

---

---

## Détermination de la température de désolubilisation (cristallisation) des engrais liquides

*Determination of salt out (crystallization) temperature of liquid  
fertilizers*

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

[ISO 23381:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eac8fc3f-8bac-487c-bb49-519e96019a2a/iso-23381-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eac8fc3f-8bac-487c-bb49-519e96019a2a/iso-23381-2020>



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

ISO 23381:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eac8fc3f-8bac-487c-bb49-519e96019a2a/iso-23381-2020>



### 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

E-mail: [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)

Web: [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

# Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
Introduction.....	vi
1 <b>Domaine d'application</b> .....	1
2 <b>Références normatives</b> .....	1
3 <b>Termes et définitions</b> .....	1
4 <b>Principe</b> .....	1
5 <b>Réactifs</b> .....	2
6 <b>Équipement</b> .....	3
7 <b>Montage</b> .....	4
8 <b>Mode opératoire</b> .....	4
Annexe A Exemples d'équipement et de montage.....	6
Bibliographie.....	10

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

[ISO 23381:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eac8fc3f-8bac-487c-bb49-519e96019a2a/iso-23381-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eac8fc3f-8bac-487c-bb49-519e96019a2a/iso-23381-2020>

## 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](http://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](http://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](http://www.iso.org/avant-propos).

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 134, *Engrais, amendements et substances bénéfiques*.

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](http://www.iso.org/fr/members.html).

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](http://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](http://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 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](http://www.iso.org/iso/fr/foreword.html).

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](http://www.iso.org/fr/members.html).

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

[ISO 23381:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eac8fc3f-8bac-487c-bb49-519e96019a2a/iso-23381-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eac8fc3f-8bac-487c-bb49-519e96019a2a/iso-23381-2020>

## Introduction

Le marché mondial des engrais liquides a été estimé à 2,5 milliards de dollars en 2019. Il devrait connaître un taux de croissance (TCAC) de 3,7 % à partir de 2019, pour atteindre les 3,1 milliards de dollars d'ici 2025. L'Amérique du Nord est le principal consommateur d'engrais liquides avec 32 % du marché, suivie par l'Europe (25 %), la région Asie-Pacifique (21 %), l'Amérique Latine (13 %) et le reste du monde (9 %)<sup>[1]</sup>. Les engrais liquides englobent l'azote inorganique, le phosphore, le potassium et les oligo-éléments, ainsi que les engrais organiques et synthétiques appliqués sur le sol, tels que les engrais foliaires, en ferti-irrigation et comme solutions de démarrage, pour des applications de surface et pour les cultures comme les céréales, les graines, les fruits, les légumes, les oléagineux, les légumineuses, le gazon, les plantes ornementales, le fourrage et les cultures de plantation. Les engrais liquides sont la manière la plus efficace de fournir les éléments nutritifs requis aux plantes au bon moment et à une concentration optimale.

La solution d'urée et de nitrate d'ammonium (UAN 28-32) est un exemple d'engrais liquide largement utilisé. Le polyphosphate d'ammonium (APP, 10-34-0 et 11-37-0), le thiosulfate d'ammonium (ATS, 12-0-0-26S), le thiosulfate de potassium (KTS, 0-0-25-17S), le thiosulfate de magnésium (0-0-0-10S-4Mg), le nitrate de calcium et d'ammonium (CAN 17) et les solutions d'engrais solubles dans l'eau comme le nitrate de potassium (13-0-46) et la solution de chlorure d'ammonium (6-0-0-16Cl) sont quelques exemples d'engrais liquides.

### Limitations concernant les engrais liquides

Les engrais liquides, bien que plus faciles à utiliser et polyvalents au niveau de leur application, présentent l'inconvénient de se désolubiliser (cristalliser) en climat froid. Ce phénomène crée une limitation pour le transport, le stockage et la manutention pendant la saison froide et il convient de prendre des mesures appropriées pour éviter la cristallisation.

Les parties prenantes ont besoin de disposer de données de cristallisation précises et d'une méthode précise, facile à utiliser et universelle pour la détermination de la température de désolubilisation (SOT) (température de cristallisation) des engrais liquides, afin d'éviter ou d'empêcher la cristallisation de ces engrais liquides populaires pendant la saison froide<sup>[2]</sup>.

