

## S-I-1v3 – PRÉTRAITEMENT DES ÉCHANTILLONS POUR ANALYSES PHYSICO-CHIMIQUES ET LIXIVIATION

### 1. Objet

Prétraitement des échantillons de sols (y compris les sédiments), les matières utilisées sur ou dans les sols et les déchets pour analyses physico-chimiques et lixiviation.

### 2. Domaine d'application

Spécifications des prétraitements nécessaires des échantillons de sol (y compris les sédiments), les matières utilisées sur ou dans les sols et les déchets, devant être soumis à des analyses chimiques, physiques et physico-chimiques des paramètres stables et non-volatils ainsi qu'au test de lixiviation. Cette procédure a pour objectif d'obtenir une fraction représentative de l'échantillon devant être soumis à des analyses chimiques, physiques et physico-chimiques ou à des essais de lixiviation.

Cette procédure décrit les cinq types de prétraitement des échantillons : séchage, tamisage, broyage séparation et pulvérisation.

Remarque : ces prétraitements ne doivent pas être utilisés s'ils affectent les résultats des déterminations à réaliser. Dans certains cas, les normes relatives aux méthodes analytiques précisent lorsqu'il est nécessaire d'adopter d'autres façons de procéder. Par exemple : pour la détermination des paramètres agronomiques classiques, la terre est simplement tamisée à 2 mm alors que pour la détermination des éléments traces métalliques, la terre peut être broyée à une dimension inférieure à 250 µm, notamment pour la minéralisation par micro-ondes où la prise d'essai est inférieure à 2 g.

### 3. Principe

**Pour les analyses nécessitant une fraction représentative et homogène < 2 mm d'échantillon sec**

Les échantillons sont séchés à l'air ou dans une étuve dont la température ne dépasse pas 40 °C. L'échantillon peut être broyé, alors qu'il est encore humide et friable, et à nouveau après séchage. L'échantillon est ensuite émotté et tamisé et la partie inférieure à 2 mm est séparée en portions permettant un sous échantillonnage représentatif pour les analyses. Si les analyses exigent des sous-échantillons plus petits, il faut réduire encore la granulométrie et broyer la terre à une dimension inférieure à 2 mm.

**Pour les analyses nécessitant une fraction représentative et homogène < 4 mm d'échantillon brut (ex : lixiviation)**

Les échantillons sont tamisés à l'aide d'un tamis normalisé de 4 mm. Si la partie supérieure à 4 mm représente en masse plus de 5% de l'échantillon, cette partie doit être concassée à l'aide d'un équipement de fragmentation



#### **4. Conditionnement et conservation de l'échantillon**

L'échantillon prélevé sera conservé jusqu'à son arrivée au laboratoire dans un récipient adapté à l'abri du soleil, à une température inférieure à  $4 \pm 2$  °C. A son arrivée au laboratoire, l'échantillon est séparé pour les analyses sur frais et les analyses des paramètres organiques. Le solde est mis à sécher ( $t^\circ$  ambiante ou  $< 40$  °C). Une fois séché, tamisé et/ou broyé, l'échantillon ou les sous-échantillons sont conservés à  $t^\circ$  ambiante à l'abri de la lumière.

Dans le cas où l'échantillon contiendrait des composés volatils et/ou dégradables biologiquement, ne pas dépasser 4 jours de délais avant analyse. Dans le cas où l'on peut s'attendre à une décomposition microbiologique, il convient de prétraiter l'échantillon dès réception. Dans le cas de composés volatils, il est préférable que la durée de conservation soit de maximum 2 jours.

#### **5. Appareillages et matériels utilisés**

- **Etuve (facultatif)** : à thermostat de contrôle et ventilation forcée capable de maintenir une température de  $40 \pm 2$  °C;
- **Tamiseur ou broyeur** : moulin, pilon, mortier, maillet à tête en bois ou autres matériaux tendres;
- **Tamis à mailles** de 2 mm conforme à l'ISO 565;
- **Mélangeur mécanique** : facultatif ;
- **Agitateur mécanique** pour le tamis : facultatif;
- **Sous-échantillonneur** ou appareil pour séparer l'échantillon : facultatif ;
- **Tamis à mailles** de 250  $\mu$ m ou de la dimension spécifié dans la méthode d'essai correspondante;
- **Balance analytique** : précision à 0.1 g;
- **Balance** : précise à 1 g.

#### **6. Mode opératoire**

##### **6.1. Pour les analyses nécessitant une fraction représentative et homogène $< 2$ mm d'échantillon sec**

Après toute opération de séparation, de tamisage, d'émottage ou de broyage, l'échantillon doit être homogénéisé à nouveau.

##### **Description de l'échantillon**

Examiner l'échantillon tel qu'il a été reçu et le décrire selon la terminologie internationale (ISO 11074). Noter la présence de matières étrangères.

