

CATALOGUE ANALYTIQUE GENERAL 2025

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

Les activités de notre laboratoire sont essentiellement axées sur l'analyse physico-chimique des sols. Nous sommes également en mesure d'analyser des solutions de type eaux de pluie, eaux de rivières, eaux interstitielles... ou des extraits de sols obtenus par vos soins.

Le Laboratoire d'Analyses des Sols est accrédité par la Section Essais du COFRAC sous le n° 1-1380 (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 18 décembre 2024 fixant la liste des laboratoires d'analyses de terre agréés pour l'année 2025), consultable à l'adresse <https://www.legifrance.gouv.fr/jorf/id/JORFTEXT000050855113>).

Vous trouverez dans ce catalogue analytique les méthodes d'analyse de sols et de solutions les plus couramment utilisées. Le cas des analyses « hors catalogues » est également abordé à la fin de ce catalogue.

Vous hésitez entre plusieurs méthodes ?

Vous ne savez pas quel code choisir ?

Vous ne trouvez pas dans le catalogue la méthode dont vous avez besoin ?

Contacter nous à l'adresse stlas-npc@inrae.fr !

Commande

Toute commande d'analyse doit faire l'objet au préalable d'une demande de devis à l'adresse stlas-npc@inrae.fr.

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 appliquées pour des analyses payées par INRAE (de l'ordre de 25 % à 30 %) et par les instituts de recherches académiques (de l'ordre de 10 %). Elles vous sont précisées sur le devis.

Afin de garantir une prise en charge optimale et rapide de vos échantillons, il est indispensable de nous fournir la liste complète de vos références (noms ou numéros d'origine), ainsi que de préciser clairement les codes analytiques à appliquer à chaque échantillon. Nous vous demandons également de bien vouloir remplir et nous retourner la fiche de renseignements fournie avec votre devis, pour faciliter le traitement administratif de votre demande.

Echantillons

Afin de réduire le temps de traitement de vos sols, nous vous recommandons de nous les transmettre préparés, c'est-à-dire séchés et tamisés à 2mm. La quantité à fournir sera fonction des analyses à réaliser ; n'hésitez pas à nous consulter pour l'ajuster en fonction de vos besoins et de vos contraintes.

Dans le cas de sols envoyés à l'état brut, et pour assurer la représentativité lors des différentes étapes analytiques, nous vous demandons de constituer un échantillon moyen (par exemple selon la norme AFNOR X 31-100), de 0,5 à 1 kg de sol frais, conditionné en sachet plastique propre et bien identifié.

Le LAS ne détient pas d'agrément pour l'importation d'échantillons de sol provenant de pays hors Union Européenne ou assimilés (départements et régions d'outre-mer par exemple). Nous ne sommes donc pas autorisés à prendre en charge les sols provenant de ces zones géographiques, sauf s'ils ont subi un traitement sanitaire approprié avant de nous parvenir.

Les échantillons sont conservés au laboratoire durant six semaines après l'envoi des résultats. Au terme de ce délai, les échantillons sont détruits. Leur retour peut cependant être demandé lors de l'établissement du devis.

Préparation des échantillons

Sauf accord préalable avec le laboratoire, les analyses de sols sont systématiquement réalisées sur un échantillon séché à l'air, émotté, tamisé à 2 mm et éventuellement broyé à 250 μ m lorsque la méthode d'analyse l'exige. Ainsi, 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 μ m (LAS-SOL-0102).

En cas d'inadéquation perceptible de l'échantillon en regard des analyses demandées (quantité disponible, composition, granulométrie, ...), le laboratoire vous consultera pour appliquer une solution appropriée au problème rencontré.

Utilisation de ce catalogue

Ce catalogue a pour but de vous informer de la liste des méthodes d'analyses couramment pratiquées par le LAS et de leur codification, cela afin de faciliter votre demande de devis.

Il est indispensable de nous contacter avant toute commande afin d'établir un devis tenant compte du nombre d'échantillons à traiter, de leur état avant envoi (préparé ou non), des références du contact à qui transmettre le devis (nom, prénom, adresse postale) et de l'entité émettrice du bon de commande. Les délais d'analyse peuvent aussi être estimés lors de cette étape.

