

Février 2004

ICS 91.100

Version Française

Essais relatifs aux propriétés chimiques des granulats - Partie 5: dosage des sels chlorures solubles dans l'acide

Prüfverfahren für chemische Eigenschaften von
Gesteinkörnungen - Teil 5: Bestimmung der säurelöslichen
Chloride

Tests for chemical properties of aggregates - Part 5:
Determination of acid soluble chloride salts

Le présent projet de Norme européenne est soumis aux membres du CEN pour enquête. Il a été établi par le Comité Technique CEN/TC 154.

Si ce projet devient une Norme européenne, les membres du CEN sont tenus de se soumettre au Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, qui définit les conditions dans lesquelles doit être attribué, sans modification, le statut de norme nationale à la Norme européenne.

Le présent projet de Norme européenne a été établi par le CEN en trois versions officielles (allemand, anglais, français). Une version dans une autre langue faite par traduction sous la responsabilité d'un membre du CEN dans sa langue nationale et notifiée au Centre de Gestion, a le même statut que les versions officielles.

Les membres du CEN sont les organismes nationaux de normalisation des pays suivants: Allemagne, Autriche, Belgique, Chypre, Danemark, Espagne, Estonie, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Luxembourg, Lettonie, Lituanie, Malte, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République Tchèque, Royaume-Uni, Slovaquie, Slovénie, Suède et Suisse.

Avertissement : Le présent document n'est pas une Norme européenne. Il est diffusé pour examen et observations. Il est susceptible de modification sans préavis et ne doit pas être cité comme Norme européenne



COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION
EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION

Centre de Gestion: rue de Stassart, 36 B-1050 Bruxelles

Sommaire

Page

Avant-propos.....	3
1 Domaine d'application.....	4
2 Références normatives.....	4
3 Termes et définitions.....	4
4 Réactifs	5
5 Appareillage	6
6 Principe	7
7 Echantillonnage.....	7
8 Préparation de la prise d'essai	7
9 Mode opératoire	7
10 Calcul et expression des résultats	8
11 Rapport d'essai	8
Bibliographie.....	9

Avant-propos

Le présent document prEN 1744-5 a été élaboré par le Comité Technique CEN/TC 154 "Granulats", dont le secrétariat est tenu par BSI.

Ce document est actuellement soumis à l'Enquête CEN.

1 Domaine d'application

La présente Norme européenne spécifie un mode opératoire qui permet de doser les sels chlorures solubles dans l'acide, susceptibles d'être présents dans les granulats. Le présent essai convient pour des granulats dont la teneur en chlorures n'est pas directement due à un contact avec des eaux salines ou à une immersion dans ces dernières. A titre d'exemple, on peut citer les granulats recyclés contenant du ciment hydraté dans lesquels les chlorures peuvent être liés sous forme de chloroaluminates de calcium ainsi que certains granulats situés dans les régions désertiques où les chlorures sont inclus dans les particules des granulats.

2 Références normatives

Cette Norme européenne comporte par référence datée ou non datée des dispositions d'autres publications. Ces références normatives sont citées aux endroits appropriés dans le texte et les publications sont énumérées ci-après. Pour les références datées, les amendements ou révisions ultérieurs de l'une quelconque de ces publications ne s'appliquent à cette Norme européenne que s'ils y ont été incorporés par amendement ou révision. Pour les références non datées, la dernière édition de la publication à laquelle il est fait référence s'applique (y compris les amendements).

EN 1744-1:1998, *Essais pour déterminer les propriétés chimiques des granulats - Partie 1 : Analyse chimique.*

EN 932-1:1996, *Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats - Partie 1 : Méthodes d'échantillonnage.*

EN 932-2:1999, *Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats - Partie 2 : Méthodes de réduction d'un échantillon de laboratoire.*

EN 932-5:2000, *Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats - Partie 5 : Equipements communs et étalonnage.*

ISO 1042:1983, *Verrerie de laboratoire - Fioles jaugées à un trait.*

3 Termes et définitions

Pour les besoins de la présente Norme européenne, les termes et définitions suivants s'appliquent.

- 3.1**
prise d'essai
échantillon utilisé intégralement lors d'un même essai
- 3.2**
éprouvette
lorsqu'une méthode d'essai nécessite de réaliser plusieurs mesurages d'une propriété, l'éprouvette est l'échantillon qui est utilisé pour un seul mesurage
- 3.3**
échantillon de laboratoire
échantillon réduit obtenu à partir d'un échantillon global, destiné aux essais en laboratoire
- 3.4**
masse constante
résultat de pesées successives effectuées après séchage à 1 h d'intervalle au moins et ne différant pas de plus de 0,1 %

NOTE Dans de nombreux cas, la masse constante peut être atteinte après séchage d'une prise d'essai pendant une durée déterminée à l'avance, dans une étuve réglée à (110 ± 5) °C. Les laboratoires d'essai peuvent déterminer le temps nécessaire pour atteindre la masse constante suivant le type et la taille de l'échantillon et en fonction de la capacité de séchage de l'étuve utilisée.