##### **Séchage**

Sécher l'échantillon à l'air ou dans une étuve ventilée :

- ✓ Étaler toute la matière sur un plateau ne pouvant provoquer aucune contamination, en une couche dont l'épaisseur ne doit pas être supérieure à 5 cm;



- ✓ Sécher ensuite à l'air ou dans une étuve dont la température ne doit pas dépasser 40 °C. En cas de séchage à l'air, éviter toute exposition directe au soleil ; la température doit également toujours être inférieure à 40°C.
- ✓ Sécher jusqu'à une perte de masse inférieure à 5 % (m/m) en 24 heures.
- ✓ Afin d'accélérer le séchage et de faciliter le tamisage, il est conseillé de diminuer la taille des mottes les plus grosses en cours et avant séchage.
- ✓ Sécher à l'étuve (température inférieure à 40 °C) sera préférable à un séchage à l'air car le premier étant plus rapide, il limitera les variations dues à l'activité microbienne.

### **Emottage et tamisage après séchage et élimination des matériaux grossiers**

- ✓ Enlever par tamisage (à l'aide d'un tamis de 2 mm d'ouverture) et ramassage à la main les pierres, fragments de verres, débris, ..., supérieurs à 2 mm. Prendre soin de réduire au maximum la quantité de matière adhérant aux matériaux enlevés. Peser les éléments retirés.
- ✓ Emotter les grosses particules séchées restées sur le tamis.
- ✓ Il convient de peser et de bien mélanger l'ensemble de l'échantillon passant dans le tamis de 2 mm d'ouverture ainsi que la totalité du refus de tamis.

**Remarque :** si l'échantillon étudié provient d'un sol ou de déchets contaminés, le laboratoire peut vouloir le broyer dans sa totalité avec, par exemple, les morceaux de scories, pour que le tout puisse passer dans les mailles de 2 mm du tamis.

### **Sous-échantillonnage**

Lorsque la quantité de l'échantillon séché, émotté et tamisé ne permet pas sa consommation complète, il faut le diviser en portions représentatives de 200 à 300 g. La méthode de sous-échantillonnage est choisie en fonction de la nature de l'échantillon, de sa quantité disponible et de la finalité des analyses.

- ✓ à la main : mélanger l'échantillon et l'étaler en une couche fine sur un plateau n'influençant pas sa composition. Séparer l'échantillon en 4 parties égales (quadrants). Combiner en diagonale 2 des 4 portions et rejeter les 2 autres. Répéter ce processus jusqu'à obtention de la quantité désirée (méthode de quartage) ;
- ✓ à l'aide d'un appareil à diviser les échantillons;
- ✓ par un sous échantillonnage mécanique.

### **Broyage**

Pour les prises d'essai de moins de 2 g ou selon les spécifications des méthodes d'essai, il est essentiel de réduire encore plus finement les éléments composant la fraction inférieure à 2 mm. Broyer un sous échantillon représentatif jusqu'à ce qu'il passe au travers d'un tamis à maille de 250 µm. Lors de cette étape, il ne peut y avoir de refus de tamis.

## **6.2. Pour les analyses nécessitant une fraction représentative et homogène < 4 mm d'échantillon brut (ex : lixiviation)**

### **Tamisage et élimination des matériaux grossiers**

Les échantillons sont tamisés à l'aide d'un tamis normalisé de 4 mm. Si la partie supérieure à 4 mm représente en masse plus de 5% de l'échantillon, cette partie doit être concassée à l'aide d'un équipement de fragmentation de type concasseur à mâchoires ou dispositif de découpe.

Les matériaux fibreux et les matières plastiques peuvent être fragmentées après traitement cryogénique.

Les parties non fragmentables (pierres, fragments de verres, débris, ...) doivent être mises de côté et leur nature et leur poids notés selon la norme ISO 11074

Dans le cas de déchets et d'échantillon hétérogène, il convient de fragmenter la totalité de l'échantillon pour qu'il puisse passer dans les mailles de 4 mm du tamis.

### **Sous-échantillonnage**

Lorsque la quantité de l'échantillon tamisé ne permet pas sa consommation complète, il faut le diviser en portions représentatives de 200 à 300 g. La méthode de sous-échantillonnage est choisie en fonction de la nature de l'échantillon, de sa quantité disponible et de la finalité des analyses.

- ✓ à la main : mélanger l'échantillon et l'étaler en une couche fine sur un plateau n'influençant pas sa composition. Séparer l'échantillon en 4 parties égales (quadrants). Combiner en diagonale 2 des 4 portions et rejeter les 2 autres. Répéter ce processus jusqu'à obtention de la quantité désirée (méthode de quartage) ;
- ✓ à l'aide d'un appareil à diviser les échantillons;
- ✓ par un sous échantillonnage mécanique.

## **7. Sécurité**

Les sols contaminés en raison de la présence de contaminants chimiques, spores fongiques ou de pathogènes doivent être manipulés avec toutes les mesures de sécurité qui s'imposent.

## **8. Rapport d'essai**

Le rapport doit contenir au minimum :

- une référence à la présente méthode de la Région wallonne ;
- l'identification complète de l'échantillon ;
- les précisions relatives au traitement préalable auquel l'échantillon a éventuellement été soumis ;
- les détails opératoires non prévus dans la présente méthode, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

## 9. Références

ISO 11464 : 2006 – Qualité du sol – Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques.

ISO 565 – Tamis de contrôle – Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées – Dimensions nominales des ouvertures

ISO 11074 :2005 – Qualité du sol – Vocabulaire

ORIGINAL 2014