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

Les préfixes LAS-SOL et LAS-SLT font partie intégrante du code analytique. Nous vous demandons de bien les préciser lors de vos demandes de devis et de les reporter sur vos bons de commande. Tout échantillon confié au LAS fait l'objet d'une "prise en charge de l'échantillon" (LAS-SOL-0101 ou LAS-SLT-0101).

Dans le cas des analyses de solutions, il est indispensable de nous contacter avant création du devis pour définir la faisabilité des analyses en fonction de la matrice, des éléments à analyser et des performances attendues (limites de quantification par exemple).

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 \(fao.org\)](#)
- Le site de ICP FOREST : https://www.icp-forests.org/pdf/manual/2010/Manual_2010_soil.pdf

Abréviations utilisées :

GC-MS-MS : chromatographie en phase gazeuse couplée à un spectromètre de masse en tandem

HPIC : chromatographie ionique à haute pression

HPLC-QTOF-MS : chromatographie en phase liquide couplée à la spectrométrie de masse quadripolaire à temps de vol et à haute résolution.

HPLC-UV-Fluo : chromatographie liquide haute performance couplée à un spectrophotomètre à ultra-violets et à un spectrofluorimètre

ICP-AES : spectrométrie d'émission atomique couplée à un plasma induit d'argon

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

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

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

ANALYSES de SOLS

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 : émottage, séchage, tamisage à 2 mm
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

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-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-0709	Extraction au chlorure de cobaltihexammine
@	LAS-SOL-0710	Capacité d'échange cationique au chlorure de cobaltihexammine (spectrocolorimétrie) - cmol+/kg
	LAS-SOL-0717	Protons (H ⁺) échangeables au chlorure de 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 au chlorure de 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 (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

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 (ICP-MS) - mg/kg

SOLS - Groupe 11 : Eléments totaux non HF

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

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

	Code	Libellé
	LAS-SOL-1230	Digestion des éléments solubles à l'eau régale
	LAS-SOL-1231	Eléments traces Cr, Cu, Ni, Pb, Zn extraits à l'eau régale (ICP-AES) - mg/kg
	LAS-SOL-1232	Eléments traces Cd, As extraits à l'eau régale (ICP-MS) - mg/kg

SOLS - Groupes 13, 18 et 19 : Micropolluants organiques

Code	Libellé
@ LAS-SOL-1303	16 HAP (HPLC-UV-FLUO) - mg/kg
LAS-SOL-1308	20 PCB (GC-MS-MS) - µg/kg
@ LAS-SOL-1854	17 pesticides organochlorés (OCP) - µg/kg
LAS-SOL-1855	Pesticides par LC-QTOF-MS - µg/kg
LAS-SOL-1902	Screening en mode suspect par LC-QTOF-MS

SOLS - Groupe 15 : Eléments 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-1524	Carbone organique non purgeable (NPOC) (combustion) - mg/kg
LAS-SOL-1525	Cl, N de NO ₃ , S de SO ₄ (chromatographie ionique) - g/kg

SOLS - Groupe 17 : Eléments 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) – mg/kg
LAS-SOL-1765	ICP10-éléments extraits au (CaCl_2 0.01mol/l) : Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn (ICP-MS) - µg/kg

ANALYSES de SOLUTIONS

Pour l'analyse d'échantillons liquides, le LAS propose de mettre en œuvre ses techniques analytiques les plus performantes, telles que la spectrométrie d'émission par plasma induit (ICP-AES), la spectrométrie de masse couplée à un plasma induit d'argon (ICP-MS) et 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. Quelle que soit la demande, nous travaillons avec vous à l'adaptation de nos méthodes à vos types de milieux, au début du montage de votre projet de recherche.

Code	Libellé
LAS-SLT-0101	Prise en charge de l'échantillon
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-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	Éléments traces Cd, Cr, Cu, Ni, Pb, Zn (ICP-MS) - µg/l
LAS-SLT-1657	Carbone organique non purgeable (NPOC) (combustion) - mg/l

ANALYSES HORS CATALOGUE

Toute analyse hors catalogue nécessite de nous consulter afin d'en étudier la faisabilité, en fonction de la matrice, des éléments à analyser et des performances attendues (limites de quantification par exemple).

