

PROJET DE NORME INTERNATIONALE

ISO/DIS 20978

ISO/TC 134

Secrétariat: ISIRI

Début de vote:
2018-04-09

Vote clos le:
2018-07-02

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

Liming material — Determination of neutralizing value — Titrimetric methods

ICS: 65.080

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1ca00320-1a12-4a0d-9aba-f3a2cece17ae/iso-20978-2020>

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

LES DESTINATAIRES DU PRÉSENT PROJET SONT INVITÉS À PRÉSENTER, AVEC LEURS OBSERVATIONS, NOTIFICATION DES DROITS DE PROPRIÉTÉ DONT ILS AURAIENT ÉVENTUELLEMENT CONNAISSANCE ET À FOURNIR UNE DOCUMENTATION EXPLICATIVE.

Le présent document est distribué tel qu'il est parvenu du secrétariat du comité.



Numéro de référence
ISO/DIS 20978:2018(F)

© ISO 2018

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
Full standard:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1ca00320-1a12-4a0d-9aba-f3a2cece17ae/iso-20978-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2018, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire	Page
Avant-propos	iv
Introduction	vi
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	4
8.1 Préparation de l'échantillon d'essai	4
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	7
10.3 Reproductibilité	8
11 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Résultats de l'essai interlaboratoires pour déterminer la valeur neutralisante	10
Tableau A.1 — Limites de répétabilité et de reproductibilité issues de l'essai interlaboratoires	10
Annexe B (informative) Tables de conversion	11
Bibliographie	18

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 le lien suivant : www.iso.org/iso/fr/foreword.html.

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 134, *Engrais et amendements* / GT 4, *Amendements minéraux du sol*.

Le présent document (ISO 20978) 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.

La présente norme ISO pourra recevoir le statut de norme nationale, soit par publication d'un texte identique, soit par entérinement.

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

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

1 Domaine d'application

La présente norme ISO 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.

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 , déterminer l'efficacité du chaulage selon l'EN 14984 [8].

NOTE Les méthodes décrites dans l'ISO 6598 [1] et l'ISO 7497 [2] peuvent être utilisées pour la détermination de la teneur en P_2O_5 . De plus amples informations sur le P sont données dans la bibliographie [3] [4].

NOTE 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

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

ISO 8157, *Engrais et amendements - Vocabulaire*

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

ISO 3310-1, *Tamis de contrôle - Exigences techniques et vérifications - Partie 1 : tamis de contrôle en tissus métalliques*

3 Termes et définitions

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

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.

NOTE 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'EN 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 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 0,2495 M à 0,2505 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'hydrogénéphthalate 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'hydrogénéphthalate 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 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.

Ce réactif doit être utilisé en cas de doute concernant la concentration de la solution de HCl ou de NaOH ou lorsque le résultat de la mesure de la valeur neutralisante n'est pas celui attendu. Dans ce cas, utiliser ce réactif de CaCO₃ pour le contrôle qualité d'un lot d'échantillons.

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.

7 Échantillonnage

L'échantillonnage ne fait pas partie de la méthode spécifiée dans cette norme ISO. Les méthodes d'échantillonnage recommandées sont décrites dans l'ISO 14820-1 [5] et l'EN 1482-3 [6].

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 telle 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.

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.