande spécifique car dans la pratique courante, les résultats des autres déterminations sont exprimés par rapport au sol séché à l'air dont l'humidité résiduelle se situe généralement entre 3 et 5 %. La procédure suivie est équivalente à celle décrite dans la norme *NF ISO 11465*.

La prise d'essai est d'environ 10 g d'un échantillon tamisé à 2 mm.

LAS-SOL-0203 HUMIDITE SUR SOL FRAIS, g/kg

Cette détermination est réalisée sur l'échantillon pour laboratoire à l'état brut dans le cas d'études spécifiques. La procédure suivie est similaire à celle décrite dans la norme *NF ISO 11465*. *La prise d'essai est d'environ 40 g d'un échantillon brut préalablement homogénéisé.*

GROUPE III : GRANULOMÉTRIE

LAS-SOL-0301 TAUX D'ÉLÉMENTS GROSSIERS (terre fine, graviers, cailloux), g/kg

Cette détermination s'effectue au moment de la préparation de l'échantillon de sol. Après broyage, on détermine la proportion de terre fine (< 2 mm), de graviers (2 à 5 mm) et de cailloux (> 5 mm).

LAS-SOL-0302 Granulométrie 5 fractions sans décarbonatation, g/kg et LAS-SOL-03302 Granulométrie 3 fractions sans décarbonatation, g/kg

On détermine la proportion des classes de particules suivantes :

- Argiles : $< 2 \mu\text{m}$; Limons fins : $2 \mu\text{m}$ à $20 \mu\text{m}$; Limons grossiers : $20 \mu\text{m}$ à $50 \mu\text{m}$; Sables fins : $0,050 \text{ mm}$ à $0,200 \text{ mm}$; Sables grossiers $0,200 \text{ mm}$ à $2,00 \text{ mm}$ **pour la 5 fractions** ;
- Argiles : $< 2 \mu\text{m}$; Limons : $2 \mu\text{m}$ à $63 \mu\text{m}$; Sables $0,063 \text{ mm}$ à $2,00 \text{ mm}$ **pour la 3 fractions**.

Une prise d'essai du sol est mise en contact avec de l'eau oxygénée à chaud pour détruire la matière organique. Après tamisage des sables grossiers (tamis de $200 \mu\text{m}$), la détermination des fractions fines ($< 50 \mu\text{m}$) s'effectue au moyen de 3 prélèvements successifs (à la pipette dite de Robinson) dans une suspension du sol avec ajout d'un dispersant. La fraction des sables fins est déterminée par passage sur tamis de $50 \mu\text{m}$ et sous courant d'eau de la suspension après prélèvements des fractions fines.

Les résultats sont exprimés par rapport à la phase minérale (somme des 5 fractions = 1000).

Cette méthode, est réalisée selon la norme AFNOR X31 107.

La prise d'essai est de l'ordre de 6 à 10 g de sol tamisé à 2 mm.

Dans certains cas, il peut être intéressant de réaliser une granulométrie sur un sol après avoir éliminé par traitement à l'acide HCl les particules de calcaire. Cette méthode est possible, nous consulter pour évaluer la faisabilité en termes de délai. Nous pouvons également pour des sols au propriété andique réaliser la détermination sur le sol frais.

GROUPE IV : CARBONE, AZOTE, MATIERES ORGANIQUES

LAS-SOL-0401 Matières volatiles à 550°C, g/100g

Détermination de la fraction de masse perdue par un échantillon lors d'une calcination à 550°C. Après soustraction de la teneur en humidité résiduelle de l'échantillon (mesurée à 105°C par la méthode LAS-SOL-0201), on obtient une estimation de la teneur en matières organiques. La méthode n'est cependant pas parfaitement spécifique car certains constituants peuvent perdre de l'eau de constitution au-delà de 105°C, d'autres peuvent se dégrader ou fixer le gaz carbonique issu de la décomposition de la matière organique. En règle générale, la justesse de l'estimation de la teneur en matières organiques est bonne lorsque la valeur de cette dernière est élevée (litières forestières par exemple) et la fraction minérale stable (échantillons sableux par exemple).

Prise d'essai : environ 1 g d'échantillon broyé à 250 μm .

LAS-SOL-0402 Perte au feu à 1100°C, g/kg

Détermination de la fraction de masse perdue par un échantillon lors d'une calcination à 1100°C. Aux pertes enregistrées à 550°C, s'ajoutent celles consécutives à la décomposition de matériaux divers (dont les carbonates) et au départ de l'eau de constitution de certains composants du sol (argiles par exemple). Cette détermination est surtout utile pour " boucler " les totalisations d'analyses élémentaires, on considère alors les différents éléments sous formes oxydes.

Prise d'essai : environ 1 g d'échantillon broyé à 250 µm.

LAS-SOL-0405 Calcaire (CaCO₃) total, Carbone organique (COT), Carbone (C) Total, Azote (N) total, g/kg

La méthode par combustion sèche repose sur la transformation en dioxyde (CO₂) et en azote gazeux (N₂) de la totalité du carbone et de l'azote présents dans l'échantillon. La réaction s'effectue en portant ce dernier à environ 1000°C en présence d'oxygène. Après séparation chromatographique, les quantités de gaz carbonique et d'azote gazeux N₂ issues de la combustion sont quantifiées au moyen d'un catharomètre (conductibilité thermique).

Le dosage de l'azote total suit la norme ISO 13878, celui du carbone total et organique la norme ISO 10694, et la détermination du calcaire total la norme ISO 10693.

Quand l'échantillon contient des quantités non négligeables (> 1 g/kg en CaCO₃) de carbonates, une correction ou un prétraitement de l'échantillon est nécessaire. La teneur en carbonate est mesurée (voir méthode LAS-SOL-0504). Une correction (C minéral = 0.12 x CaCO₃) est effectuée sur la teneur en carbone total pour obtenir le carbone organique. Dans le cas où la teneur en CaCO₃ est > 700 g/kg, pour éviter la dégradation de la précision des résultats obtenus en carbone organique déduit du carbone total, (liée à la propagation des erreurs de mesure sur carbone total et calcaire total), une étude de répétabilité des analyses en combustion sèche et en calcimétrie est réalisée dans le but de minimiser l'incertitude sur chacune de deux déterminations. Une autre possibilité est de réaliser la combustion sèche sur un échantillon ayant subi un traitement par HCl pour éliminer le carbonate.

