
**Amendements minéraux basiques
carbonatés — Détermination de la
réactivité — Méthode par titration
automatique à l'acide citrique**

*Carbonate liming materials — Determination of reactivity —
Automatic titration method with citric acid*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 22146:2018](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09779249-e0af-45c7-ba36-14272832a726/iso-22146-2018)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09779249-e0af-45c7-ba36-14272832a726/iso-22146-2018>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 22146:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09779249-e0af-45c7-ba36-14272832a726/iso-22146-2018>



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 Appareillage | 2 |
| 6 Réactifs | 3 |
| 7 Échantillonnage et préparation des échantillons | 4 |
| 7.1 Généralités..... | 4 |
| 7.2 Préparation de l'échantillon d'essai..... | 5 |
| 7.3 Préparation de la prise d'essai..... | 5 |
| 8 Mode opératoire | 5 |
| 8.1 Généralités..... | 5 |
| 8.2 Étalonnages..... | 6 |
| 8.3 Mesurage..... | 7 |
| 8.4 Détermination de la valeur neutralisante..... | 8 |
| 8.5 Détermination de la teneur en MgO..... | 8 |
| 9 Calcul et expression des résultats | 8 |
| 10 Fidélité | 9 |
| 10.1 Essai interlaboratoires..... | 9 |
| 10.2 Répétabilité..... | 10 |
| 10.3 Reproductibilité..... | 10 |
| 11 Rapport d'essai | 10 |
| Annexe A (normative) Préparation de la prise d'essai des amendements minéraux basiques dont la taille de particules est supérieure à 1 mm | 12 |
| Annexe B (normative) Configuration de l'appareillage d'essai | 13 |
| Bibliographie | 14 |

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 Electrotechnique 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.

(standards.iteh.ai)

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/iso/fr/foreword.html.

Ce document a été préparé par le Comité Européen de Normalisation (CEN) (en tant que EN 16357/2013) et a été adopté, sans modification à part les corrections éditoriales, par le Comité Technique ISO/TC 134, *Engrais, amendements et substances bénéfiques*.

Tout commentaire ou question sur ce document doit être adressé à l'organisme de normalisation national de l'utilisateur. Une liste complète de ces organismes est disponible à l'adresse www.iso.org/members.html.

Introduction

Ce document a été préparé à des fins d'amélioration des méthodes existantes de détermination de la réactivité des amendements minéraux basiques carbonatés pour l'agriculture (voir Références [8], [9], [10], [11] et [12]): durée, précision et représentativité plus proches des conditions du sol, automatisation.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 22146:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09779249-e0af-45c7-ba36-14272832a726/iso-22146-2018>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 22146:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09779249-e0af-45c7-ba36-14272832a726/iso-22146-2018>

Amendements minéraux basiques carbonatés — Détermination de la réactivité — Méthode par titration automatique à l'acide citrique

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode pour la détermination de la réactivité des amendements minéraux basiques à base de carbonate de calcium ou à base de carbonate de calcium et de magnésium. Il évalue la rapidité et l'efficacité de leur potentiel de neutralisation par titration automatique à l'acide citrique.

Cette méthode s'applique uniquement aux amendements minéraux basiques ayant une taille de particules maximale de 6,3 mm déterminée selon l'ISO 20977.

NOTE Pour les dolomies d'origine métamorphique (de type marbre) (procédure BET tel que défini dans l'ISO 9277 en dessous de 500 m²/kg), voir l'EN 14984.

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

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

ISO 20977, *Amendements minéraux basiques* — *Détermination de la distribution granulométrique par tamisage par voie sèche et par voie humide*

ISO 20978, *Amendements minéraux basiques* — *Détermination de la valeur neutralisante* — *Méthodes par titrimétrie*

EN 12048, *Engrais solides et amendements calciques et/ou magnésiens* — *Détermination de la teneur en eau* — *Méthode gravimétrique par séchage à (105 ± 2) °C*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

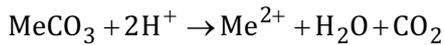
L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

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

4 Principe

Le principe de la méthode est basé sur les points suivants:

