

norme française

NF P 94-055

Décembre 1993

Indice de classement : **P 94-055**

Sols : reconnaissance et essais

Détermination de la teneur pondérale en matières organiques d'un sol

Méthode chimique

E : Soils : investigation and testing — Determination of the organic matter content — Soil chemical test

D : Boden : Erkündung und Prüfungen — Bestimmung des Gehalts an organischen Bestandteilen eines Bodens in Gewicht — Chemische Methode

Norme française homologuée par décision du Directeur Général de l'AFNOR le 5 novembre 1993 pour prendre effet le 5 décembre 1993.

Remplace la norme homologuée de même indice, d'octobre 1991.

correspondance À la date de publication du présent document, il n'existe pas de norme ou de projet de norme européenne ou internationale sur le sujet.

analyse Le présent document concerne la détermination de la teneur massique en matières organiques d'un échantillon de sol naturel, par méthode chimique.
Il définit les termes employés et les paramètres mesurés, spécifie les caractéristiques de l'appareillage, fixe le mode opératoire de l'essai et précise les résultats à présenter.

descripteurs **Thésaurus International Technique** : sol, fondation, analyse chimique, dosage, matière organique.

modifications Par rapport à la précédente édition, modifications de la formule de la teneur en matières organiques, de la solution de dichromate de potassium et de la liste du matériel.

corrections

Sols : reconnaissance et essais

BNSR SRE

Membres de la commission de normalisation

Président : M PAREZ

Secrétariat : M BIGOT — LABORATOIRE REGIONAL DE L'EST PARISIEN

M	AMAR	LABORATOIRE CENTRAL DES PONTS ET CHAUSSEES
M	BARNOUD	UNION SYNDICALE GEOTECHNIQUE
M	BLONDEAU P	COMITE PROFESSIONNEL DE LA PREVENTION ET DU CONTROLE TECHNIQUE
M	CASSAN	FONDASOL
M	CHAILLOT	SNCF — DIRECTION DE L'EQUIPEMENT
MME	DAURELLE	AFNOR
M	DORE	MECASOL
M	GONIN	SIMECSOL
M	LEGENDRE	SONDAGE, FORAGES ET FONDATIONS SPECIALES — SYNDICAT NATIONAL DES ENTREPRENEURS
M	OLIVIER	EDF — CEMETE
M	PAREZ	SOL-ESSAIS
M	PHILIPPONNAT	SOPENA
M	RINCENT	CENTRE EXPERIMENTAL DE RECHERCHES ET D'ETUDES DU BATIMENT ET DES TRAVAUX PUBLICS

A collaboré en tant qu'expert :

M	QUEYROI	LABORATOIRE REGIONAL DE BORDEAUX
---	---------	----------------------------------

1 Domaine d'application

La présente norme a pour objet la détermination de la teneur massique en matières organiques d'un sol, par méthode chimique. Elle s'applique à tout échantillon de sol naturel intact ou remanié, à l'exclusion des granulats.

2 Références normatives

Cette norme française comporte par référence datée ou non datée des dispositions d'autres publications. Ces références normatives sont citées aux endroits appropriés dans le texte et les publications sont énumérées ci-après. Pour les références datées, les amendements ou révisions ultérieurs de l'une quelconque de ces publications ne s'appliquent à cette norme française que s'ils y ont été incorporés par amendement ou révision. Pour les références non datées, la dernière édition de la publication à laquelle il est fait référence s'applique.

NF B 49-402 Analyse chimique des matériaux réfractaires — Détermination de la perte par calcination.

NF X 15-016 Enceintes et conditions d'essais — Enceintes à régulation automatique de la température et de l'humidité.

3 Généralités

3.1 Définition

Pour les besoins de la présente norme, la définition suivante s'applique :

teneur en matières organiques (MO) : Quotient de la masse de matières organiques contenues dans un échantillon de sol par la masse des particules solides.

