

---

# NORME INTERNATIONALE 2482

---

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

---

## Chlorure de sodium à usage industriel — Dosage du calcium et du magnésium — Méthodes complexométriques à l'EDTA

Première édition — 1973-02-01

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 2482:1973](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7e99847-6a7a-41f9-9657-4dde0ad8ec11/iso-2482-1973)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7e99847-6a7a-41f9-9657-4dde0ad8ec11/iso-2482-1973>

---

CDU 661.833.321 : 546.41 : 546.46 : 543.24

Réf. N° : ISO 2482-1973 (F)

**Descripteurs** : chlorure de sodium, analyse chimique, analyse volumétrique, dosage, calcium, magnésium.

## AVANT-PROPOS

ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques ISO. Chaque Comité Membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du Comité Technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les Projets de Normes Internationales adoptés par les Comités Techniques sont soumis aux Comités Membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes Internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme Internationale ISO 2482 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 47, *Chimie*.

STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

Elle fut approuvée en janvier 1972 par les Comités Membres des pays suivants :

[ISO 2482:1973](#)

Afrique du Sud, Rép. d'	Hongrie	Roumanie
Allemagne	Inde	Royaume-Uni
Autriche	Irlande	Suisse
Belgique	Italie	Tchécoslovaquie
Chili	Maroc	Thaïlande
Corée, Rép. dém.p. de	Nouvelle-Zélande	U.R.S.S.
Egypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	U.S.A.
Espagne	Pologne	
France	Portugal	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

# Chlorure de sodium à usage industriel – Dosage du calcium et du magnésium – Méthodes complexométriques à l'EDTA

## 1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie des méthodes complexométriques de dosage du calcium et du magnésium dans le chlorure de sodium à usage industriel.

## 2 DOMAINE D'APPLICATION

### 2.1 Cas général

La méthode est applicable au dosage du calcium et du magnésium solubles dans l'eau, dans le chlorure de sodium à usage industriel, pour des teneurs en calcium ou en magnésium supérieures à 0,001 % (*m/m*).

### 2.2 Cas particulier

Dosage du calcium et du magnésium dans une solution principale préparée en milieu acide.

NOTE – Quelles que soient les conditions adoptées, tous les dosages inhérents à une même analyse doivent être effectués dans le même milieu, sauf le dosage des chlorures, qui est toujours exécuté à partir d'une mise en solution dans l'eau.

## 3 RÉFÉRENCE

ISO 2479, *Chlorure de sodium à usage industriel – Détermination des matières insolubles dans l'eau ou dans l'acide et préparation des solutions principales pour l'exécution des dosages.*

## 4 PRINCIPE

Mise en solution d'une prise d'essai et séparation de l'insoluble.

Titrages dans le filtrat obtenu suivant ISO 2479, du calcium d'une part et de la somme (calcium + magnésium) d'autre part, à l'aide d'éthylène diamine tétracétate disodique (EDTA), en présence respectivement de glyoxal-bis (2-hydroxyanil) (GBHA) et de noir à mordants 11 (CI 14645) comme indicateurs.

## 5 RÉACTIFS

Au cours de l'analyse, n'utiliser que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

**5.1 Hydroxyde de sodium**,  $\rho$  1,08 g/ml, solution à 7,5 % (*m/m*) environ ou 2 N environ.

Dissoudre 80 g d'hydroxyde de sodium dans de l'eau et compléter le volume à 1 000 ml.

**5.2 Éthanol**, à 95 % (V/V).

Il est également possible d'utiliser de l'alcool dénaturé à l'acétone, mais non coloré.

**5.3 Triéthanolamine**, solution à 25 % (V/V).

Introduire 25 ml de triéthanolamine dans une fiole jaugée de 100 ml, compléter au volume et homogénéiser.

**5.4 Solution tampon**

Dissoudre 54 g de chlorure d'ammonium dans de l'eau. Ajouter 350 ml d'ammoniaque ( $\rho$  0,920 g/ml) et diluer à 1 000 ml dans une fiole jaugée.

