
**Amendements minéraux basiques —
Détermination de la valeur
neutralisante — Méthodes par
titrimétrie**

*Liming material — Determination of neutralizing value —
Titrimetric methods*

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

ISO 20978:2020

<https://standards.itih.ai/catalog/standards/iso/1ca00320-1a12-4a0d-9aba-f3a2cece17ae/iso-20978-2020>



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

ISO 20978:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1ca00320-1a12-4a0d-9aba-f3a2cece17ae/iso-20978-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	3
8 Mode opératoire	3
8.1 Préparation de l'échantillon d'essai.....	3
8.2 Détermination.....	4
8.2.1 Méthode A.....	4
8.2.2 Méthode B.....	4
9 Calcul et expression des résultats pour la méthode A et la méthode B	5
10 Fidélité	6
10.1 Généralités.....	6
10.2 Répétabilité.....	6
10.3 Reproductibilité.....	7
11 Rapport d'essai	7
Annexe A (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires pour déterminer la valeur neutralisante	8
Annexe B (informative) Tables de conversion	9
Bibliographie	15

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 attirée 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, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute 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 www.iso.org/avant-propos.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 134, *Engrais, amendements et substances bénéfiques*. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1ca00320-1a12-4a0d-9aba-f3a2cece17ae/iso-20978-2020>

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 présente méthode a été mise au point pour évaluer la capacité d'un produit à présenter une capacité de neutralisation potentielle, c'est-à-dire à neutraliser les protons ou les cations acides dans les sols et, par conséquent, à maintenir ou à augmenter leur pH. Elle repose sur la mesure de la consommation d'acide chlorhydrique lorsqu'un amendement minéral basique est mélangé en solution avec un excès d'acide chlorhydrique.

Deux modes opératoires différents sont décrits (méthode A et méthode B) car le titrage jusqu'à un pH de 7,0 n'est pas applicable aux amendements minéraux basiques sidérurgiques en raison de la précipitation de composés à cette valeur de pH.

Dans la méthode B, sur la courbe de titrage, un pH de 4,8 (virage) est choisi comme point final pour le titrage de ces produits. Pour des amendements minéraux basiques carbonatés, la différence de consommation d'une solution d'hydroxyde de sodium utilisée pour un titrage en retour entre les points finaux de titrage de pH 4,8 et de pH 7,0 est négligeable.

Ce document a été élaboré à partir de la Norme européenne EN 12945:2014+A1. Toutefois, elle respecte les mêmes principes que ceux des documents AOAC 955.01 et BNQ 0419-070:2011.

Par rapport à l'EN 12945:2014+A1, les modifications suivantes ont été apportées:

- les résultats peuvent être exprimés en équivalent CaCO_3 et plus seulement en équivalent CaO ou HO^- ;
- l'[Annexe B](#) a été complétée pour contenir toutes les tables de conversion nécessaires;
- un nouvel essai interlaboratoires international a été mené par l'ISO en 2017 pour déterminer les données de fidélité (voir [l'Article 10](#));
- l'[Annexe A](#) a été révisée en conséquence;
- une révision éditoriale a été effectuée.

ISO 20978:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1ca00320-1a12-4a0d-9aba-f3a2cece17ae/iso-20978-2020>

Amendements minéraux basiques — Détermination de la valeur neutralisante — Méthodes par titrimétrie

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie deux méthodes pour la détermination de la valeur neutralisante (VN) des amendements minéraux basiques.

La méthode A est applicable à tous les amendements minéraux basiques, à l'exception des amendements minéraux basiques sidérurgiques.

NOTE 1 Des exemples de matériaux de chaulage dur sont le calcaire et la dolomie. Des exemples de matériaux de chaulage doux sont la craie, la marne et la chaux vive.

La méthode B est applicable à tous les amendements minéraux basiques.

Aucune des deux méthodes ne prend en compte correctement la valeur neutralisante potentielle d'un matériau contenant plus de 3 % de P_2O_5 . Pour une évaluation agronomique plus précise des produits contenant plus de 3 % de P_2O_5 , l'EN 14984^[8] est utilisée pour déterminer l'efficacité du chaulage.

NOTE 2 Les méthodes décrites dans l'ISO 6598 et l'ISO 7497 peuvent être utilisées pour la détermination de la teneur en P_2O_5 . De plus amples informations sur le P sont données aux Références [5] et [6].

NOTE 3 Le carbonate consomme les ions H^+ et élimine l'acidité de la solution et il se décompose ensuite en H_2O et en CO_2 . Les formes d'orthophosphate peuvent consommer les ions H^+ mais elles ne sont pas dissociées en des formes moléculaires qui éliminent l'acidité. L'acidité est titrée en retour avec des bases, ce qui entraîne une sous-estimation de la VN.