Les résultats suivants sont transmis dans le rapport d'analyse :

- Teneur en Azote total g/kg
- Teneur en calcaire total g/kg de CaCO₃
- Teneur en carbone total g/kg
- Teneur en carbone organique g/kg
- Mode d'obtention du carbone organique g/kg
- Rapport Carbone organique/ Azote total (C/N)
- Teneur en matière organique, déduit de Carbone organique multiplié par 1.72

Prise d'essai : environ 50 mg d'échantillon broyé < à 250 µm pour l'analyse par combustion sèche, environ 1 à 5 g pour la détermination des carbonates.

LAS-SOL-0406 Carbone (C) total et azote (N) total, g/kg

Une prise d'essai de sol est analysée par combustion sèche comme pour la méthode SOL-0405. On se limite dans ce cas aux concentrations en :

- Azote total g/kg
- Carbone total g/kg

Dans les sols ne contenant pas de carbonates, la teneur en carbone total est assimilable à la teneur en carbone organique.

Prise d'essai : environ 50 mg d'échantillon broyé < à 250 µm

GROUPE V : pH - CALCAIRE

LAS-SOL-0501 pH eau

Mesure du pH après mise en suspension de l'échantillon dans l'eau dans un rapport **1/5 (v/v)**. La méthode utilisée est celle de la norme ISO 10390 (2021).

Prise d'essai : environ 10 g d'un échantillon tamisé à 2 mm, (dépend de la densité du sol, 10 mL de sol tamisé à 2 mm sont prélevés).

LAS-SOL-0503 pH KCl 1 mol/l

Mesure du pH après mise en suspension de l'échantillon dans une solution de KCl à 1 mol/l avec un rapport 1/5 (v/v). La méthode utilisée est celle de la norme NF ISO 10390 (2021).

Prise d'essai : environ 10 g d'un échantillon tamisé à 2 mm, (dépend de la densité du sol, 10 mL de sol tamisé à 2 mm sont prélevés).

LAS-SOL-0504 Calcaire total, g/kg de CaCO₃

L'échantillon à analyser est acidifié en milieu fermé par une solution d'acide chlorhydrique (HCl). En présence de carbonates, il y a dégagement de dioxyde

de carbone (CO₂) dont on mesure le volume. En tenant compte de la masse de la prise d'essai, on convertit le volume en teneur de CaCO₃ exprimée en g/kg. Les cinétiques de décomposition par les acides sont variables selon les espèces chimiques, rapides pour la calcite, elles sont lentes dans le cas de la dolomie.

La méthode utilisée, est celle décrite par la norme NF ISO 10693.

Prise d'essai : entre 0.5 et 10 g d'échantillon broyé < à 250 µm, selon la teneur.

GRUPE VI : PHOSPHORE ASSIMILABLE

LAS-SOL0601 Phosphore méthode de Joret-Hébert, g/kg

Cette méthode initialement mise au point pour les sols calcaires, peut s'appliquer à tous types de sols. L'échantillon est agité en présence d'une solution d'oxalate d'ammonium ((NH₄)₂C₂O₄) à 0,1 mol/l dans un rapport 1/25 (m/v). Le dosage du phosphore extrait s'effectue par spectrocolorimétrie à 825 nm après développement de la coloration d'un complexe phosphomolybdique selon le protocole décrit par Duval. La procédure suivie est décrite dans la norme NF X 31-161.

Prise d'essai : 2 g de sol tamisé à 2 mm.

LAS-SOL-0602 Phosphore méthode de Dyer, g/kg

Cette méthode utilise une solution d'acide citrique à 20 g/l comme réactif d'extraction dans un rapport sol, solution de 1/5 (m/v). Elle ne s'applique pas aux sols calcaires. Elle est recommandée lorsque le pH est inférieur à 7. Le dosage du phosphore extrait s'effectue par spectrocolorimétrie à 825 nm après développement de la coloration d'un complexe phosphomolybdique selon le protocole décrit par Duval. La procédure utilisée est décrite dans la norme NF X 31-160 (1999).

Prise d'essai : 10 g de sol tamisé 2 mm.

LAS-SOL-0604 Phosphore méthode de Olsen, g/kg

Initialement mise au point pour les sols calcaires, elle convient à une gamme de sols plus vaste. Moins agressive que la méthode de Joret-Hebert, elle solubilise moins les phosphates de rapport Ca/P élevé (tricalciques en particulier). Elle utilise un réactif constitué de NaHCO_3 à 0.5 mol/l tamponnée à pH 8.5 par NaOH dans un rapport d'extraction de 1/20 (m/v). Le dosage du phosphore extrait s'effectue par spectrocolorimétrie à 825 nm après développement de la coloration d'un complexe phosphomolybdique selon le protocole décrit par Duval. La procédure utilisée est décrite dans la norme NF ISO 11263 (1995).

Prise d'essai : 2.5 g de sol tamisé à 2 mm.

LAS-SOL-0603 Phosphore méthode de Duchaufour, g/kg

Cette méthode s'applique essentiellement aux sols forestiers. Elle consiste en une première extraction en milieu acide (solubilisation des phosphates de Ca), suivie d'une deuxième en milieu basique (solubilisation des phosphates de Fe et Al), réalisée sur la prise d'essai ayant subi la première extraction.

Réactif acide : 100 ml de H_2SO_4 à 0.002 mol/l dans un rapport de 1/100 (m/v).

Réactif basique : 100 ml de NaOH à 0.1 mol/l dans un rapport de 1/100 (m/v).

Les extraits sont mélangés, le dosage du phosphore s'effectue par spectrocolorimétrie à 825 nm après développement de la coloration d'un complexe phosphomolybdique selon la procédure décrite par Duval.

Prise d'essai : 1 g de sol broyé < à 250 μm .

