
**Qualité du sol — Détermination de la
capacité d'échange cationique (CEC)
effective et des cations échangeables à
l'aide d'une solution de trichlorure de
cobaltihexammine**

*Soil quality — Determination of effective cation exchange capacity
(CEC) and exchangeable cations using a hexamminecobalt(III)
chloride solution*

(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 23470:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f4ae4df0-e8b5-429c-86a0-c6d0ee087563/iso-23470-2018>



iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 23470:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/f4ae4df0-e8b5-429c-86a0-c6d0ee087563/iso-23470-2018>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +41 22 749 01 11
Fax: +41 22 749 09 47
E-mail: copyright@iso.org
Web: www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	1
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Mode opératoire	4
7.1 Prise d'essai	4
7.2 Réaction d'échange	4
7.3 Détermination de la CEC	4
7.3.1 Généralités	4
7.3.2 Dosage de l'azote ammoniacal par distillation	4
7.3.3 Dosage spectrophotométrique	6
7.3.4 Dosage spectrométrique du cobalt	7
7.4 Dosage du cobalt et détermination des cations échangeables	8
7.4.1 Généralités	8
7.4.2 Solutions étalons pour les cations échangeables	8
7.4.3 Solutions étalons de cobalt	9
7.4.4 Détermination spectrométrique des cations échangeables	9
7.4.5 Dosage spectrométrique du cobalt	10
7.4.6 Calcul des cations échangeables	10
8 Rapport d'essai	11
9 Validation	11
Annexe A (informative) Comparaison de différentes méthodes permettant de déterminer la CEC effective	12
Annexe B (informative) Résultats de la comparaison interlaboratoires relative à l'extraction au trichlorure de cobaltihexammine	17
Annexe C (informative) Résultats de la comparaison interlaboratoires relative à l'extraction avec une solution de trichlorure de cobaltihexammine saturée en calcite	19
Annexe D (informative) Modèle de domaine des carbonates et des sulfates	20
Annexe E (informative) Effet de la réduction des erreurs de Ca par saturation en calcite de la cobaltihexammine	22
Bibliographie	24

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute autre information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation mondiale du commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 190, *Qualité du sol*, sous-comité SC 3, *Méthodes chimiques et caractéristiques physiques*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 23470:2007), qui a fait l'objet d'une révision technique.

Les principales modifications apportées à l'édition précédente sont les suivantes:

- le domaine d'application a été étendu aux sols ayant un pH > 6,5;
- une nouvelle [Annexe C](#) a été ajoutée;
- une nouvelle [Annexe D](#) a été ajoutée;
- une nouvelle [Annexe E](#) a été ajoutée;
- le document a fait l'objet d'une révision éditoriale.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Introduction

La capacité d'échange cationique (CEC) des sols et des argiles ainsi que la population de cations échangeables sont des caractéristiques essentielles de fertilité des sols. Différentes tentatives de mesurage précis et efficace de ces paramètres ont été décrites dans la littérature. La complétude de l'échange cationique n'est par ailleurs pas absolue, mais il convient qu'elle soit comparable entre différentes méthodes. Les méthodes traditionnelles utilisaient l'ammonium ou le baryum comme cations échangeables, ce qui nécessitait des traitements répétés pour assurer un échange cationique complet. L'ancienne méthode CEC en une étape s'appuie sur une solution de trichlorure de cobaltihexammine qui a une affinité beaucoup plus forte pour les minéraux argileux du sol que les cations typiques de la solution de sol (généralement Ca, Mg, Na et K). Le principe de cette méthode a été publié par Morel (1958)^[11] et a été modifié par Ciesielski et Sterckeman (1997).^[7] Cette méthode, telle que décrite dans le présent document, est très efficace et comparable aux méthodes CEC établies. Elle détermine la CEC effective lorsqu'elle est appliquée à des sols ayant une valeur de pH < 6,5.