3.2 Principe de l'essai

L'essai consiste à déterminer, par un procédé chimique, la teneur en carbone d'un échantillon de sol.

Après préparation de l'échantillon de sol, une prise d'essai est mélangée à une solution oxydante de caractéristique et de quantité connues. Une fois l'oxydation réalisée, il est procédé au dosage de la quantité de produit qui a réagi avec le carbone contenu dans l'échantillon.

3.3 Méthode de détermination de la teneur en matières organiques

Une prise d'essai de masse connue d'un échantillon de sol est mélangée à une solution de dichromate de potassium additionnée d'acide sulfurique.

Les matières organiques se trouvant dans la prise d'essai sont oxydées par la solution. Le dichromate de potassium restant après la phase d'oxydation est dosé par une solution de sulfate double d'ammonium et de fer.

La teneur en matières organiques est évaluée d'une façon conventionnelle par application d'un facteur à la teneur en carbone ainsi déterminée (voir annexe A, paragraphes A.4 et A.5).

La référence est obtenue par traitement, dans les mêmes conditions que le sol, d'un sable siliceux.

L'addition d'acide orthophosphorique avant le dosage peut atténuer la coloration du fer ferrique formé avec certains corps chimiques (nitrates, bioxyde de manganèse, ...) contenus dans le sol. Elle n'évite pas les interférences en cours d'oxydation.

4 Appareillage et réactifs chimiques

Pour réaliser le dosage, il faut disposer du matériel et des réactifs chimiques énumérés ci-dessous.

4.1 Réactifs

Solution de dichromate de potassium à 4 % (voir annexe A, paragraphe A.1).

Acide sulfurique concentré, de masse volumique :

$$\rho_{20} = 1,83 \text{ g/cm}^3$$

Acide orthophosphorique concentré, de masse volumique :

$$\rho_{20} = 1,70 \text{ g/cm}^3$$

Solution de sulfate double d'ammonium et de fer à 0,2 mol/l (voir annexe A, paragraphe A.2), non périmée.

Solution sulfurique de diphénylamine (indicateur colorimétrique) (voir annexe A, paragraphe A.3).

Eau distillée ou déminéralisée, de qualité équivalente, exempte de matières réductrices.

Sable siliceux.

4.2 Matériel

Une balance dont les portées maximale et minimale sont compatibles avec les masses à peser et telle que les pesées sont effectuées avec une incertitude de 1/1 000 de la valeur mesurée.

Des ballons en verre boro silicaté de 250 cm³ à col rodé adaptable sur une colonne réfrigérante.

Une fiole de 1 000 cm³.

Un chauffe-ballon.

Une hotte aspirante.

Une colonne réfrigérante fonctionnant à l'eau, de 150 mm de longueur minimale utile.

Un mortier avec pilon ou un vibro-broyeur.

Un agitateur magnétique.

Des tamis de 315 µm et de 20 mm d'ouverture nominale de maille.

Des béchers d'au moins 300 cm³.

Une pipette de précision de 10 cm³.

Une éprouvette graduée de 25 cm³.

Une burette de 50 cm³ graduée permettant des mesures de volume à $\pm 0,1 \text{ cm}^3$ (voir NF B 35-301).

Une enceinte thermique ou étuve de dessiccation à température réglable à 50 °C, de classe d'exactitude C, comme défini dans l'annexe A de la norme NF X 15-016.

Un thermomètre tel que le mesurage soit effectué avec une incertitude de $\pm 1 \text{ °C}$.

NOTE : Des fioles coniques à col muni d'un joint conique rodé ou des tubes munis d'un joint conique rodé peuvent remplacer ballon et bécher.