GROUPE VII : CEC - CATIONS ECHANGEABLES

LAS-SOL-0701 Capacité d'échange Cationique (CEC), méthode de Metson, cmol+/kg

La CEC correspond à la quantité de charges positives portées par les cations susceptibles d'être fixés, de façon réversible, sur les sites chargés négativement de certains constituants du sol. On distingue les sites à charges permanentes dont le nombre varie peu avec les conditions de milieu (minéraux philliteux)

et les sites à charges variables (matière organique) dont la quantité est fortement liée au pH. La détermination de la CEC selon la méthode de Metson comprend trois étapes. L'échantillon est d'abord saturé en ions ammonium (NH_4^+) par percolations successives d'une solution d'acétate d'ammonium ($\text{CH}_3\text{CO}_2\text{NH}_4$) à 1 mol/l. Le pouvoir tampon de cette dernière permet de ramener le pH du milieu aux environs de 7, ce qui constitue une des caractéristiques essentielles de la méthode. La CEC ainsi obtenue est la CEC potentielle, c'est-à-dire celle que le sol aura si son pH est proche de 7. Après avoir éliminé l'excès d'ions ammonium par percolations d'alcool éthylique, on procède ensuite à leur échange par une solution de chlorure de sodium à 1 mol/l. Les ions ammonium déplacés sont dosés par spectrophotométrie sur la solution précédente, une fois filtrée. Les concentrations trouvées sont converties en cmol^+/kg (centimoles de charges positives par kilogramme de sol). La procédure utilisée est décrite dans la norme NF X 31-130 (1999).

Prise d'essai : 2.5 g de sol tamisé à 2 mm

LAS-SOL-0702 Extraction des cations échangeables à l'acétate d'ammonium

Les cations échangeables sont déterminés par agitation de l'échantillon en présence d'une solution d'acétate d'ammonium 1 mol/l tamponnée à pH 7. Après filtration, l'extrait est récupéré en vue du dosage des cations passés en solution.

La procédure utilisée est décrite dans la norme AFNOR NF X 31-108 (2002).

La fraction de cations extraite n'est pas toujours spécifique aux seules formes échangeables. Ce phénomène est particulièrement accentué dans le cas de fortes proportions de sels solubles (sols salés) et dans le cas du calcium pour les sols calcaires. La solubilisation du calcaire est favorisée par effet de la complexation des ions Ca^{2+} par les ions acétate.

Prise d'essai : 2.5 g de sol tamisé à 2 mm

LAS-SOL-0706 Sodium échangeable à l'acétate d'ammonium (MP-AES), cmol^+/kg

Le dosage est réalisé par spectrométrie d'émission atomique à plasma d'azote généré par micro-ondes à partir de l'extrait obtenu par la méthode LAS-SOL-0702. Cet élément doit être dosé seul car des précautions supplémentaires doivent être prises pour éviter de polluer les extraits en sodium au cours des manipulations de filtration, centrifugation.

LAS-SOL-0726 Ca, Mg, Mn, K échangeables à l'acétate d'ammonium (ICP-AES), cmol^+/kg

Cette méthode permet de doser simultanément les ions Ca, Mg, K, et Mn dans les extraits obtenus par la méthode LAS-SOL-0702. La technique analytique utilisée est la spectrométrie d'émission optique par plasma induit d'argon (ICP-AES). Les teneurs sont exprimées en cmol^+/kg pour chacun des cations.

LAS-SOL-0709 Extraction au chlorure de cobaltihexammine

La CEC et les cations échangeables sont déterminés par agitation de l'échantillon en présence d'une solution de chlorure de cobaltihexammine ($\text{Co}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_3$), à $50 \text{ mmol} \cdot \text{L}^{-1}$ (millimoles de charges positives par litre). La solution d'extraction n'a pas de pouvoir tampon, le pH auquel les échanges s'effectuent est donc très proche de celui du sol. Dans les sols acides, il devient ainsi possible de faire passer en solution des ions Al^{3+} , Fe^{2+} , Mn^{2+} , voire H^+ et de les doser, contrairement aux extraits à l'acétate d'ammonium pH 7 dans lesquels ces ions précipitent en général sous forme hydroxyde.

La faculté qu'a l'ion cobaltihexammine ($\text{Co}(\text{NH}_3)_6^{3+}$) à s'échanger permet son utilisation avec des quantités résiduelles excédentaires réduites. On estime qu'une consommation de 35 % du réactif conduit encore à un échange complet des cations fixés sur l'échantillon. Au-delà, il faut réduire la prise d'essai ou augmenter la concentration en solution. L'extrait obtenu peut être utilisé à la fois pour la détermination de la CEC et la quantification des cations échangeables.

Prise d'essai : la plus courante consiste à traiter 2.5 g d'échantillon tamisé à 2 mm en présence de 50 ml de solution de cobaltihexammine à 50 mmol+/l.

La méthode est décrite dans la norme NF X 31-130 (1999).

LAS-SOL-0710 Capacité d'échange cationique (CEC) cobaltihexammine, cmol+/kg

La détermination de la concentration en ions cobaltihexammine ($\text{Co}(\text{NH}_3)_6^{3+}$) restés en solution après échange avec le sol permet de calculer la quantité fixée sur ce dernier et d'en déduire la valeur de sa CEC. L'ion cobaltihexammine a un pic d'absorption à 475 nm en longueur d'onde. La concentration en solution se détermine donc par spectrophotométrie. On calcule la CEC selon le principe du dosage en retour, c'est-à-dire que l'on mesure la quantité d'ions n'ayant pas été échangés avec les sites du sol, et on en déduit la concentration des ions cobaltihexammine ayant été fixés par le sol par soustraction entre la concentration initiale et celle restant en solution (mesurée par spectrophotométrie). Cette méthode donne accès à la CEC effective du sol, les réactions d'échanges étant réalisées à un pH très voisin de celui du sol.

La méthode est décrite dans la norme NF X 31-130 et dans la norme ISO 23470 (2018).

LAS-SOL-0728 Al, Ca, Fe, Mg, K, Mn, échangeables cobaltihexammine (ICP-AES), cmol+/kg

Cette méthode permet de doser simultanément les ions Al, Ca, Fe, Mg, K, et Mn dans les extraits obtenus par la méthode LAS-SOL-0709. La technique analytique utilisée est la spectrométrie d'émission optique par plasma induit d'argon (ICP-AES). Les teneurs sont exprimées en cmol+/kg pour chacun des cations.

GROUPE VIII : OLIGO-ÉLÉMENTS

LAS-SOL-0801 Extraction à l'EDTA

La méthode consiste à mettre en contact, dans un rapport fixé à 1/10 (m/v), l'échantillon de sol et une solution d'acétate d'ammonium à 1 mol/l tamponné à pH 7 contenant 0.01 mol/l d'acide éthylène diamino-tétracétique (EDTA, sel disodique). Le pouvoir complexant de l'EDTA permet la mise en solution partielle de certains éléments qui sont ensuite dosés sur l'extrait filtré.