3.5

lot

quantité de production, quantité de livraison, quantité de livraison partielle (charge d'un wagon de chemin de fer, charge d'un camion, cargaison d'un bateau) ou stock produit en une seule fois dans des conditions présumées uniformes

NOTE Si le processus de production est continu, la quantité produite pendant une période agréée est considérée comme un lot.

3.6

finés

fraction granulométrique d'un granulat qui passe au tamis de 0,063 mm

4 Réactifs

Sauf indication contraire, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique et de l'eau déminéralisée ou de l'eau de pureté équivalente.

NOTE 1 Sauf spécification contraire, « % » signifie « pourcentage en masse ».

NOTE 2 Si aucune tolérance sur les volumes ou masses de réactifs n'est indiquée, les valeurs données sont indicatives. Dans ce cas, les volumes délivrés provenant des éprouvettes graduées et les masses indiquées en utilisant la balance ordinaire spécifiée en 5.1 sont considérés comme suffisamment précis pour les besoins de la présente Norme européenne.

NOTE 3 Sauf indication contraire, on peut supposer que les solutions de réactifs restent stables pendant une longue durée.

NOTE 4 Il convient de considérer tous les produits chimiques comme des poisons potentiels ayant des propriétés toxiques ; des précautions appropriées sont à prendre avant de les utiliser. Il faut toujours prendre le temps d'évaluer les risques avant de commencer toute manipulation et une attention constante doit être maintenue.

4.1 Exigences générales pour les masses volumiques

Les réactifs liquides concentrés ci-après, requis par la présente norme, doivent avoir les masses volumiques suivantes, en grammes par centimètre cube, à 20 °C :

- acide chlorhydrique : 1,18 à 1,19 ;
- acide nitrique : 1,40 à 1,42 ;
- acide sulfurique : 1,84 ;
- ammoniacque : 0,88 à 0,91.

Le degré de dilution doit être indiqué sous la forme d'une somme volumique.

NOTE Une alternative possible consiste à utiliser des solutions prêtes à l'emploi.

4.2 Réactifs pour la détermination des sels chlorures hydrosolubles (méthode Volhard)

4.2.1 Solution de nitrate d'argent (AgNO_3), 0,100 mol/l, préparée en séchant environ 20 g de nitrate d'argent pendant au moins 1 h à une température de $(110 \pm 5)^\circ\text{C}$; laisser refroidir dans un dessiccateur, puis peser $(16,987 \pm 0,001)$ g de nitrate d'argent sec, dissoudre dans l'eau et diluer à 1 l dans une fiole jaugée (5.6). Conserver la solution dans un flacon à réactif en verre brun (5.7) et protéger contre toute exposition prolongée à la lumière solaire.

4.2.2 Solution de thiocyanate (KSCN ou NH_4SCN), environ 0,1 mol/l, préparée en dissolvant 9,7 g de thiocyanate de potassium ou 7,6 g de thiocyanate d'ammonium dans l'eau et en diluant à 1 l dans une fiole jaugée.

Introduire à la pipette 25 ml de solution de nitrate d'argent (4.2.1) dans une fiole (5.8) et ajouter 5 ml d'acide nitrique (4.2.3) et 1 ml de solution d'indicateur au sulfate d'ammonium et de fer (III) (4.2.5).

Ajouter la solution de thiocyanate à l'aide d'une burette (5.9) jusqu'à ce que la couleur vire pour la première fois de manière irréversible, c'est-à-dire d'une opalescence blanche à un brun pâle. Noter le volume de solution de thiocyanate ajouté.

Calculer la concentration, C_T , de la solution de thiocyanate (en moles par litre) d'après l'équation suivante :

$$C_T = 2,5/V_1$$

où

V_1 est le volume de thiocyanate ajouté (en millilitres).

Titre la solution à intervalles d'une semaine ou avant usage si les essais sont effectués peu souvent.

4.2.3 Acide nitrique (HNO_3), environ 6 mol/l, préparé en ajoutant 100 ml d'acide nitrique (4.1) à 150 ml d'eau ; faire bouillir l'acide dilué sous une hotte (5.11) jusqu'à décoloration et laisser refroidir à température ambiante.

4.2.4 3,5,5,-triméthyl-1-hexanol de qualité « technique », exempt de chlorures.

4.2.5 Solution d'indicateur au sulfate d'ammonium et de fer (III), $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, préparée en ajoutant 60 g d'eau à 50 g de sulfate d'ammonium et de fer (III) ; chauffer pour dissoudre, puis ajouter 10 ml d'acide nitrique (4.2.3).

Laisser refroidir la solution à température ambiante et la conserver dans un flacon en verre (5.10).

5 Appareillage

La totalité de l'appareillage doit être conforme aux exigences générales de l'EN 932-5.

5.1 Balance, permettant de peser jusqu'à 100 g, d'une précision de lecture de 0,1 mg.

5.2 Deux entonnoirs filtrants, d'environ 100 mm de diamètre, avec du papier-filtre de porosité grossière (diamètre des pores d'environ 20 μm) et du diamètre approprié à la taille des entonnoirs.