2 Références normatives

ISO 20978:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/Ica00320-1a12-4a0d-9aba-f3a2ccece17ac/iso-20978-2020>

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des 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 3310-1, *Tamis de contrôle — Exigences techniques et vérifications — Partie 1: Tamis de contrôle en tissus métalliques*

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 8157, *Engrais et amendements — Vocabulaire*

ISO 14820-2, *Engrais et amendements minéraux basiques — Échantillonnage et préparation de l'échantillon — Partie 2: Préparation des échantillons*

3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions donnés dans l'ISO 8157 s'appliquent.

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: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>.
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>.

4 Principe

Dissolution de l'échantillon dans une quantité spécifiée de solution étalon d'acide chlorhydrique. Détermination de l'excès d'acide par titrage en retour à l'aide d'une solution étalon d'hydroxyde de sodium.

Pour les produits contenant du fer, une oxydation préliminaire est nécessaire pour la méthode B.

5 Réactifs

Durant l'analyse, sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue.

NOTE Les solutions disponibles dans le commerce peuvent être utilisées.

5.1 Eau, de qualité 3 conformément à l'ISO 3696.

5.2 Solution étalon d'acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

Cette solution peut être achetée auprès d'une entreprise d'approvisionnement en produits chimiques qui certifie que sa concentration a une variance de 0,4 % (de 0,498 M à 0,502 M).

Si elle est préparée à partir de HCl concentré, déterminer la concentration exacte de la solution par titrage à l'aide de la solution étalon d'hydroxyde de sodium (5.3) en utilisant comme indicateur la solution de phénolphtaléine (5.4).

Appliquer le facteur de correction approprié lors du calcul des résultats (voir l'Article 9).

En cas de doute sur la concentration de la solution de HCl, il est recommandé de mesurer la valeur neutralisante d'un carbonate de calcium précipité (CCP, 5.6).

5.3 Solution étalon d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,25 \text{ mol/l}$.

Cette solution peut être achetée auprès d'une entreprise d'approvisionnement en produits chimiques qui certifie que sa concentration a une variance de 0,2 % (de 0,249 5 M à 0,250 5 M).

Si elle est préparée à partir de pastilles de NaOH, déterminer la concentration exacte de la solution étalon par titrage de 2 g d'hydrogénophthalate de potassium séché ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) pesés à 0,001 g près.

La solution doit être conservée dans un flacon en polyéthylène et il convient d'éviter l'absorption de dioxyde de carbone durant le stockage.

NOTE 1 ml de solution d'hydroxyde de sodium à 0,25 mol/l est équivalent à 51,055 mg d'hydrogénophthalate de potassium.

Appliquer le facteur de correction approprié lors du calcul des résultats (voir l'Article 9).

En cas de doute sur la concentration de la solution de NaOH, il est recommandé de mesurer la valeur neutralisante d'un carbonate de calcium précipité (CCP, 5.6).

5.4 Solution indicatrice de phénolphtaléine

Dissoudre 0,25 g de phénolphtaléine dans 150 ml d'éthanol d'une fraction massique de 93 %, puis diluer avec de l'eau jusqu'à 250 ml.

La solution de phénolphtaléine (5.4) est un indicateur coloré servant à déterminer si le point final de pH est atteint et elle n'est adaptée que pour la méthode A avec un point final de pH de 7. Cet indicateur n'est pas requis si une électrode pH est utilisée pour contrôler le point final de pH.

NOTE Si l'échantillon possède un pouvoir tampon, un écart peut être observé entre la solution indicatrice de phénolphtaléine (virage à pH 8,3) et le point final de pH avec un pH-mètre (7,0).

5.5 Solution de peroxyde d'hydrogène.

Diluer un volume de peroxyde d'hydrogène [ρ (H₂O₂) = 30 g/100 ml] dans quatre volumes d'eau.

Le peroxyde d'hydrogène est utilisé dans la méthode B pour oxyder le fer réduit dans les amendements minéraux basiques sidérurgiques.

5.6 Carbonate de calcium précipité.

Carbonate de calcium précipité de qualité analytique reconnue, contenant au minimum 99 % de CaCO₃.

Un contrôle qualité par du carbonate de calcium précipité et une solution à blanc doivent être utilisés pour chaque série de mesures.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et en particulier les éléments suivants:

6.1 Tamis de contrôle, conforme aux exigences de l'ISO 3310-1, présentant une ouverture maximale de maille de 250 µm.

6.2 pH-mètre, d'une sensibilité minimale de 0,05 unité de pH, muni d'une électrode adéquate en verre et d'une électrode au calomel, ou d'une autre électrode de référence ou d'une électrode combinée, étalonné en utilisant deux solutions tampons dont les pH couvrent l'intervalle pH 4 à pH 7.