- Décomposition partielle des carbonates en un temps donné avec un acide selon la réaction suivante:



où Me représente Ca, Mg, etc.;

- Titration à pH constant (pH = 4,5) à l'aide d'un titrateur automatique. La consommation d'acide citrique en un temps donné (15 min) est une mesure directe de la réaction des amendements minéraux basiques analysés

L'attention est attirée sur les points critiques suivants:

- identification du type d'amendement minéral basique (influence sur les données de fidélité);
- granulométrie (influence sur la préparation et la quantité de la prise d'essai);
- étalonnage de l'électrode pH (influence sur le réglage du pH du titrateur);
- configuration du programme pH stat (influence sur la précision des quantités ajoutées de solution d'acide citrique);
- adéquation du CCP (carbonate de calcium précipité) utilisé pour vérifier l'étalonnage;
- agitateur (doit apporter une homogénéité sans broyer);
- incertitude supplémentaire liée à la détermination de la valeur neutralisante et de la teneur en MgO.

5 Appareillage

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Matériel courant de laboratoire et en particulier les éléments suivants:

5.1 pH-mètre avec électrode.

ISO 22146:2018

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09779249-e0af-45c7-ba36-14372832a726/iso-22146-2018>

Cet instrument est généralement inclus dans le dispositif à burette automatique motorisée.

5.2 Burette automatique motorisée, d'une capacité de 20 ml.

Ce type de burette est généralement équipé de tous les accessoires nécessaires tels qu'un programme de régulation du pH (pH stat), un dispositif de remplissage automatique, une électrode pH, un dispositif de mesure en continu du pH et un agitateur hélicoïdal.

Bien que l'agitateur hélicoïdal soit préféré, il est possible d'utiliser un agitateur magnétique (5.7) à condition que l'anneau central de la tige d'agitation soit suffisamment épais et qu'il ne broie pas le matériau analysé. S'assurer que la vitesse de rotation de la tige d'agitation est suffisamment élevée pour obtenir une dispersion homogène dans le bécher. Si ce n'est pas le cas, augmenter la vitesse.

La burette doit fournir un débit de solution d'acide citrique (6.3) d'au moins 0,05 ml/s. Cela permet de s'assurer que la première partie de la réaction [chute du pH de la valeur initiale à la valeur cible (4,5)] n'ai pas un facteur limitant de la vitesse de dissolution de l'amendement minéral basique. Ce chiffre est supérieur au débit obtenu lors de la réaction la plus rapide observée lors des essais préliminaires.

La burette doit se vider entièrement en un minimum de 4 000 incréments afin de garantir la précision pour de petites quantités de solution d'acide citrique (6.3).

NOTE Les titrateurs modernes remplissent toujours cette condition. Tous les titrateurs actuels (de moins de dix ans) permettent une telle précision, avec une quantité minimale par incrément de 0,002 5 ml pour une burette de 10 ml ou de 0,012 5 ml pour une burette de 50 ml. Cela est suffisant, même pour les petites quantités. Toutefois, cette précision n'est atteinte que si le volume incrémentiel correct (minimal) est spécifié lors de la configuration du titrateur. Si ce n'est pas le cas, la fidélité de la méthode est altérée.

Utiliser la burette uniquement pour la solution d'acide citrique (6.3).

Pour les amendements minéraux basiques ayant une taille de particules supérieure à 1 mm, utiliser une burette de 50 ml.

Pour la plupart des produits, une burette de 10 ml suffit. Toutefois, une burette de 20 ml est nécessaire pour les craies très réactives et le carbonate de calcium précipité (CCP). En raison de la durée de remplissage relativement longue, les résultats peuvent être altérés. Si des volumes supérieurs à 10 ml sont attendus, ne pas utiliser la fonction de remplissage automatique et prévoir une burette de 20 ml ou de 50 ml.

5.3 Bêcher en verre, d'une capacité de 100 ml.

Pour les amendements minéraux basiques ayant une taille de particules supérieure à 1 mm, utiliser un bêcher de 200 ml.

Diamètre minimal en cas d'utilisation d'un agitateur magnétique (5.7): 50 mm.