Prise d'essai : 5 g d'échantillon tamisé à 2 mm.

La procédure détaillée est décrite dans la norme AFNOR NF X 31-120 (2003).

LAS-SOL-0806 Cu, Fe, Mn et Zn extractibles à l'EDTA, mg/kg

Cette méthode permet de doser simultanément les ions Cu, Fe, Mn et Zn dans les extraits EDTA obtenus par la méthode LAS-SOL-0801. La technique analytique utilisée est la spectrométrie d'émission optique par plasma induit d'argon (ICP-AES). Les teneurs sont exprimées en mg/kg pour chacun des cations. Cette méthode suit la norme NF X31 120. Cette méthode peut s'appliquer à d'autres ions comme par exemple des éléments traces métalliques.

LAS-SOL-0809 Extraction au DTPA

La méthode consiste à mettre en contact dans un rapport fixé à 1/2 (m/v), l'échantillon de sol et une solution de pH 7.3 de triéthanolamine à 0.1 mol/l,

de chlorure de calcium à 0.01 mol/l et d'acide diéthylène-triamine-pentaacétique (DTPA) à 0.005 mol/l. Le pouvoir complexant du DTPA permet la mise en solution partielle de certains éléments qui sont ensuite dosés sur l'extrait filtré. La procédure détaillée est décrite dans la norme AFNOR NF X 31-121 (1993).

Prise d'essai : 10 g de sol tamisé à 2 mm.

LAS-SOL-0814 Cu, Fe, Mn et Zn extractibles au DTPA, mg/kg

Cette méthode permet de doser simultanément les ions Cu, Mn, Fe, et Zn dans les extraits DTPA obtenus par la méthode LAS-SOL-0809. La technique analytique utilisée est la spectrométrie d'émission optique par plasma induit d'argon (ICP-AES). Les teneurs sont exprimées en mg/kg pour chacun des cations. Cette méthode peut s'appliquer à d'autres ions comme par exemple des éléments traces métalliques.

LAS-SOL-0807 Bore soluble à l'eau bouillante, mg/kg

Au contact d'une solution contenant du bore, le pouvoir fixateur d'un échantillon de sol est fortement corrélé à sa teneur en matière organique et à son pH. Cependant, en présence d'une solution identique mais exempte de bore, on ne retrouve pas la même répartition entre phases solide et liquide pour des sols n'ayant pas fait l'objet d'apports récents. Ce phénomène laisse supposer la possibilité d'une immobilisation du bore, envisagée par ailleurs, par de nombreux auteurs. En conséquence, la rupture des liaisons avec le sol nécessite un apport d'énergie supplémentaire à la simple solvataion, ce qui est réalisé avec une extraction à l'eau bouillante. Mais dans ces conditions, les quantités libérées ne restent pas en solution. Elles se fixent de nouveau sur la phase solide, lors du refroidissement, avec une amplitude qui dépend des caractéristiques évoquées précédemment concernant l'échantillon de sol.

Dans le cas présent, le dosage du bore sur l'extrait filtré s'effectue par spectrométrie d'émission optique par plasma induit d'argon (ICP-AES).

La procédure est adaptée de la norme AFNOR NF X 31-122 (1999).

Prise d'essai : 20 g d'échantillon tamisé à 2 mm.

GRUPE IX : PARAMETRES PEDOLOGIQUES

Les méthodes proposées ici concernent l'extraction et le dosage de différentes formes du fer considéré comme traceur de l'évolution des sols. Elles s'appliquent également à l'aluminium et au silicium, susceptibles de renseigner sur la nature des formes extraites. L'objectif visé est l'extraction d'une fraction plus ou moins importante du fer sous forme amorphe ou cristallisée non inclus dans un réseau silicaté (minéraux primaires ou argiles). Cette fraction est souvent appelée " fer libre ". Les quantités d'éléments extraites sont sensibles au pH, au potentiel d'oxydo-réduction, au pouvoir complexant de la solution d'extraction, à la température et aux conditions opératoires (rapport d'extraction, temps d'agitation, conditions d'éclairement...). Les méthodes figurant dans ce groupe sont le résultat d'une sélection qui s'est opérée au cours du temps avec comme critère, la fréquence des demandes. Dans la majorité des cas, les déterminations ont conservé le nom de leurs auteurs. Les protocoles d'origine ont été modifiés au fil du temps, il est donc important de préciser les points essentiels des protocoles actuels, le travail en normalisation n'ayant pas encore été réalisé pour ce type de méthode.

LAS-SOL-0901 Extraction selon la méthode de Tamm en obscurité et LAS-SOL-0905 Al Fe Si Tamm obscurité en ICPAES, g/100g

La méthode a été proposée par Tamm en 1922. Elle consiste en une extraction en présence d'une solution d'acide oxalique et d'oxalate d'ammonium tamponnée à un pH de 3. Les manipulations s'effectuent à l'abri de la lumière car les quantités de fer extraites sont sensibles à l'effet réducteur des rayonnements ultra-violet (2). Le fer est extrait à 96 % sur des coprecipités frais de fer et d'aluminium, l'aluminium à 65 %. Une variante de cette extraction consiste à ajouter un réducteur lors de l'extraction, par exemple de la dithionite de sodium.

Réactif :

La solution d'extraction est constituée par :

- Acide oxalique 0.0866 mol/l
- Oxalate d'ammonium 0.1134 mol/l

Son pH est de 3.0

Mode opératoire :

1.25 g de sol broyé à 250 µm sont agités pendant 4 heures en présence de 50 ml de réactif. Cette opération est réalisée à 20°C et à l'obscurité.

Les dosages d'Al, Fe et Si s'effectuent sur l'extrait filtré par spectrométrie d'émission optique en plasma induit d'argon (ICP-AES).

Prise d'essai : 1.25 g d'échantillon broyé < à 250 µm.