L'utilisation d'un pH-mètre n'est pas requise si de la phénolphtaléine sert à déterminer le point final de pH de 7 dans la méthode A.

6.3 Agitateur mécanique, par exemple agitateur magnétique.

6.4 Dessiccateur.

<https://standards.iteh.ai/>

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/1ca00320-1a12-4a0d-9aba-f3a2cece17ae/iso-20978-2020>

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans ce document. Les méthodes d'échantillonnage recommandées sont décrites dans l'ISO 14820-1 et l'ISO 14820-3.

Préparer l'échantillon des amendements minéraux basiques conformément à l'ISO 14820-2.

8 Mode opératoire

8.1 Préparation de l'échantillon d'essai

Sécher l'échantillon d'essai à (105 ± 2) °C jusqu'à ce qu'il atteigne une masse constante. Enregistrer la masse initiale (m_w) et la masse après séchage (m_d). Broyer l'échantillon de sorte qu'il passe au tamis de 250 µm (6.1).

NOTE Un tamis d'une taille inférieure peut être utilisé en fonction du type de matériau, par exemple 150 µm/100 mesh pour les scories.

Bien mélanger.

Effectuer les opérations suivantes lorsque le titrage n'est pas effectué immédiatement:

- Pour la chaux vive, conserver l'échantillon d'essai préparé dans un dessiccateur (6.4) jusqu'au moment de la mesure;

— Autrement, conserver l'échantillon d'essai préparé dans un sac en plastique étanche.

8.2 Détermination

8.2.1 Méthode A

8.2.1.1 Prise d'essai

Peser environ 0,5 g, à 0,001 g près, de chaux vive ou éteinte, ou 1 g de calcaire ou de maerl moulus (préparés selon 8.1), dans une fiole appropriée de 250 ml.

8.2.1.2 Titrage

Ajouter 50 ml de solution étalon d'acide chlorhydrique (5.2) en agitant continuellement la fiole, puis faire bouillir doucement pendant 5 min, ou pendant 10 min pour les matériaux durs, en utilisant des grains de pierre ponce.

Laisser refroidir entre 20 °C et 25 °C. Ajouter quelques gouttes de solution de phénolphtaléine ou insérer les électrodes de pH et de référence (6.2) dans la solution. Agiter (6.3) la solution.

Titre à l'aide de la solution étalon d'hydroxyde de sodium (5.3), en agitant modérément (éviter les projections) jusqu'à ce qu'un pH de 7,0 ou jusqu'à ce que la coloration rose de la phénolphthaléine soient stables pendant 1 min, l'agitation étant maintenue.

8.2.2 Méthode B

8.2.2.1 Prise d'essai

Peser environ 0,5 g, à 0,001 g près, de l'échantillon d'essai préparé (8.1), dans une fiole appropriée de 250 ml.

8.2.2.2 Titrage

Rincer les parois intérieures de la fiole à l'aide de 10 ml d'eau.

Ajouter 35 ml de solution étalon d'acide chlorhydrique (5.2) en agitant continuellement.

Chauffer puis faire bouillir doucement la solution pendant 10 min en utilisant des grains de pierre ponce afin de dissoudre l'échantillon. Agiter continuellement. Laisser refroidir entre 20 °C et 25 °C, puis diluer avec de l'eau à environ 100 ml.

Ajouter 5 ml de solution de peroxyde d'hydrogène (5.5).

NOTE Les ions ferreux contenus dans les amendements minéraux basiques sidérurgiques peuvent être oxydés et consommer les ions OH⁻ durant le titrage. Pour éviter que les ions ferreux consomment les ions OH⁻, du peroxyde d'hydrogène est ajouté pour former des ions ferriques et ferreux au cours d'une réaction neutre.

Transvaser quantitativement dans une fiole graduée de 200 ml; compléter au volume avec de l'eau, puis mélanger. Filtrer à travers un filtre sec dans un récipient sec, en rejetant la portion initiale. À l'aide d'une pipette, prélever une partie aliquote de 100 ml de solution et la transvaser dans un bécher de 250 ml.

Insérer les électrodes du pH-mètre (6.2) et introduire un agitateur (6.3).

Titre à l'aide de la solution étalon d'hydroxyde de sodium (5.3), en agitant modérément (éviter les projections) jusqu'à ce qu'un pH de 4,8 soit stable pendant 1 min (l'agitation étant maintenue).