**5.5 Témoin de virage**, pour le dosage du calcium

Préparer ce témoin immédiatement avant le dosage (7.1.2). Introduire dans ce but 50 ml d'eau dans une fiole conique de 250 ml. Ajouter successivement 2 ml de la solution de triéthanolamine (5.3), 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1), 15 ml d'éthanol (5.2) et 1,0 ml de la solution de glyoxal bis (2 hydroxyanil) (5.8).

**5.6 Éthylène diamine tétracétate disodique (EDTA)**, solution titrée 0,02 M.

Peser, à 0,1 mg près, 7,445 g d'EDTA, les dissoudre dans de l'eau. Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

**5.7 Éthylène diamine tétracétate disodique (EDTA)**, solution titrée 0,002 M.

Prélever 100,0 ml de la solution d'EDTA 0,02 M (5.6) et les introduire dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

**5.8 Glyoxal-bis (2-hydroxyanil) (GBHA)**, solution éthanolique à environ 2,5 g/l.

Introduire environ 0,25 g de GBHA dans un flacon en verre brun de 100 ml, muni d'un bouchon en verre rodé. Ajouter 100 ml d'éthanol (5.2) et agiter jusqu'à dissolution.

**5.9 Noir à mordants 11<sup>1)</sup>** (CI 14645), mélange à environ 0,4 % (m/m)

Mélanger intimement 0,4 g de noir à mordants 11 avec 100 g de chlorure de sodium, en prenant soin de rendre le mélange parfaitement homogène.

## 6 APPAREILLAGE

Matériel courant de laboratoire.

## 7 MODE OPÉRATOIRE

### 7.1 Dosage du calcium

#### 7.1.1 Prise d'essai

Prélever 50,0 ml de la solution principale A<sup>2)</sup>, contenant 100 g d'échantillon pour essai par 1 000 ml.

#### 7.1.2 Dosage

Introduire la prise d'essai (7.1.1) dans une fiole conique de 250 ml. Ajouter successivement, 2 ml de la solution de triéthanolamine (5.3), 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1), 15 ml d'éthanol (5.2) et 1,0 ml de la solution de glyoxal bis (2-hydroxyanil) (5.8). Le pH de la solution doit alors être supérieur à 12. Si tel n'est pas le cas, ajouter une quantité de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1) suffisante pour dépasser ce pH. Attendre environ 2 min, puis titrer à l'aide de la solution d'EDTA (5.6) jusqu'à virage du rouge au jaune pur, correspondant à la teinte du témoin de virage (5.5). Le titrage doit être exécuté en moins de 3 min.

### 7.2 Dosage de la somme calcium + magnésium

#### 7.2.1 Prise d'essai

Prélever 100,0 ml de la solution principale A contenant 100 g d'échantillon pour essai dans 1 000 ml.

#### 7.2.2 Dosage

Introduire la prise d'essai (7.2.1) dans une fiole conique de 500 ml. Diluer à environ 200 ml. Ajouter 2 ml de la solution de triéthanolamine (5.3), puis 5 ml de la solution tampon (5.4) et un peu moins du double du volume de la solution d'EDTA (5.6) utilisé dans le dosage du calcium.

Chauffer à la température de 50 °C et ajouter environ 0,1 g de noir à mordants 11 (5.9).

Poursuivre l'addition de la solution d'EDTA (5.6), qui doit être faite lentement, surtout au voisinage du point final jusqu'à virage du rouge vineux au bleu franc (sans reflet violet).

## NOTES

1 Si la solution est colorée en bleu après l'addition du noir à mordants 11 (5.9), il convient, avant de poursuivre le titrage, d'ajouter 6 gouttes d'une solution contenant, dans 100 ml, 5 g de complexe éthylène diamine tétracétate de magnésium (Mg EDTA), de façon à faire virer l'indicateur au rouge.

2 Si les titrages prévus en 7.1 et 7.2 dépassent le volume de 50 ml de la solution titrée d'EDTA (5.6), réduire la prise d'essai et en tenir compte dans le calcul des résultats.

## 8 EXPRESSION DES RÉSULTATS

### 8.1 Mode de calcul et formules

#### 8.1.1 Teneur en calcium

La teneur en calcium soluble dans l'eau, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$V \times 0,02 \times 0,040\ 08 \times \frac{1\ 000}{50} \times \frac{100}{m} = 1,603\ 2 \frac{V}{m}$$

où

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (5.6) utilisé pour le dosage du calcium;

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée pour préparer la solution principale A;

$0,02 \times 0,040\ 08$  est la masse, en grammes, de calcium correspondant à 1 ml de la solution d'EDTA (5.6).