Toutes les méthodes CEC, y compris le trichlorure de cobaltihexammine, ont des limites types telles que le gonflement des cations échangeables provoqué par la dissolution des carbonates, des sulfates ou d'autres minéraux solubles (comparer également avec l'ISO 13536). La dissolution des carbonates étant l'une des sources d'erreur les plus fréquentes (par exemple dans la méthode décrite dans l'ISO 13536), de nombreuses études ont été axées sur la réduction de leur dissolution ou la correction de la fraction dissoute. Les auteurs de la Référence [13] ont fait une synthèse des discussions et présenté des solutions à ce problème analytique. Ils ont utilisé des solutions d'échange équilibrées à l'aide de calcite avant d'être soumises aux sols calcaires ou aux argiles. Au cours de l'extraction, la dissolution des carbonates présents dans les échantillons a été largement réduite et les valeurs de Ca échangeables obtenues se sont avérées quasiment exemptes d'erreurs, ce qui constituait un grand succès par rapport aux méthodes utilisées auparavant (Annexe E). Cette méthode utilisant des solutions d'échange de trichlorure de cobaltihexammine saturées en calcite a été publiée en tant que méthode VDLUFA.^[6] Les valeurs de cations échangeables obtenues concordaient bien avec la CEC totale lorsqu'elle a été évaluée lors d'un essai interlaboratoires (Annexe C) qui est une bonne mesure de la plausibilité des résultats. En utilisant des rapports solution/solides différents, des valeurs de cations échangeables identiques ont été mesurées, indiquant l'absence d'erreurs systématiques provoquées par la dissolution des minéraux (comparer avec le modèle décrit dans la Référence [12], pour la détection des valeurs surestimées de Ca échangeables telle que décrite à l'Annexe D). Il convient d'utiliser cette solution de trichlorure de cobaltihexammine saturée en calcite pour les sols calcaires et les argiles uniquement, concrètement pour les sols ayant des valeurs de pH ≥ 6,5 dans lesquels seuls Ca, Mg, Na et K sont présents comme «bases échangeables». Ainsi, les résultats sont comparables à la détermination de la CEC potentielle (par exemple conformément à l'ISO 13563). Cette méthode a été introduite pour éviter des valeurs de Ca erronées (surestimées).

Le trichlorure de cobaltihexammine est recommandé comme réactif d'extraction pour les sols non calcaires ayant une valeur de pH ≤ 6,5. Étant donné que la valeur de pH de la suspension de sol dans la solution de trichlorure de cobaltihexammine est voisine de la valeur de pH de la suspension dans l'eau, on considère que la présente méthode détermine la CEC effective, c'est-à-dire la CEC à la valeur de pH du sol (par exemple conformément à l'ISO 11260).

Qualité du sol — Détermination de la capacité d'échange cationique (CEC) effective et des cations échangeables à l'aide d'une solution de trichlorure de cobaltihexammine

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs du présent document connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire. Le présent document n'a pas pour but de traiter de tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques d'hygiène et de sécurité appropriées.

IMPORTANT — Il est absolument essentiel que les essais, réalisés conformément au présent document, soient effectués par du personnel dûment qualifié.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination de la capacité d'échange cationique (CEC) et de la teneur en cations échangeables (Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na) dans le sol à l'aide d'une solution de trichlorure de cobaltihexammine utilisée comme réactif d'extraction. Pour les sols contenant du carbonate de calcium, une solution de trichlorure de cobaltihexammine saturée en calcite est spécifiée, en particulier pour la détermination du Ca échangeable. Le présent document est applicable à tous les types d'échantillons de sol séchés à l'air qui ont été préparés conformément à l'ISO 11464.

2 Références normatives

Les documents suivants sont référencés dans le texte de sorte qu'une partie ou la totalité de leur contenu constitue les exigences du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 11464, *Qualité du sol — Prétraitement des échantillons pour analyses physico-chimiques*

ISO 11465, *Qualité du sol — Détermination de la teneur pondérale en matière sèche et en eau — Méthode gravimétrique*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- ISO Online Browsing Platform (OBP): disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

4 Principe

Les cations adsorbés sur un échantillon de sol sont échangés avec les ions cobaltihexammine d'une solution aqueuse, sous agitation pendant (60 ± 5) min à une température de (20 ± 2) °C. La CEC est obtenue par différence entre la quantité initiale de cobaltihexammine dans la solution et la quantité résiduelle mesurée dans l'extraire après la réaction d'échange. La détermination de la concentration en cobaltihexammine dans l'extraire peut être effectuée par dosage de l'azote ammoniacal total (voir en 7.3.2), par mesurage spectrophotométrique direct (voir en 7.3.3) par détermination des concentrations en cobalt total (voir en 7.3.4).