Il n'existe actuellement aucune méthode uniforme et normalisée pour la détermination de la SOT des engrais liquides (fluides). Quelques méthodes sont utilisées en interne par plusieurs fabricants. L'ASTM D6660, qui traite de la détermination du point de congélation des fluides caloporteurs de moteurs à base d'éthylène glycol aqueux par la méthode de la transition de phase atomique, l'ASTM D1177-17 pour la détermination du point de congélation des fluides caloporteurs aqueux de moteurs, et l'ASTM D97 (point de figeage), ont également été citées dans la littérature pour les mesures de température de désolubilisation (SOT) des engrais liquides (fluides). Le point de figeage d'un liquide est défini comme la température en-dessous de laquelle le liquide perd sa caractéristique d'écoulement<sup>[4]</sup> à <sup>[6]</sup>.

En plus des méthodes citées, l'ISO (Organisation internationale de normalisation) a également mis au point des méthodes pour déterminer la température de fusion/congélation des produits chimiques. L'ISO 1392 fournit une méthode de détermination du point de cristallisation des produits chimiques, et l'ISO 3016 fournit une méthode sur les lubrifiants pétroliers pour la détermination des points d'écoulement. <sup>[1]</sup>, <sup>[2]</sup>

La calorimétrie à balayage différentiel (DSC) est une technique thermo-analytique selon laquelle la différence de quantité de chaleur nécessaire pour augmenter la température d'un échantillon et d'une référence est mesurée en fonction de la température. L'échantillon et la référence sont maintenus quasiment à la même température pendant toute l'expérience. L'augmentation de température en fonction du temps est linéaire et la courbe du flux de chaleur en fonction de l'augmentation de température est fournie par l'instrument. Ces instruments sont chers ; leur prix est supérieur à 50 000 \$.

De plus, les lignes directrices de l'OCDE font référence au terme « plage de fusion » pour la transition solide-liquide.

La méthode proposée repose sur le refroidissement/dégel de l'engrais liquide. L'engrais liquide (fluide) est refroidi dans un bain de glace carbonique/méthanol jusqu'à ce que le liquide soit cristallisé. Il se réchauffe ensuite à la température ambiante. Normalement, la température de cristallisation (CT) ou la température de désolubilisation (SOT) est la température à laquelle le dernier cristal se dissout.

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

[ISO 23381:2020](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eac8fc3f-8bac-487c-bb49-519e96019a2a/iso-23381-2020)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eac8fc3f-8bac-487c-bb49-519e96019a2a/iso-23381-2020>

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

ISO 23381:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eac8fc3f-8bac-487c-bb49-519e96019a2a/iso-23381-2020>



# Détermination de la température de désolubilisation (cristallisation) des engrais liquides

## 1 Domaine d'application

Le présent document spécifie le mode opératoire d'essai pour la détermination de la température de désolubilisation (SOT), également connue sous le nom de température de cristallisation (CT) des engrais liquides (fluides), au moyen d'une technique simple et peu coûteuse.

Cette méthode peut ne pas être applicable aux engrais binaires et ternaires, en particulier en ce qui concerne le dernier cristal à disparaître (LCTD). Certaines de ces exceptions sont discutées dans la procédure ([Article 8](#)).

## 2 Références normatives

Les documents suivants, en tout ou partie, sont référencés de façon normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 3696:1987, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