#### 8.1.2 Teneur en magnésium

La teneur en magnésium soluble dans l'eau, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$(V_1 - 2V) \times 0,02 \times 0,024\ 32 \times \frac{1\ 000}{100} \times \frac{100}{m} \\ = \frac{(V_1 - 2V)}{m} \times 0,486\ 4$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (5.6) utilisé pour le dosage de la somme (calcium + magnésium);

$0,02 \times 0,024\ 32$  est la masse, en grammes, de magnésium correspondant à 1 ml de la solution d'EDTA (5.6).

NOTE – Si les teneurs en calcium et en magnésium sont inférieures respectivement à 0,02 % (m/m), et 0,01 % (m/m), utiliser la solution d'EDTA 0,002 M (5.7) et remplacer dans les formules de calcul 0,02 par 0,002.

1) Un des noms commerciaux de ce produit est : «Noir d'ériochrome T».

2) Voir ISO 2479, paragraphe 7.3.

## 8.2 Répétabilité et reproductibilité

Des analyses comparatives sur deux échantillons, effectuées dans dix-neuf laboratoires, ont donné les renseignements statistiques indiqués dans le tableau suivant :

	Dosage de Ca		Dosage de Mg.	
	Sel d'évaporation	Sel marin	Sel d'évaporation	Sel marin
Moyenne (pourcentage en masse)	0,014	0,048	0,001 4	0,006
Écart type	de répétabilité ( $\sigma_r$ )	0,000 3	*	0,000 3
	de reproductibilité ( $\sigma_R$ )	0,001 2	*	0,000 9

\* Ces calculs n'ont pas pu être faits, car les résultats, très faibles, n'ont pas tous été communiqués avec les quatre décimales nécessaires.

## 9 CAS PARTICULIER : Dosage du calcium et du magnésium dans la solution principale préparée en milieu acide.

### 9.1 Principe

Mise en solution de la prise d'essai en milieu acide et séparation de l'insoluble.

Titration des ions calcium et des ions calcium + magnésium, comme au chapitre 4.

### 9.2 Réactifs

Voir chapitre 5.

### 9.3 Appareillage

Voir chapitre 6.

### 9.4 Mode opératoire

#### 9.4.1 Dosage du calcium

##### 9.4.1.1 PRISE D'ESSAI

Prélever 50,0 ml de la solution B<sup>1)</sup>, contenant 100 g d'échantillon pour essai dans 1 000 ml.

##### 9.4.1.2 DOSAGE

Voir 7.1.2.

#### 9.4.2 Dosage de la somme calcium + magnésium

##### 9.4.2.1 PRISE D'ESSAI

Prélever 100,0 ml de la solution B contenant 100 g d'échantillon pour essai par 1 000 ml.

#### 9.4.2.2 DOSAGE

Voir 7.2.2.

### 9.5 Expression des résultats

#### 9.5.1 Teneur en calcium

La teneur en calcium soluble en milieu acide dans les conditions prescrites est obtenue, en pourcentage en masse, par la formule donnée en 8.1.1, où  $V$  est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (5.6) utilisé pour le dosage du calcium et  $m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée pour préparer la solution B.

#### 9.5.2 Teneur en magnésium

La teneur en magnésium soluble en milieu acide dans les conditions prescrites est obtenue, en pourcentage en masse, par la formule donnée en 8.1.2, où  $V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution d'EDTA (5.6) utilisé pour le dosage de la somme calcium + magnésium et  $m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai utilisée pour préparer la solution B.

## 10 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- référence de la méthode utilisée;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- compte-rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- compte-rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale ou facultatives.

1) Voir paragraphe 9.5.4 de ISO 2479.

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 2482:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7e99847-6a7a-41f9-9657-4dde0ad8ec11/iso-2482-1973>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 2482:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7e99847-6a7a-41f9-9657-4dde0ad8ec11/iso-2482-1973>

Page blanche

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 2482:1973

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e7e99847-6a7a-41f9-9657-4dde0ad8ec11/iso-2482-1973>