LAS-SOL-0906 Extraction selon la méthode Mehra et Jackson et LAS-SOL-0910 Al, Fe, Si méthode Mehra Jackson, g/100g

La méthode a été proposée par Mehra et Jackson en 1960 (1). Elle est encore appelée méthode CBD. L'extraction s'effectue à chaud en présence de citrate de sodium comme complexant, hydrogénocarbonate de sodium pour tamponner le pH et de dithionite de sodium comme réducteur. D'après Jeanroy (2), on dissout la totalité du fer présent sous forme d'oxydes et oxyhydroxydes (hématite, goethite, lépidocrocite) et moins de 5 % du fer présent dans les minéraux silicatés ferrifères (biotite, pennine, glauconite).

Réactif :

Solution d'extraction :

- tri-Citrate de sodium 0.267 mol/l
- Hydrogénocarbonate de sodium 0.111 mol/l

Solution réductrice :

- Dithionite de sodium à 200 g/l

Mode opératoire :

0.500 g de sol broyé à 250 µm, est mis en contact avec 25 ml de la solution d'extraction. Après ajout 1.5 ml de la solution réductrice, l'ensemble est porté à 80°C dans un bain marie, pendant 30 minutes en agitant par intermittence.

Après refroidissement, ajuster le volume à 50 ml, homogénéiser et filtrer.

Les dosages s'effectuent de Al, Si, et Fe sur l'extrait filtré par spectrométrie d'émission optique en plasma induit d'argon (ICP-AES).

Prise d'essai : 0.500 g d'un échantillon broyé < à 250 µm.

Bibliographie :

- (1) Mehra O.P., Jackson M.L., 1960. Iron oxide removal from soils and clay by a dithionite-citrate system buffered with sodium bicarbonate. Clays and Clay Minerals, 7, 317-327.
- (2) Jeanroy E., 1983. Diagnostic des formes du fer dans les pédogénèses tempérées. Thèse, Université Nancy, 47-49.

GRUPE X : ÉLÉMENTS TOTAUX HF

LAS-SOL-1001 Mise en solution totale par HF, manuelle ou automatisée

La mise en solution totale d'échantillons de sol contenant des matériaux silicatés requiert l'utilisation de l'acide fluorhydrique. Dans cette méthode, un mélange acide fluorhydrique et acide perchlorique est utilisé. Pour éviter les risques d'une oxydation brutale de la matière organique par HClO_4 , une calcination préalable de l'échantillon à 450°C est effectuée. Les acides fluorhydrique et perchlorique sont éliminés par évaporation en fin de réaction, ce qui a pour conséquence l'élimination de la silice sous forme d'acide fluorosilicique (H_2SiF_6). La présence d'acide perchlorique (HClO_4) est nécessaire pour éviter la précipitation du calcium et d'éventuel élément trace métallique sous forme de fluorure (CaF_2 , CdF_2 ...). L'échantillon est repris après évaporation des acides fluorhydriques et perchloriques par une solution de HNO_3 dilué.

La procédure détaillée est décrite dans la norme NF X 31-147 (1996) et NF ISO 14869-1.

Prise d'essai : 0.250 g d'échantillon de sol broyé < à 250 μm .

LAS-SOL-1029 ICP1-Éléments traces totaux HF : Co, Cr, Cu, Ni, Zn (ICP-AES), mg/kg

Les éléments traces Co, Cr, Cu, Ni, et Zn sont dosés simultanément dans les extraits finaux (milieu HNO_3 2 %) par spectrométrie d'émission optique en plasma induit d'argon (ICP-AES).

LAS-SOL-1030 ICP2-Éléments traces totaux HF : Pb, Cd, Tl, Mo (ICP-MS), mg/kg

Les éléments traces Pb, Cd, Tl et Mo sont dosés simultanément dans les extraits finaux (milieu HNO_3 2 %) par spectrométrie de masse couplée à un plasma induit d'argon (ICP-MS).

LAS-SOL-1031 ICP3-Éléments totaux HF : Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, P (ICP-AES), g/100g ou mg/kg

Les éléments majeurs Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na et P présents dans les minéralisats de sols sont analysés simultanément par spectrométrie d'émission atomique à plasma induit d'argon (ICP-AES) radial. Toutes les concentrations sont exprimées en g/100g, sauf celle de Mn qui est exprimée en mg/kg.

LAS-SOL-1041 Arsenic (As) total HF (CRI-ICP-MS), mg/kg

L'arsenic présent dans les minéralisats de sols est analysé par spectrométrie de masse couplée à une cellule de collision-réaction et à un plasma induit d'argon (ICP-MS). La cellule de collision-réaction alimentée en un mélange $\text{He}+\text{H}_2$ et l'application d'une barrière d'énergie permettent de réduire à un niveau négligeable les interférents de l'isotope ^{75}As .

GROUPE XI : ÉLÉMENTS TOTAUX NON HF

LAS-SOL-1106 Mercure (Hg) total (combustion sèche), mg/kg

Le mercure total est dosé par une méthode de combustion sèche, sous flux d'oxygène. Après une étape de séchage, l'échantillon est soumis à une température de 600°C. Le mercure dégagé est piégé par un amalgame à base d'or. Ce dernier est ensuite porté brièvement à forte température, ce qui libère le mercure en vue de son dosage par spectrométrie d'absorption atomique.

Prise d'essai : 200 mg de sol broyé < à 250 µm

LAS-SOL-1108 Sélénium (Se) total (HG-AFS), mg/kg

L'échantillon (sol broyé à 250 µm), est traité par un mélange acide sulfurique H₂SO₄ / acide nitrique HNO₃ (2/1) en présence de pentoxyde de vanadium (V₂O₅) à 100°C pendant 3 heures. Le sélénium est ensuite réduit à la valence 4 en présence d'acide chlorhydrique (HCl) à chaud. Le sélénium solubilisé et réduit réagit avec une solution de borohydrure de sodium (NaBH₄) en présence d'acide sulfurique dans un séparateur gaz-liquide. Il s'en dégage l'hydrure de sélénium (SeH₄) et de l'hydrogène. L'hydrogène alimente une flamme dans laquelle l'hydrure se décompose en Se sous forme atomique. Le sélénium est quantifié par spectrométrie de fluorescence atomique.

Prise d'essai : 1 g de sol broyé < à 250 µm

LAS-SOL-1130 Minéralisation par le peroxyde de sodium

L'échantillon de sol broyé à 250 µm est préalablement calciné à 450°C, puis est mis en présence de peroxyde de sodium et de carbonate de sodium à une température de 480°C. Après dissolution, le frittage obtenu est dissout dans une solution aqueuse d'acide nitrique. Cette méthode est adaptée de l'article de M. Borsier et M. Garcia dans Spectrochimica Acta, Vol. 38B, Nos. 1/2, pp. 123-127.1983.