5.4 Chronomètre.

5.5 Balance, capable de peser 10 g à 0,01 g près.

5.6 Passeur d'échantillons, facultatif.

Si un passeur d'échantillon est utilisé, un bêcher d'eau (6.1) doit être introduit entre deux échantillons.

5.7 Agitateur magnétique, facultatif, voir 5.2.

Capable d'atteindre une vitesse de rotation d'au moins 500 r/min.

Longueur minimale de la tige d'agitation: 40 mm.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09779249-e0af-45c7-ba36-14272832a726/iso-22146-2018>

6 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue.

6.1 Eau, conformément aux exigences de l'ISO 3696, qualité 2.

6.2 Acide citrique monohydraté, C₆H₈O₇ · H₂O, cristallisé ou en poudre, de masse molaire: 210,14 g/mol.

Ne pas utiliser d'acide citrique anhydre dont la masse molaire est différente, et qui peut s'hydrater partiellement une fois stocké.

6.3 Solution d'acide citrique, $\rho = 457,17$ g/l.

De préférence, utiliser une solution fraîchement préparée sur place, comme décrit ci-dessous. La concentration d'acide citrique pure est par convention supposée être égale à la concentration requise, c'est-à-dire $\rho_{ca} = 457,17$ g/l.

La solution peut être utilisée jusqu'à une durée d'un mois si elle est conservée dans un récipient fermé en verre brun. Si la solution date de plus d'une semaine, vérifier sa concentration par un moyen quelconque, par exemple par titration avec une solution de base forte (NaOH) de concentration connue et reporter le résultat dans la [Formule \(2\)](#).

Peser 500 g d'acide citrique monohydraté (6.2) à 0,1 g près. Le verser quantitativement dans un récipient de mesure de 1 l. Rincer le matériel de pesée et verser l'eau de rinçage dans le récipient de manière à emporter l'acide collé sur les bords ou au fond du récipient. Ajouter environ 500 ml d'eau (6.1) dans le récipient de mesure. Chauffer le récipient jusqu'à dissolution totale (à une température d'environ

80 °C). Laisser le récipient refroidir à température ambiante. Compléter avec de l'eau pour atteindre 1 l. Agiter pour obtenir une solution homogène.

La teneur en acide citrique pur, ρ_{ca} , ($C_6H_8O_7$), en grammes par litre, est calculée selon la [Formule \(1\)](#) comme suit.

$$\rho_{ca} = \frac{500 \times 192,14}{210,14} = 457,17 \quad (1)$$

où

500 est la masse ajoutée d'acide citrique monohydraté ([6.2](#)), en grammes (g);

192,14 est la masse molaire de l'acide citrique anhydre, en grammes par mole (g/mol);

210,14 est la masse molaire de l'acide citrique monohydraté, en grammes par mole (g/mol).

6.4 Carbonate de calcium précipité (CCP), de fraction massique $w(CaCO_3)$ au moins égale à 99 %.

Les caractéristiques chimiques du CCP pour analyse disponible dans le commerce sont certifiées. Toutefois, ce n'est pas le cas des caractéristiques physiques. Dans la mesure où la réactivité dépend de la finesse, même pour le CCP, il est essentiel de prendre un CCP hautement réactif¹⁾ comme référence, qui consomme 15 ml en 15 min. Ce type de CCP a été utilisé pour l'essai interlaboratoires avant de commencer les mesurages. L'expérience indique que certains types de CCP ne remplissent pas cette exigence. Voir également la note en [8.2.6](#).

ITeH STANDARD PREVIEW

6.5 Anti-mousse à base de silicone. (standards.iteh.ai)

6.6 Solution tampon étalon, de pH = 4 (solution disponible dans le commerce: pH = 4,01).

NOTE Cette solution a une durée de vie limitée. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/09779249-e0af-45c7-ba36-14272832a726/iso-22146-2018>

6.7 Solution tampon étalon, de pH = 7 (solution disponible dans le commerce, pH = 6,98).

NOTE Cette solution a une durée de vie limitée.