Les quantités de cations échangés sont déterminées sur le même extrait par des méthodes spectrométriques telles que la spectrométrie d'émission atomique à plasma à couplage inductif (ICPAES). Lorsque la solution de trichlorure de cobaltihexammine saturée en calcite est utilisée, la concentration initiale en Ca de la solution d'échange pure doit être déterminée et soustraite de chaque solution d'échange ayant été en contact avec le sol ou l'argile.

NOTE 1 L'acidité échangeable peut également être mesurée dans l'extrait de cobaltihexammine.

NOTE 2 Lorsque les cations échangeables sont retenus dans des micropores accessibles aux ions ammonium mais pas aux ions cobaltihexammine, la CEC et les valeurs des cations échangeables déterminées par la présente méthode peuvent être inférieures à celles déterminées par la méthode utilisant l'acétate d'ammonium. Cela a été observé dans certains sols contenant des allophanes et des imogolites, tels que les sols formés sur des roches volcaniques.

NOTE 3 Lorsque des sols ou argiles gypseux sont examinés, le gypse est dissous même dans une solution de trichlorure de cobaltihexammine saturée en calcite tout au long de l'expérience d'échange, ce qui a pour effet d'augmenter les concentrations en Ca mesurables. Par contre, la dissolution de la dolomite est très fortement réduite dans une solution de trichlorure de cobaltihexammine saturée en calcite, ce qui se traduit par l'obtention de concentrations en Ca et Mg quasiment exemptes d'erreur.

NOTE 4 Lors d'une étude interlaboratoire relative à la CEC et aux cations échangeables, une variation de l'intensité d'extraction, notamment de la durée, s'est avérée insignifiante pour les bentonites soumises à essai, lorsque l'on fait varier la durée de 15 min à 120 min en utilisant différentes techniques de dispersion telles qu'une agitation manuelle, par table vibrante, par plate-forme à bascule, par ultrasons et par agitateur culbuteur. Cela a été vérifié pour le complexe Cu-triéthylènetétramine qui est similaire au trichlorure de cobaltihexammine^[13].

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

5.1 Eau distillée ou déminéralisée, exempte des éléments analysés et ayant une conductivité inférieure à 0,5 µS/cm.

5.2 Solution de trichlorure de cobaltihexammine, $\beta[\text{Co}(\text{NH}_3)_6]\text{Cl}_3 = 0,016\ 6\ \text{mol/l}$.

Avant de l'utiliser, s'assurer que le trichlorure de cobaltihexammine est exempt d'eau adsorbée. Dissoudre, au milligramme près, 4,458 g de trichlorure de cobaltihexammine dans une fiole jaugée contenant 700 ml d'eau (5.1). Ajuster au volume et homogénéiser.

Fournisseur: par exemple, STREM¹⁾, 93-2708. Numéro CAS: 10534-89-1. 50 g sont nécessaires pour environ 10 l de solution d'échange.

5.3 Régulateur d'ébullition (par exemple pierre ponce en grains ou billes de verre).

5.4 Acide borique, $\beta(\text{H}_3\text{BO}_3) = 40\ \text{g/l}$.

5.5 Indicateur de Tashiro.

Dissoudre 2,0 g de rouge de méthyle et 1,0 g de bleu de méthylène dans 1 000 ml d'éthanol à 95 %.

5.6 Phénolphthaléine.

Dissoudre 1 g de phénolphthaléine dans 1 000 ml d'éthanol à 95 %.

1) STREM (strem.com) est un exemple d'un produit disponible dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit. Des produits équivalents peuvent être utilisés s'il est démontré qu'ils conduisent aux mêmes résultats.

5.7 Solution d'hydroxyde de sodium, d'une masse volumique de 33 %.

5.8 Acide sulfurique, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0,025 \text{ mol/l}$.

5.9 Sulfate d'ammonium, pour analyses.

5.10 Solutions mères de Al, Ca, Fe, K, Mg, Mn, Na, $\beta(\text{Me}) = 1,000 \text{ g/l}$.

Ces solutions sont fournies avec une composition certifiée par une source réputée et font l'objet de contrôles réguliers.