Prise d'essai : 200 mg de sol broyé < à 250 µm.

LAS-SOL-1134 Al, Si, Ti extraits au peroxyde de sodium, g/100g

Dosage des éléments passés dans la solution d'acide nitrique, résultant de la minéralisation LAS-SOL-1130, par spectrométrie d'émission optique en plasma induit d'argon (ICP-AES).

GRUPE XII : EXTRACTION PAR L'EAU REGALE

LAS-SOL-1201 Mise en solution eau régale

Une prise d'essai (3 g en général) de l'échantillon de sol broyé à 250 μm est soumise à l'action d'un mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique, appelé « eau régale », pendant 16 heures à température ambiante, puis à ébullition avec reflux pendant 2 heures. L'extrait est ensuite filtré et ajusté au volume avec de l'acide nitrique dilué. Les concentrations des éléments traces et des éléments majeurs peuvent alors être déterminées par des techniques spectrométriques. Si le mercure doit être dosé, un piège à mercure est placé en tête des réfrigérants. Cette extraction suit la norme ISO 11466.

Cette extraction est moins « totale » que la méthode à l'acide fluorhydrique et à l'acide perchlorique. Elle est parfois nommée « PSEUDO-TOTALE ». Les résultats en éléments traces présents dans les phases silicatées sont en général plus faibles que ceux de minéralisations totales (cas de Cr, Ni et Co). En ce qui concerne les éléments majeurs, des écarts importants sont constatés pour l'aluminium, le potassium et le sodium.

Prise d'essai : 3 g de sol broyé < à 250 μm .

Note : la masse de sol prélevée étant de 3 g, il est possible d'utiliser du sol tamisé à 2 mm. Cependant, comme indiqué dans la norme ISO 11466, le LAS utilise le sol broyé < 250 μm car cela augmente l'efficacité de la minéralisation (surtout pour les éléments majeurs) et permet de diminuer les prises d'essai par exemple pour des sols très pollués.

LAS-SOL-1211 ICP7-Éléments traces extraits à l'eau régale (ICP-AES et ICP-MS), mg/kg

Les éléments Cr, Cu, Ni, Pb et Zn extraits par l'eau régale sont analysés par ICP-AES. Les teneurs en cadmium sont déterminées par ICP-MS.

GRUPE XIII : MICROPOLLUANTS ORGANIQUES

LAS-SOL-1303 16 HAP (HPLC-UV-FLUO)

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) suivants :

naphthalène, acénaphène, fluorène, phénanthrène, anthracène, fluoranthène, pyrène, benzo(a)anthracène, chrysène, benzo(b)fluoranthène, benzo(k)fluoranthène, benzo(a)pyrène, dibenzo(ah)anthracène, benzo(ghi)pérylène, acénaphylène, indéno(123,cd)pyrène sont recherchés dans un extrait de sol obtenu par extraction en mode PSE (solvants chauffés et sous pression).

L'extraction est effectuée sur environ 20 g de sol séché à l'air et tamisé à 2 mm.

La séparation et le dosage des HAP se font par chromatographie liquide couplée à un détecteur à ultra-violets (acénaphylène et indéno(123,cd)pyrène) et à un détecteur fluorimétrique (13 autres HAP).

Les teneurs en HAP sont exprimées sur l'échantillon séché à 105°C.

LAS-SOL-1308 : 20 PCB (GC-MS-MS)

Les 20 polychlorobiphényles (PCB) dosés sont les suivants (selon la codification IUPAC) :

PCB18 ; PCB28 ; PCB33 ; PCB44 ; PCB52 ; PCB70 ; PCB101 ; PCB105 ; PCB118 ; PCB128 ; PCB138 ; PCB153 ; PCB170 ; PCB180 ; PCB187 ; PCB194 ; PCB195 ; PCB199 ; PCB206 ; PCB209.

L'extraction est effectuée sur environ 20 g de sol séché à l'air et tamisé à 2 mm.

La séparation et le dosage des PCB se font par chromatographie gazeuse couplée à un détecteur de masse-masse.

Les teneurs en PCB sont exprimées sur l'échantillon séché à 105°C.

GROUPE XIV : AZOTE MINERAL

LAS-SOL-1401 Extraction 1/10 au KCl 0.5 mol/l

Le LAS propose la détermination de l'azote minéral ammoniacal (NH_4^+) et nitrique (NO_3^-), sur échantillon de sol séché à l'air et tamisé à 2 mm. Des modifications interviennent en cours de séchage qui se traduisent en général par une augmentation très importante des teneurs en azote ammoniacal et un peu plus modérée de l'azote nitrique. Cette détermination n'est pas utilisable pour les diagnostics de fertilisation azotée. Il faut mieux dans ce cas, utiliser une méthode sur sol frais. Les ions nitrates (NO_3^-), très solubles dans l'eau, ne nécessitent pas de réactif particulier pour leur extraction. En revanche, les ions ammoniums (NH_4^+), susceptibles de se fixer sur les sites négatifs des sols, doivent être échangés avec d'autres cations pour passer en solution, d'où l'utilisation du chlorure de potassium (KCl).

Prise d'essai : 10 g de sol séché et tamisé à 2 mm.

LAS-SOL-1406 Azote minéral (N de NO_3 et N de NH_4) sur extrait 1/10 au KCl 0.5 mol/l, mg/kg

La spectrophotométrie en mode de flux continu s'avère bien adaptée au dosage simultané de l'azote nitrique (NO_3^-) et ammoniacal (NH_4^+) pour des séries d'échantillons importantes. Dans le cas des nitrates, l'extrait KCl est dilué et transféré sur une colonne de cadmium pour réduire les ions NO_3^- en NO_2^- (nitrites). Les ions nitrites formés donnent lieu à une réaction de diazotation avec la sulfanilamide en présence de N-(1-naphtyl)-éthylène diamine dont le produit résultant présente une coloration rose. La densité optique des solutions obtenues, mesurée à 540 nm, est en relation avec la concentration initiale en nitrates. Les concentrations en azote ammoniacal sur un extrait KCl sont déterminées par spectrophotométrie en flux continu. En milieu alcalin, il y a formation d'un composé coloré de type indophénol par réaction des ions NH_4^+ avec du dichloroisocyanurate de sodium comme agent de chloration, le salicylate de sodium et le nitroprussiate de sodium comme catalyseur. La densité optique des solutions obtenues (de couleur vert pâle), mesurée à 660 nm, est en relation avec la concentration initiale de NH_4^+ .