5 Mode opératoire

L'essai comporte les phases décrites ci-après :

5.1 Préparation de l'échantillon de sol

- Placer, dans une coupelle de masse connue, un échantillon de sol qui donnera 200 g au minimum de matière sèche. Si le sol contient des éléments supérieurs à 20 mm, l'essai s'effectue sur le tamisat au tamis de 20 mm d'ouverture de maille,
- introduire l'ensemble dans une étuve à 50 °C. Après une durée variant entre 1 et 8 jours, le séchage est arrêté si la masse de l'échantillon (m_d) ne varie pas de plus de 2/1 000 entre deux pesées effectuées, immédiatement après la sortie de l'étuve, à au moins 4 h d'intervalle,
- broyer dans un mortier ou au vibro-broyeur 50 g environ du contenu de la coupelle,
- recueillir les éléments passant au tamis de 315 μ m,
- prélever une masse comprise entre 0,1 g et 1 g, l'introduire dans un ballon de masse connue et peser l'ensemble.

5.2 Essai préliminaire

La première prise d'essai qui vient d'être préparée sert à évaluer la teneur en carbone de façon à ajuster, éventuellement, la masse des prises d'essais ultérieures.

Après s'être placé sous une hotte aspirante, les opérations sont alors les suivantes :

- ajouter à la prise d'essai contenue dans le ballon un volume V de 10 cm³ de la solution de dichromate de potassium mesuré à la pipette de précision puis un volume de 15 cm³ d'acide sulfurique de caractéristiques définies au paragraphe 4.1 mesuré avec l'éprouvette graduée,
- agiter pour bien imbiber et mélanger,
- mettre le ballon sur un chauffe-ballon puis le raccorder à une colonne réfrigérante,
- chauffer modérément tout en déclenchant l'ébullition en moins de 3 min,
- maintenir une ébullition franche et douce pendant 5 min après condensation et chute de la première goutte.

Si le contenu du ballon se colore en vert, pendant la phase d'ébullition, cela traduit une quantité de dichromate insuffisante. L'essai est arrêté. Il est procédé à une nouvelle prise d'essai de masse moitié. L'ensemble du processus est repris jusqu'à ce qu'aucune coloration en vert ne persiste dans le ballon.

Afin de ne pas utiliser de masse de prise d'essai inférieure à 0,1 g, le volume V de la solution de dichromate de potassium est doublé si nécessaire.

5.3 Dosage de la teneur en carbone organique

La réduction ayant été réalisée pendant 5 min comme décrit dans l'essai préliminaire, le ballon et son contenu sont mis à refroidir. L'opération de dosage a lieu lorsque la température de la solution est comprise entre 18 °C et 24 °C :

- transvaser le contenu du ballon dans un bécher,
- ajouter dans le bécher 200 cm³ d'eau distillée, 7 à 8 cm³ d'acide orthophosphorique et 5 à 10 gouttes de diphénylamine dont les caractéristiques sont données au paragraphe 4.1,
- placer le bécher sur un agitateur et sous la burette graduée définie au paragraphe 4.2 contenant la solution de sulfate double d'ammonium et de fer,
- titrer le contenu du bécher : la teinte passe du brun au violet, au bleu puis au vert émeraude,
- rincer le ballon qui contenait la prise d'essai avec la solution du bécher puis réintroduire le produit de rinçage dans le bécher. La couleur redevient violette.
- terminer le titrage jusqu'à obtention de la couleur vert émeraude,
- lire sur la burette le volume versé V_1 .

5.4 Essai sur sol témoin

Le processus opératoire ainsi que les quantités indiquées aux paragraphes 5.2 et 5.3 sont utilisés pour un sable siliceux qui a été préalablement lavé puis calciné conformément à la norme NF B 49-402.

V_2 est le volume lu sur la burette après titrage.

6 Expression des résultats

La teneur en matière organique exprimée en pourcentage est déterminée sur quatre prises d'essais (voir annexe A, paragraphes A.4 et A.5) par :

$$MO = 104,5 (V_2 - V_1) / m$$

où :

m est la masse de la prise d'essai, en milligrammes,

V_2 est le volume résultant du titrage de l'essai témoin,

V_1 est le volume résultant du titrage lors de l'essai sur le sol.