5.3 Deux béchers de 250 ml.

5.4 Tiges de verre.

5.5 Pipette, 5 ml.

5.6 Deux fioles jaugées, d'une capacité de 1 l, conformes aux exigences de l'ISO 1042.

5.7 Flacons à réactif en verre brun.

5.8 Fioles coniques bouchées, d'une capacité de 100 ml et de 250 ml.

5.9 Deux burettes, de 50 ml, ayant des graduations de 0,1 ml.

5.10 Flacons à réactif, en verre ordinaire.

5.11 Hotte.

6 Principe

La présente méthode donne la teneur totale en halogènes excepté les fluorures et exprime le résultat sous forme de teneur en ions chlorures.

L'échantillon de granulat est réduit en une fine poudre et extrait avec de l'acide nitrique dilué en ébullition.

NOTE Les sulfures sont oxydés en sulfates et ne produisent aucune interférence.

Les chlorures dissous sont précipités en utilisant un volume connu de solution étalon de nitrate d'argent. Après ébullition, le précipité et le reste de granulats solides sont lavés avec de l'acide nitrique dilué et mis au rebut. Le filtrat et les eaux de lavage sont refroidis à température ambiante et le reste de nitrate d'argent est titré avec une solution étalon de thiocyanate d'ammonium en utilisant un sel de fer (III) comme indicateur (méthode Volhard).

7 Echantillonnage

L'échantillon de laboratoire doit être prélevé conformément aux modes opératoires spécifiés dans l'EN 932-1. Veiller à ce que l'échantillon de laboratoire soit représentatif de la teneur en humidité et en substances solides.

8 Préparation de la prise d'essai

La prise d'essai est préparée suivant le mode opératoire indiqué dans l'EN 1744-1:1998, 12.3. Prélever environ 2 g d'échantillon en poudre comme prise d'essai.

9 Mode opératoire

Peser la prise d'essai à 0,1 mg près et l'introduire dans un bécher de 250 ml, puis ajouter 50 ml d'eau et, tout en agitant au moyen d'une tige de verre, 50 ml d'acide nitrique dilué (1 + 2). Chauffer le mélange pour le porter à ébullition et laisser bouillir 1 min en agitant de temps en temps.

NOTE Les granulats à forte teneur en carbonates moussent lorsque l'on ajoute l'acide. Par conséquent, celui-ci doit être ajouté lentement, sous agitation continue.

Ajouter 5 ml de la solution de nitrate d'argent à 0,100 mol/l à la pipette (5.5) dans la solution bouillante. Ensuite, laisser bouillir pendant au plus 1 min et filtrer sur un papier-filtre (5.2) lavé avant usage avec de l'acide nitrique dilué (1 + 100), dans une fiole de 500 ml (5.6). Laver le bécher, la tige de verre et le filtre avec de l'acide nitrique dilué (1 + 100) jusqu'à ce que le volume de filtrat et les eaux de lavage s'élèvent à 200 ml. Refroidir le filtrat et les eaux de lavage à température ambiante.

prEN 1744-5:2004 (F)

Ajouter 5 ml de la solution d'indicateur au sulfate d'ammonium et de fer (III) et titrer avec la solution de thiocyanate en agitant vigoureusement jusqu'à ce qu'une goutte de cette solution produise une coloration brun clair qui ne disparaît plus à l'agitation.

Noter le volume, V_1 , de la solution de thiocyanate ajouté.

Si la teneur en chlorures du granulat dépasse 0,85 %, il faut recommencer l'essai avec une plus petite prise d'essai.

Répéter ce mode opératoire avec une seconde prise d'essai.

10 Calcul et expression des résultats

Calculer la teneur en chlorures (en %) d'après l'équation suivante :

$$C_a = 3,545 \times (5 - 10 C_T V_1) / 1\,000 \times 100 / m$$
$$= 0,3545(5 - 10 C_T V_1) / m$$

où

m est la masse de la prise d'essai, exprimée en grammes (g) ;

V_1 est le volume de solution de thiocyanate utilisé pour le titrage de la solution d'essai, exprimé en millilitres (ml) ;

C_T est la concentration de la solution de thiocyanate, exprimée en moles par litre (mol/l).

Le résultat de l'essai est indiqué sous la forme de la moyenne des dosages effectués avec les deux prises d'essai et il est enregistré à 0,01 % près.

11 Rapport d'essai

- a) référence de la présente Norme européenne ;
- b) origine de l'échantillon ;
- c) désignation de l'échantillon ;
- d) masse d'échantillon sec soumise à l'essai, exprimée en grammes (g) ;
- e) résultat d'essai obtenu ;
- f) date de l'essai.

Bibliographie

- [1] EN 196-21:1989, *Méthodes d'essais des ciments - Détermination de la teneur en chlorures, en dioxyde de carbone et en alcalis dans les ciments.*