Les analyses « hors catalogue » peuvent concerner des sols, des solutions ou d'autres matrices appelées « Divers » telles que des sous-produits, par exemple de type PRO (Produit Résiduaire Organique) ou boue de station d'épuration, ou des composts.

Dans le cas des matrices de type « Divers », faute de matériel adapté à leur préparation, vous noterez que seuls des échantillons séchés à l'air et tamisés à 2 mm pourront être potentiellement pris en charge par le LAS.

Pour répondre à vos besoins en analyses, le LAS dispose d'une plateforme dotée de techniques spectrométriques et chromatographiques complémentaires et variées, et de l'expertise associée. N'hésitez pas à nous contacter dès l'élaboration de vos projets de recherche pour construire ensemble ce projet.

Annexe

Descriptions succinctes des principales méthodes proposées par le LAS

GROUPE 1 : PRÉLÈVEMENT - PRÉPARATION

LAS-SOL-0101 Préparation des échantillons 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 du ou des 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.

GRUPE 2 : HUMIDITÉ – MATIÈRE SÈCHE

LAS-SOL-0201 Humidité à 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.

GRUPE 3 : 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 µm ; Limons fins : 2 µm à 20 µm ; Limons grossiers : 20 µm à 50 µm ; Sables fins : 0,050 mm à 0,200 mm ; Sables grossiers 0,200 mm à 2,00 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 aux propriétés andiques réaliser la détermination sur le sol frais.

GROUPE 4 : 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 $250 \mu\text{m}$.

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 μ m.

LAS-SOL-0405 Calcaire (CaCO_3) total, Carbone organique (COT), Carbone (C) Total, Azote (N) total, g/kg

La méthode par combustion sèche repose sur la transformation en dioxyde (CO_2) et en azote gazeux (N_2) 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 N_2 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 CaCO_3) 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 ($\text{C minéral} = 0.12 \times \text{CaCO}_3$) est effectuée sur la teneur en carbone total pour obtenir le carbone organique. Dans le cas où la teneur en CaCO_3 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 CaCO_3
- 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 < 250 μ m 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 5 : 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 NF EN ISO 10390.

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 EN ISO 10390.

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.

GROUPE 6 : 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 ($(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$) 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.

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-Hébert, 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.

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

GROUPE 7 : 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.

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.

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-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 cobaltihexamine

La CEC et les cations échangeables sont déterminés par agitation de l'échantillon en présence d'une solution de chlorure de cobaltihexamine ($\text{Co}(\text{NH}_3)_6\text{Cl}_3$), à $50 \text{ mmol}^+.\text{L}^{-1}$ (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 cobaltihexamine ($\text{Co}(\text{NH}_3)_6^{3+}$) 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 cobaltihexamine à $50 \text{ mmol}^+/\text{l}$.

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

LAS-SOL-0710 Capacité d'échange cationique (CEC) au chlorure de cobaltihexamine, cmol^+/kg

La détermination de la concentration en ions cobaltihexamine ($\text{Co}(\text{NH}_3)_6^{3+}$) 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 cobaltihexamine 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 cobaltihexamine 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 NF EN ISO 23470.

LAS-SOL-0728 Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, échangeables au chlorure de cobaltihexamine (ICP-AES), cmol^+/kg

Cette méthode permet de doser simultanément les ions Al, Ca, Fe, K, Mg 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 8 : 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.

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-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 solvation, 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 celle de la norme AFNOR NF X 31-122.

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

GROUPE 9 : PARAMETRES PEDOLOGIQUES

La méthode proposée ici concerne l'extraction et le dosage de différentes formes du fer considéré comme traceur de l'évolution des sols. Elle s'applique 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...). La méthode figurant dans ce groupe est celle la plus fréquemment demandée. Le protocole d'origine a été modifié au fil du temps, il est donc important de préciser les points essentiels du protocole actuel, 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 coprécipités 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.

GROUPE 10 : 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 et NF ISO 14869-1.