Les volumes sont exprimés, en centimètres cubes.

Le résultat est la valeur moyenne des valeurs mesurées sur les quatre prises d'essais, donné en pourcentage et arrondi au nombre entier.

7 Rapport d'essai

Le rapport d'essai de la détermination de la teneur en matières organiques doit contenir les informations minimales suivantes :

- la référence à la présente norme NF P 94-055,
- la provenance de l'échantillon : site, sondage, profondeur,
- le nom de la firme qui a réalisé l'essai, le numéro du dossier, la date,
- la teneur massique en matières organiques exprimée en pourcentage.

8 Vérifications des instruments de mesure

Les instruments et moyens de mesure sont gérés conformément aux prescriptions établies par le Bureau National de Métrologie (BNM).

Le procès-verbal de vérification doit comporter :

- la date du dernier raccordement à l'étalon,
- l'identification de l'appareil et son emplacement d'utilisation,
- la température à laquelle la vérification a été effectuée,
- le nom de l'organisme vérificateur,
- la date limite de validité.

Les balances doivent être raccordées à un étalon avec une périodicité qui n'excède pas deux ans et qui est déterminée en accord avec l'organisme vérificateur habilité.

9 Bibliographie

NF B 35-301 Burettes.

Annexe A

(informative)

Réactifs et calcul de la teneur en matières organiques

A.1 Solution de dichromate de potassium à 4 %

Pour réaliser cette solution il faut dissoudre 40 g de dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$) dans 1 000 cm³ d'eau distillée.

A.2 Solution de sulfate double d'ammonium et de fer

La préparation pour obtenir une solution à 0,2 mol/l est la suivante :

- dans une fiole jaugée de 1 000 cm³, contenant 500 cm³ d'eau distillée, ajouter 20 cm³ d'acide sulfurique défini au paragraphe 4.1,
- dissoudre 78,44 g de sulfate double d'ammonium et de fer ($FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$) cristallisé pur pour analyse,
- compléter à 1 000 cm³ avec de l'eau distillée.

Cette solution doit être conservée dans un verre brun, à l'abri de l'air, de la lumière et de la chaleur. L'identification du flacon doit porter la date limite d'emploi, fixée à un mois après sa préparation.

A.3 Solution sulfurique de diphénylamine

Pour l'obtenir, il faut dissoudre 0,5 g de diphénylamine en poudre dans 20 cm³ d'eau distillée, ajouter lentement 100 cm³ d'acide sulfurique défini au paragraphe 4.1, puis homogénéiser.

A.4 Détermination de la teneur massique en carbone organique lors du dosage

Par convention, 1 cm³ de solution de sulfate double d'ammonium et de fer à 0,2 mol/l correspond à 0,615 mg de carbone organique.

Le volume ($V_2 - V_1$) résultat des titrages décrits aux paragraphes 5.3 et 5.4, indique le volume de la solution de sulfate double d'ammonium et de fer à 0,2 mol/l qui correspond au volume de dichromate de potassium ayant oxydé le carbone organique.

La masse de carbone organique (m_c) en milligrammes est :

$$m_c = 0,615 (V_2 - V_1)$$

La teneur massique en carbone organique de la prise d'essai de masse m en pourcentage est :

$$C = 100 (m_c / m)$$

A.5 Teneur massique en matières organiques

La teneur en matières organiques d'une prise d'essai de masse m est le rapport entre la masse de carbone contenu dans la prise d'essai et la masse de la prise d'essai affecté du facteur conventionnel 1,7 (exprimé en pourcentage).

$$MO = 1,7 C$$

$$MO = 104,5 (V_2 - V_1) / m$$

AFNOR le 05/07/2018 à 13:18
Pour : CGDD

NF P94-055:1993-12
+