5.11 Solution de cobaltihexammincobalt saturée en calcite.

Remplir un bécher de 2 l de solution de trichlorure de cobaltihexammine (5.2). Ajouter 2 g de calcite à grains fins. Ce mélange est placé dans un bain à ultrasons pendant 30 min. Pour réduire les effets de la température sur la solubilité de la calcite, la solution est agitée pendant 30 min supplémentaires à l'aide d'un agitateur magnétique. Après avoir arrêté l'agitateur, on laisse se déposer la calcite non dissoute pendant une nuit. La partie supérieure du bécher de 2 l est protégée par une feuille de plastique pendant la saturation en calcite. La solution peut être décantée ou filtrée; il convient toutefois d'éviter l'ajout de calcite n'ayant pas réagi (déposée) à l'échantillon de sol. Deux litres (2 l) de solution d'échange peuvent être utilisés pour environ 34 échantillons ($34 \times 50 \text{ ml}$) et 2 blancs ($2 \times 50 \text{ ml}$).

NOTE Les réactifs 5.3 à 5.9 sont préparés uniquement dans le cas où la détermination de la CEC est effectuée avec la méthode de dosage de l'azote ammoniacal par distillation. Ils ne sont pas nécessaires en cas d'utilisation de la méthode de dosage spectrophotométrique.

6 Appareillage

6.1 Balance analytique, dont le domaine d'incertitude de la pesée n'excédera pas $\pm 0,1 \%$ de la masse de la prise d'essai.

6.2 Récipients pour l'agitation, fermés hermétiquement, à parois rigides ou non, de volume compris entre 75 ml et 100 ml.

6.3 Distributeur de 50 ml, réglé à $\pm 0,25 \text{ ml}$ du volume délivré.

6.4 Agitateur culbuteur, permettant la mise en suspension permanente du mélange sol/solution d'extraction, placé dans un air ambiant à $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$.

6.5 Centrifugeuse et flacons à centrifuger appropriés.

La vitesse et la durée de centrifugation dépendent du type de centrifugeuse et sont choisies en vue d'obtenir un surnageant limpide. 4 000 r/min pendant 20 min suffisent généralement, mais des précautions particulières doivent être prises en raison de la forte teneur en ions cobaltihexammine fixés sur les particules colloïdales.

6.6 Appareillage de distillation. Les différentes parties de l'appareillage doivent être assemblées en assurant l'étanchéité afin d'éviter toute perte d'ammoniac ou entraînement d'hydroxyde de sodium.

6.7 Microburette.

6.8 Spectrophotomètre, permettant de réaliser des mesurages à 380 nm et à 475 nm, muni d'une cuve de 10 mm de trajet optique.

6.9 Spectromètre d'émission atomique à plasma à couplage inductif.

6.10 Bain à ultrasons.

6.11 Agitateur magnétique et barreau magnétique.

7 Mode opératoire

7.1 Prise d'essai

Prétraiter le sol conformément à l'ISO 11464.

Si Q est le nombre de centimoles de charges positives apportées par un volume donné de solution de cobaltihexammine, les centimoles de charges positives apportées par la prise d'essai doivent être comprises entre $Q/10$ et $Q/3$ inclus.

Le [Tableau 1](#) donne des exemples de prises d'essai appropriées pour une plage de valeurs de CEC attendues.

Tableau 1 — Prises d'essai (dans 50 ml de la solution décrite en 5.2)

CEC mesurée, en cmol ⁺ /kg	< 2,5	2,5 à 5	5 à 10	10 à 32	32 à 64
Prise d'essai, g	10	10	5	2,5	1,25

Peser à 0,1 % près la masse choisie de la prise d'essai (voir l'ISO 11464) et la transférer dans un récipient pour agitation (6.2). L'évaluation des valeurs plausibles de la CEC et des cations échangeables peut être effectuée en utilisant le diagramme type appelé «Modèle de domaine des carbonates et des sulfates» (modèle CSF); voir la Référence [12]. Deux masses d'échantillon différentes sont utilisées et la plausibilité est obtenue lorsque les deux valeurs résultantes (toute paire de cations échangeables ou les CEC) se situent sur la droite $y = x$, comme illustré à l'[Annexe D](#).