## 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/>

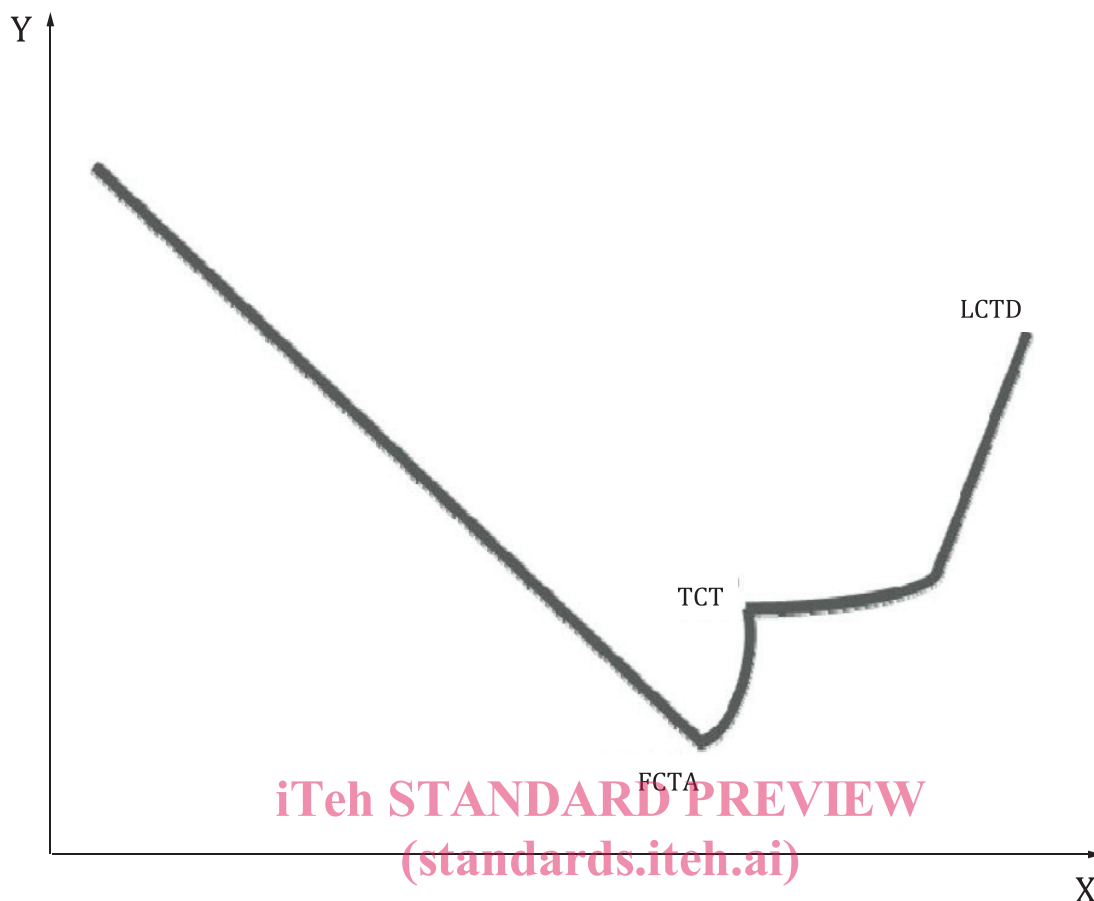
## 4 Principe

Les fertilisants liquides ont été définis dans la norme ISO 8157:2015.

Une partie aliquote de l'échantillon d'engrais liquide d'origine est placée dans un tube à essai en verre et est ensuite immergée dans un bain d'alcool et de glace carbonique jusqu'à ce qu'elle cristallise. L'alcool choisi peut être du méthanol, de l'éthanol ou de l'isopropanol (IPA). De l'acétone peut également être utilisée à la place des alcools ; toutefois, l'IPA (alcool à brûler) est recommandé en raison de son point d'ébullition plus élevé. En l'absence de glace carbonique, d'autres mélanges faisant chuter la température, tels que le mélange sel-glace, peuvent être utilisés pour obtenir un refroidissement et une cristallisation adaptés de l'échantillon d'essai d'engrais.

Une fois la précipitation (formation de cristaux de sel) terminée, la source de refroidissement est retirée et le tube à essai en verre et son contenu se réchauffent à la température ambiante. La température de désolubilisation (SOT) est dans la plupart des cas définie par le moment où le dernier cristal se dissout (n'est plus visible dans la solution) (LCTD). Des exceptions à la règle LCTD sont couvertes ci-après et en [8.11](#).

Le principe de cette technique peut être illustré par la courbe de refroidissement suivante<sup>[2]</sup> montrée dans la [Figure 1](#).

**Légende**

X temps

Y température

ISO 23381:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/eac8fc3f-8bac-487c-bb49-519e96019a2a/iso-23381-2020>

**Figure 1 — Courbe typique de cristallisation**

Le moment auquel le premier cristal apparaît (FCTA) est le point auquel les cristaux de sel commencent à se former. La formation des cristaux de sel génère une faible quantité de chaleur, qui cause une légère augmentation de la température de la solution. Cette température plus élevée correspond à la température de cristallisation réelle (TCT). À cette température, des solides et des liquides sont présents. Une fois que les cristaux se sont formés, l'échantillon est réchauffé à la température ambiante jusqu'à ce que tous les cristaux soient à nouveau dissous. Le point sur la courbe qui correspond à la température à laquelle le dernier cristal se dissout à nouveau dans la solution est appelé LCTD<sup>[8]</sup>.