Prise d'essai : 0.250 g d'échantillon de sol broyé < à $250\ \mu\text{m}$.

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 (ICP-MS), mg/kg

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

GROUPE 11 : 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

GROUPE 12 : EXTRACTION PAR L'EAU RÉGALE

LAS-SOL-1230 Digestion des éléments solubles à l'eau régale

Cette extraction suit la norme NF ISO 54321 ; elle remplace au LAS celle de la norme NF ISO 11466.

Une prise d'essai (0.5 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 2 heures, en bloc chauffant, à une température de 105°C, dans des tubes munis de bouchons vissés légèrement. L'extrait est ensuite laissé au repos (décantation) et éventuellement centrifugé. Le volume final est de 50 ml. Les concentrations des éléments traces et des éléments majeurs peuvent alors être déterminées par des techniques spectrométriques.

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 : 0.5 g de sol broyé < à 250 µm.

LAS-SOL-1231 Eléments traces Cr, Cu, Ni, Pb et Zn extraits à l'eau régale (ICP-AES), mg/kg

Les éléments Cr, Cu, Ni, Pb et Zn extraits par l'eau régale sont analysés simultanément par ICP-AES.

LAS-SOL-1232 Eléments traces As et Cd extraits à l'eau régale (ICP-AES), mg/kg

Les éléments As et Cd extraits par l'eau régale sont analysés simultanément par ICP-MS.

GROUPES 13, 18 et 19 : MICROPOLLUANTS ORGANIQUES

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-1303 16 HAP (HPLC-UV-FLUO)

Les hydrocarbures aromatiques polycycliques (HAP) suivants sont recherchés dans un extrait de sol obtenu par extraction en mode PSE (solvants chauffés et sous pression) : naphthalène, acénaphthène, fluorène, phénanthrène, anthracène, fluoranthène, pyrène, benzo(a)anthracène, chrysène, benzo(b)fluoranthène, benzo(k)fluoranthène, benzo(a)pyrène, dibenzo(ah)anthracène, benzo(ghi)peryène, acénaphthylène, indéno(123,cd)pyrène.

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 (acénaphthylène 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.

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.

LAS-SOL-1855 : Pesticides par LC-QTOF-MS - µg/kg

La méthode consiste à quantifier des pesticides présents dans les sols tels les herbicides (triazines, phénylurées, ...), les fongicides (triazoles, ...) et les pesticides émergents (néonicotinoïdes, ...). Une prise d'essai de 10 g de sol, séché à l'air ($T^{\circ}\text{C} < 40^{\circ}\text{C}$) et tamisé à 2 mm, est extraite par la technique PLE (pressurized-liquid extraction) à l'aide de solvants organiques sous pression et chauffés. L'extrait obtenu est concentré puis filtré avant injection en LC-QTOF-MS. La quantification des composés organiques est réalisée à partir d'une gamme d'au moins 5 solutions étalons de teneurs différentes.

LAS-SOL-1902 : Screening en mode suspect par LC-QTOF-MS

La méthode consiste à déterminer de manière qualitative l'identité de composés organiques présents dans les sols (pesticides, hormones, produits médicamenteux humains et animaux, drogues, ...). Une prise d'essai de 10 g de sol, séché à l'air ($T^{\circ}\text{C} < 40^{\circ}\text{C}$) et tamisé à 2 mm, est extraite par la technique PLE (pressurized-liquid extraction) à l'aide de solvants organiques sous pression et chauffés. L'extrait obtenu est concentré puis filtré avant injection en LC-QTOF-MS. L'identification est réalisée à partir d'une base de données comportant les caractéristiques chromatographiques et spectrométriques de plusieurs centaines de composés organiques.

GROUPE 15 : 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.

Norme disponible : NF ISO 11265 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-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 de 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 17 : ELEMENTS TRACES EXTRACTIBLES

EXTRACTION « DOUCE »

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 CaCl_2 0,01M par échange avec Ca^{2+} 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 CaCl_2 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 CaCl_2 0.01M (ICP-MS), $\mu\text{g/kg}$

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.

EXTRACTION « COMPLEXANTE »

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).

GROUPE 18 et 19 : voir le GROUPE 13