GROUPE XV : ELEMENTS EXTRAITS A L'EAU

Lors d'une extraction à l'eau, la phase liquide est principalement alimentée par les espèces solubles non fixées par les différents constituants du sol. La composition finale de la solution peut cependant être remaniée par des échanges possibles avec la phase solide, consécutivement aux nouvelles conditions résultant de la présence d'ions en solution. Des ions peuvent prédominer en solution : Na^+ , Cl^- pour les sols salés, Ca^{2+} , SO_4^{2-} pour les sols gypseux, ions issus des matières fertilisantes pour certains types de culture, leur niveau de concentration étant lié aux produits de solubilité des espèces présentes. Une extraction à l'eau est en général pratiquée pour s'assurer d'un seuil de salinité, plus rarement pour estimer un niveau de fertilité.

LAS-SOL-1502 Extraction à l'eau 1/5

Extraction du sol en présence d'eau dans un rapport 1/5 (m/v).

Prise d'essai : 10 g d'échantillon tamisé à 2 mm.

LAS-SOL-1505 Conductivité totale sur extrait 1/5 (m/v) à 25°C, mS/cm

La conductivité électrique quantifie l'aptitude d'une solution à laisser passer un courant électrique, elle augmente avec la salinité de cette dernière et permet de juger d'une manière indirecte et globale de la concentration en sels solubles. Tous les ions ne se comportent pas de la même manière, en solution diluée, on peut leur affecter des valeurs de conductivité dites équivalentes qui leur sont spécifiques. La conductivité est l'inverse de la résistivité. Dans le cas des solutions, la mesure s'effectue entre deux électrodes de platine maintenues parallèles et la conductivité s'exprime Siemens (inverse de l'Ohm) par unité de longueur. On utilise en général le millisiemens par centimètre (mS/cm). La conductivité étant fonction de la température, il est nécessaire de préciser la valeur de cette dernière. La quantité de sels solubles étant fonction du rapport d'extraction, il est nécessaire de préciser ce dernier.

Normes disponibles :

NF ISO 11265 (1995) Détermination de la conductivité électrique spécifique (sur un extrait de sol).

LAS-SOL-1511 Azote (N) total soluble dans l'eau (combustion), mg/kg

L'azote total présent dans la solution est mesuré par combustion sèche d'une aliquote de l'échantillon liquide déposé sur colonne d'oxydation chauffée à 1000°C.

LAS-SOL-1512 Chlorures (Cl) solubles dans l'eau (chromatographie ionique), g/kg

Cf LAS-SOL-1525

LAS-SOL-1521 Ca, Mg, K, Na solubles dans l'eau (ICP-AES), g/kg

Les cations Ca, Mg, K et Na extraits à l'eau sont analysés par ICP-AES.

LAS-SOL-1524 Carbone organique non purgeable (NPOC) (combustion), g/kg

La solution obtenue après l'extraction à l'eau est, dans un premier temps, acidifiée puis dégazée par bullage d'azote. Cette opération est réalisée dans le but d'éliminer le carbone présent sous forme carbonate. La solution est ensuite déposée dans une colonne d'oxydation chauffée à 1000°C sous flux d'oxygène ; tout le carbone est transformé en CO₂ et ainsi mesuré.

LAS-SOL-1525 Cl, N de NO₃, S de SO₄ (chromatographie ionique), g/kg

Les anions extraits à l'eau sont analysés simultanément par chromatographie ionique. L'éluant utilisé est un mélange de carbonate de sodium et de bicarbonate de sodium. En sortie de colonne, les anions sont détectés par un détecteur conductimétrique.

GROUPE XVII : ELEMENTS TRACES EXTRACTIBLES

EXTRACTIONS « DOUCES »

LAS-SOL-1701 Extraction au CaCl₂ 0.01M

Le chlorure de calcium (CaCl₂) est l'un des réactifs reconnus pour estimer la proportion d'éléments biodisponibles dans les sols. Les éléments minéraux présents dans le sol sont extraits par le CaCl₂ 0,01M par échange avec Ca²⁺ et par complexation par Cl⁻. En raison de la faible concentration du réactif, seuls quelques pourcents des teneurs totales sont extraits.

3 g de sol tamisé à 2 mm sont mis en contact avec 30 ml de solution d'extraction CaCl₂ 0.01M. Après une agitation pendant 2 heures, le mélange sol-solution est filtré à 0.45 µm par un dispositif d'aspiration sous vide. Le filtrat recueilli est acidifié par de l'acide nitrique de qualité très pure, puis analysé par ICP-MS.

LAS-SOL-1765 Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, et Zn extraits au CaCl₂ 0.01M, µg/kg

Les éléments sont dosés simultanément par spectrométrie de masse couplée à un système à plasma d'argon (ICP-MS) doté d'une cellule de collision réaction (CCT).

Les dosages sont réalisés en présence d'un étalon interne, l'indium (In). Pour cela, les filtrats et les étalons sont dilués au 1/10 avec une solution d'acide nitrique 0,5 % contenant l'étalon interne.

EXTRACTIONS « COMPLEXANTES »

LAS-SOL-1704 Extraction à l'EDTA - méthode BCR

Cette extraction consiste à utiliser une solution d'EDTA sous forme libre (appelé « Tritriplex ») à une concentration de 0.05M. C'est une variante de la méthode décrite en LAS-SOL-0801, avec pour principale différence que le pouvoir tampon de la solution en l'absence d'acétate d'ammonium est très

faible. Cette extraction s'applique plus spécifiquement pour la recherche et l'estimation de la mobilité de micropolluants métalliques.

Prise d'essai : 5 g de sol tamisé à 2 mm (pour 50 ml de solution EDTA 0,05M)

LAS-SOL-1753 ICP5-Éléments extraits à l'EDTA (BCR) : Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn (ICP-AES), mg/kg

Les éléments extraits sont dosés par spectrométrie d'émission atomique en plasma induit d'argon, (ICP-AES).