7 Échantillonnage et préparation des échantillons

7.1 Généralités

L'échantillonnage ne fait pas partie des méthodes spécifiées dans ce document. Une méthode d'échantillonnage recommandée est donnée dans l'ISO 14820-1.

La préparation des échantillons doit s'effectuer conformément à l'ISO 14820-2.

Le présent document spécifie que les échantillons sont analysés « tels qu'ils sont livrés » afin de pouvoir lancer immédiatement les mesures nécessaires (Valeur Neutralisante, MgO). Aucune détermination préalable n'est exigée pour calculer la masse des échantillons à analyser. Toutefois, s'assurer que la teneur en eau de l'échantillon est identique à celle de la prise d'essai pour la détermination de la réactivité et pour la mesure de la valeur neutralisante.

Des coefficients correcteurs doivent être appliqués plus tard pour l'expression des résultats: concentration réelle en acide citrique, masse exacte de l'échantillon, valeur neutralisante de l'échantillon tel qu'il est livré, teneur en MgO. Un tel mode opératoire diminue le temps d'analyse nécessaire au total

1) Tel que le CCP commercialisé par VWR/Prolabo/BDH, de référence GPR, Rectapur, Réf. 22296.294, de masse molaire 100,09. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que le CEN approuve ou recommande l'emploi exclusif du produit ainsi désigné.

car les mesures exigées sont réalisées simultanément au lieu de successivement. Toutefois, l'incertitude supplémentaire introduite par les coefficients correcteurs n'est pas décrite dans le présent document et n'est pas pris en compte dans les données de fidélité indiquées à l'[Article 10](#). Il convient d'évaluer tous les coefficients correcteurs appliqués afin de quantifier l'incertitude supplémentaire introduite dans l'expression de la réactivité.

NOTE Ce mode opératoire est préférable à la dessiccation de l'échantillon avant la titration, car la dessiccation peut modifier la finesse ou la présentation physique de certains produits et par conséquent avoir un impact sur leur réactivité.

7.2 Préparation de l'échantillon d'essai

Mesurer la teneur en eau de la substance à analyser selon l'EN 12048 et enregistrer le résultat à titre d'information.

S'assurer que la substance à analyser ne contient ni oxyde, ni hydroxyde (le pH doit être inférieur à 10 pour une dilution au 1/10). La présence d'oxyde ou d'hydroxyde dans le produit altère le résultat. Les formes chimiques oxyde et hydroxyde ne font pas partie du domaine d'application de la présente méthode.

Utiliser l'échantillon d'essai sans autre préparation, par exemple broyage ou dessiccation.

NOTE Le mode opératoire ([8.3.2](#)) prévoit une durée fixe d'agitation préalable.

7.3 Préparation de la prise d'essai

Peser ($5,0 \pm 0,2$) g de l'échantillon d'essai tel qu'il est livré, à 0,01 g près et enregistrer la masse.

Pour les amendements minéraux basiques ayant une taille de particules supérieure à 1 mm ou supposés hétérogènes, une prise d'essai de 10 g, au lieu de 5 g, doit être préparée par échantillonnage fractionné conformément à l'[Annexe A](#). Cette disposition peut être suivie même si la taille de particules est inférieure à 1 mm. La représentativité du produit tel qu'il est livré dans la prise d'essai de 5 g ou 10 g est l'aspect le plus important.

Noter que l'échantillonnage fractionné implique une incertitude supplémentaire. Par conséquent, il convient de l'utiliser uniquement si la taille des particules est supérieure à 4 mm. Si ce n'est pas le cas, augmenter la masse de la prise d'essai à 10 g.

8 Mode opératoire

8.1 Généralités

La détermination doit être effectuée dans des conditions normales de laboratoire, c'est-à-dire à la température ambiante de (20 ± 2) °C.

Les réactifs doivent être à la même température ambiante.

Dans la mesure où la présente méthode ne consiste pas en une réaction totale mais en une réaction partielle en un temps limité, la précision des résultats dépend fortement de l'expérience du personnel. Ne pas passer aux mesures tant que le personnel n'est pas familiarisé avec la méthode.