7.2 Réaction d'échange

Ajouter 50 ml de la solution de trichlorure de cobaltihexammine (5.2) ou de la solution de trichlorure de cobaltihexammine saturée en calcite (5.11) et agiter pendant (60 ± 5) min au moyen de l'agitateur (6.4). Centrifuger au moyen de (6.5). Recueillir le surnageant ou le filtrat limpide. Effectuer les dosages dans les 24 h suivant l'extraction au plus tard, sinon s'assurer que les conditions de stockage n'ont pas d'influence sur le résultat d'essai. Un tel stockage peut être effectué après avoir dilué les échantillons dans des solutions acidifiées.

Réaliser un «blanc» d'extraction dans les mêmes conditions, mais sans la prise d'essai.

7.3 Détermination de la CEC

7.3.1 Généralités

La détermination de la concentration en cobaltihexammine dans l'extrait peut être effectuée par dosage de l'azote ammoniacal total (conformément à le 7.3.2), par mesurage spectrophotométrique direct (conformément à le 7.3.3) par détermination des concentrations en cobalt total (conformément à le 7.3.4).

7.3.2 Dosage de l'azote ammoniacal par distillation

7.3.2.1 Mode opératoire

À l'aide d'une pipette, prélever 10 ml de l'extrait (voir en 7.2) et les introduire dans le ballon de l'appareil à distiller. Compléter au volume avec de l'eau (5.1) jusqu'à environ 200 ml. Ajouter le régulateur d'ébullition (5.3).

Dans le récipient de récupération du distillat, ajouter 40 ml de la solution d'acide borique (5.4) et quelques gouttes d'indicateur de Tashiro (5.5). Plonger l'extrémité placée en sortie du réfrigérant sur une profondeur d'au moins 1 cm dans le liquide de récupération. Ajouter quelques gouttes de phénolphthaléine (5.6) dans le ballon à distiller.

Assembler l'appareillage en veillant à assurer son étanchéité.

Ajouter environ 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.7) et chauffer progressivement le ballon de façon à distiller environ 150 ml de liquide en 30 min. Au terme de cette durée, vérifier la neutralité du distillat qui s'écoule de l'extrémité du réfrigérant au moyen de papier à la phénolphthaléine. Si la réaction est alcaline, poursuivre la distillation.

Procéder au titrage de l'ammoniac par la solution titrée d'acide sulfurique (5.8).

Effectuer un titrage à blanc avec de l'eau en utilisant les mêmes réactifs. Le volume d'acide versé dans ce cas n'excédera pas 0,1 ml.

Procéder à une vérification périodique de l'efficacité de l'appareillage en distillant un échantillon synthétique contenant 5 mg d'azote apportés sous forme de sulfate d'ammonium (5.9). Le volume versé, corrigé du blanc, doit être compris entre 6,95 ml et 7,35 ml inclus (pour une valeur théorique de 7,15).

Prélever ensuite 10 ml du blanc d'extraction et doser l'ammoniac de la même manière. En cas d'adsorption, par le filtre notamment, la solution décrite en 5.2 doit être utilisée pour cet essai.

7.3.2.2 Calcul de la CEC

La valeur de la capacité d'échange cationique (CEC), exprimée en centimoles de charges positives par kilogramme, est donnée par la Formule (1):

$$CEC = \frac{(V_1 - V_2) \times C \times 50 \times 100}{2 \times v \times m} \cdot \frac{100 + w}{100} \quad (1)$$

où

V_1 est le volume de la solution d'acide sulfurique versé pour l'essai, exprimé en millilitres (ml);

V_2 est le volume de la solution d'acide sulfurique versé pour l'essai à blanc, exprimé en millilitres (ml);

C est la concentration de la solution d'acide sulfurique, exprimée en moles par litre (mol/l);

v est le volume d'extrait et de blanc distillé, exprimé en millilitres (ml);

m est la masse de la prise d'essai, exprimée en grammes (g);

w est la teneur pondérale en eau du sol séché à l'étuve, déterminée conformément à l'ISO 11465.

Procéder à une vérification périodique de l'efficacité de l'appareillage en distillant:

- 10 ml de la solution de trichlorure de cobaltihexammine (5.2);
- 5 ml de cette même solution.

La différence entre les deux volumes d'acide sulfurique (5.8) ajoutés lors du titrage doit être comprise entre 9,7 ml et 10,3 ml inclus (pour une valeur théorique de 10,0).