LAS-SOL-1757 ICP12-Éléments extraits à l'EDTA (BCR) : Co, Fe, Mn (ICP-AES), mg/kg

Les éléments extraits sont dosés par spectrométrie d'émission atomique en plasma induit d'argon, (ICP-AES).

GROUPE XVIII : PESTICIDES

TECHNIQUES D'EXTRACTION POUR LES MICROPOLLUANTS ORGANIQUES

PSE : Extraction par solvant pressurisé

Il s'agit d'un automate d'extraction accélérée par solvants chauffés et sous pression, composé d'un module de distribution de solvants, de deux carrousels dont l'un supporte les cellules métalliques d'extraction et l'autre les flacons en verre pour la récupération des extraits. Un échantillon solide, séché et tamisé à 2 mm, est mélangé à de la célite puis déposé dans une cellule métallique d'extraction. Lors de la phase d'extraction, la cellule est placée dans un four chauffé à une température donnée. Ensuite un solvant ou mélange de solvants est injecté dans la cellule, bouchée en sortie, entraînant ainsi l'application d'une haute pression durant un temps de cycle fixé. Les micropolluants organiques sont alors désorbés de la matrice solide et solubilisés dans la phase de solvants récupérée dans un flacon en verre. Selon la méthode appliquée, il est possible de programmer jusqu'à 3 cycles d'extraction pour une même cellule.

LLE : Extraction liquide / liquide

La technique consiste à extraire des micropolluants organiques dissous dans une phase aqueuse à l'aide d'un solvant doté d'un fort pouvoir de solubilisation de ces composés et également non miscible à l'eau. La phase aqueuse est versée dans une ampoule en verre et extraite par un volume de solvant ou mélange de solvants selon un rapport en général de 1 sur 5 (1 volume de solvant pour 5 volumes d'eau). Le récipient est bouché et agité mécaniquement pendant un temps donné, puis une phase de décantation est observée afin d'obtenir l'apparition de deux phases distinctes. Les micropolluants organiques se sont alors dissous dans la phase organique qui est récupérée, puis concentrée pour la détermination de leur teneur.

SPE : Extraction sur phase solide

Ce mode d'extraction des micropolluants organiques dissous dans une phase aqueuse utilise des cartouches de silice greffée de groupements atomiques capables d'adsorber ces composés. Après une phase de conditionnement de la cartouche, la solution aqueuse est déposée en tête de colonne et traverse la résine adsorbante. Le choix judicieux de l'adsorbant permet la rétention des composés à analyser lors du dépôt et l'élimination de composés indésirables risquant de créer des problèmes d'interférence lors du dosage chromatographique. Les composés sont ensuite désorbés par élution à l'aide d'un faible volume de solvants déposé en tête de colonne. Cette technique d'extraction implique l'utilisation de faibles volumes de solvants et permet simultanément une purification et concentration de l'extrait.

TECHNIQUES DE PURIFICATION POUR LES MICROPOLLUANTS ORGANIQUES

Purification par lavage à l'eau

La technique consiste à verser l'extrait, contenant les micropolluants organiques dissous dans un solvant organique non miscible à l'eau, dans une ampoule à décanter en verre et d'y ajouter un volume d'eau pure. Les composés polaires indésirables passent de la phase solvatée à la phase aqueuse après un temps d'agitation. Après décantation des phases non miscibles, les composés polaires sont éliminés avec la phase aqueuse. Cette technique s'applique aux micropolluants organiques non polaires dissous dans un solvant non miscible à l'eau.

Purification sur phase adsorbante

La technique consiste à utiliser une colonne contenant une ou plusieurs phases adsorbantes (Silice, Florisil, alumine...). Le laboratoire conditionne les colonnes de purification avec l'adsorbant adéquat ou utilise des colonnes commerciales déjà conditionnées. Les cartouches de type SPE (solid phase extraction) peuvent être également utilisées permettant une éventuelle automatisation de la purification. La purification des extraits est réalisée par une succession d'étapes : rinçage de l'adsorbant, conditionnement de l'adsorbant, dépôt de l'extrait et élution des micropolluants organiques.

Purification à l'acide

La technique consiste à verser l'extrait, contenant les micropolluants organiques dissous dans un solvant organique non miscible à l'eau, dans une ampoule à décanter en verre et d'y ajouter un volume d'acide (du type acide chlorhydrique concentré). Après un temps d'agitation, seuls les micropolluants organiques très stables chimiquement ne sont pas dégradés sous l'action de l'acide (cas des polychlorobiphényles). Après décantation des phases non miscibles, les micropolluants organiques d'intérêt sont récupérés avec la phase solvatée. Cette technique s'applique aux micropolluants organiques non polaires chimiquement très stables et dissous dans un solvant non miscible à l'eau.

LAS-SOL-1854 17 pesticides organochlorés (OCP), µg/kg

L'analyse se fait en chromatographie gazeuse couplée avec un détecteur de masse à triple quadripôle et munie de modules Head Space et Solid Phase Micro Extraction (HS-SPME-GC-MS/MS). La méthode consiste à mettre en contact une faible quantité d'échantillon de sol (environ 5 g) avec un volume de 20 mL de solvants organiques d'extraction dans un flacon en verre bouché à l'aide d'un septum et serti. Le flacon est placé sur un portoir à espace de tête (HS) installé sur un système de chromatographie en phase gazeuse couplée à un détecteur de masse à triple quadripôle. Lors de l'analyse, le flacon est prélevé et positionné dans un puits par un passeur automatique. Le passeur automatique transperce le septum du flacon à l'aide de l'aiguille d'une seringue dont l'extrémité, munie d'une phase adsorbante, se retrouve au contact de la phase liquide solvatée (SPME). Le flacon comportant le mélange d'échantillon de sol et de solvants organiques est alors agité pendant un temps défini et à une température donnée. Au cours de cette opération, les pesticides organochlorés, initialement adsorbés dans le sol, se dissolvent dans la phase liquide solvatée et se fixent ensuite sur la fibre adsorbante. Au terme de la phase d'adsorption spécifique, le passeur automatique introduit l'aiguille de la seringue dans l'injecteur chauffé du chromatographe. Les pesticides organochlorés, décrochés de la fibre par désorption thermique dans l'injecteur programmé en température, sont volatilisés et transportés par le gaz vecteur inerte.