Le moment auquel le dernier cristal se dissout (LCTD) peut ne pas être applicable à tous les engrais liquides, en particulier pour les systèmes binaires ou ternaires et autres mélanges d'engrais. Lorsque le dernier cristal ne disparaît pas ou que des solides restent présents dans la solution lors du réchauffement à la température ambiante, le mode opératoire doit être répété et il convient d'enregistrer la température de désolubilisation (SOT) au moment où le premier cristal apparaît (FCTA). Cela peut également être applicable pour certaines solutions UAN (urée et nitrate d'ammonium), ainsi qu'à des mélanges binaires et ternaires.

**5 Réactifs**

**AVERTISSEMENT** — La manipulation de glace carbonique nécessite l'utilisation de gants isolants pour éviter les engelures. L'isopropanol (IPA), l'éthanol, le méthanol et l'acétone sont inflammables et il convient de les utiliser en l'absence de flamme nue. L'utilisation de ces solvants avec de la glace carbonique nécessite que toutes les opérations soient réalisées sous

**une hotte chimique aspirante homologuée. Ajouter la glace carbonique en petites portions dans le solvant pour éviter les éclaboussures. La présente norme ne signale pas tous les problèmes de sécurité possibles, et il incombe à l'utilisateur de mettre en place des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité et de s'assurer de la conformité des opérations aux conditions stipulées par les lois et réglementations nationales associées.**

5.1 Utiliser uniquement de l'eau de qualité 3 selon l'ISO 3696:1987.

5.2 Production de glace carbonique (cône, pince, anneau et sac thermique) ou alimentation en glace carbonique.

5.3 Bouteille de CO<sub>2</sub> avec un tube plongeur pour fabriquer de la glace carbonique (ou alimentation en glace carbonique).

5.4 Alcool isopropylique (IPA) ou autres solvants appropriés, tels que le méthanol, l'éthanol ou l'acétone.

5.5 En l'absence de glace carbonique, d'autres systèmes de refroidissement, tels qu'un bain glace-sel, peuvent être utilisés. Toutefois, il faut veiller à atteindre une température suffisamment basse.

## 6 Équipement

6.1 Un moteur d'agitation<sup>1)</sup>.

6.2 Un mandrin sans clé à 3 mors avec canon<sup>2)</sup>.

6.3 Une baguette en acier à 2 pieds dont la base peut être attachée<sup>3)</sup>.

6.4 Une pince à trois doigts.

6.5 Deux vases Dewar à revêtement en argent avec bouchon<sup>4)</sup>.

6.6 Des tubes à essai en verre de 50 cm<sup>3</sup> (plusieurs, en Pyrex ou de qualité similaire).

6.7 Un fil mince en acier inoxydable (de quelques pouces, tels que 40 AWG, 0,079 9 mm, ou 30 gauges, 0,010 pouce, ou 24 gauges, 0,58 mm).

6.8 Un tube en caoutchouc à paroi mince (de quelques pouces).

1) Le modèle Glas-Col 099A GT31 ou 099D GT21, glas-col.com, 800-425-7265, ou le mélangeur Stir-Pak à arbre double Cole-Parmer UX-04555-44, 800-323-4340 sont des exemples de produits appropriés disponibles dans le commerce. Ces informations sont données à titre d'indication pour les utilisateurs de ce document et ne constituent pas une approbation par l'ISO de ces produits.

2) GLS 099D A210101, adapté au modèle d'agitateur Glas-Col 099A GT31 099D GT21, le mélangeur Stir-Pak à arbre double Cole-Parmer intègre déjà un mandrin. Ces informations sont données à titre d'indication pour les utilisateurs de ce document et ne constituent pas une approbation par l'ISO de ces produits.

3) Statif solide et support avec un socle rigide, par exemple un support avec une baguette de 1 000 mm de long, 16 mm de diamètre, 180 mm de largeur de la base disponible chez VWR, référence catalogue n° 241-0101. C'est un exemple de produit approprié disponible dans le commerce. Ces informations sont données à titre d'indication pour les utilisateurs de ce document et ne constituent pas une approbation par l'ISO de ces produits.

4) (tels que l'article n° 8600-0099, Pope Scientific, 866-636-2487). C'est un exemple de produit approprié disponible dans le commerce. Ces informations sont données à titre d'indication pour les utilisateurs de ce document et ne constituent pas une approbation par l'ISO de ces produits.