

S-II-8V3 – DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN CARBONATE

1. Objet

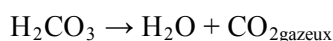
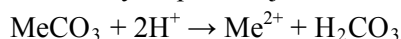
Détermination de la teneur en carbonate par la méthode volumétrique.

2. Domaine d'application

Méthode de détermination de la teneur en carbonate dans des échantillons de sols (y compris les sédiments), de matières utilisées sur ou dans les sols et de déchets. Cette détermination est systématique sur les matières amendantes mais pas sur les sols.

3. Principe

L'acide chlorhydrique est ajouté à un échantillon pour décomposer tous les carbonates présents :



Le volume de gaz carbonique dégagé est mesuré à l'aide d'un appareil Scheibler et est comparé au volume de gaz carbonique produit par du carbonate de calcium pur. Afin de ne pas tenir compte de correction, tous les tests sont réalisés dans les mêmes conditions.

4. Préparation de l'échantillon

Conformément à la procédure S-I-1, les échantillons sont séchés à l'air ou dans une étuve ventilée à une température inférieure à 40 °C. Ils sont alors émottés et tamisés au travers d'un tamis de 2 mm d'ouverture de mailles. Eventuellement (cf. §5), si la prise d'essai est inférieure à 2 g, une partie de l'échantillon peut être broyé, sans refus, pour passer au travers d'un tamis à 250 µm d'ouverture de mailles. Une partie de l'échantillon à 2 mm servira à la mesure de l'humidité résiduelle conformément à la procédure S-I-3.

5. Analyse préliminaires

Faire un essai préliminaire en ajoutant un peu d'acide chlorhydrique sur une fraction de l'échantillon déposé sur un verre de montre.

L'intensité et le temps de l'effervescence donneront une estimation de la teneur en carbonate. Le tableau donne une idée de la quantité d'échantillon nécessaire :



Intensité de l'effervescence	Teneur en Carbonate (g/kg)	Masse de la prise d'essai (g)
Aucune ou limitée	<20	10
Faible, de courte durée	20 à 80	5
Forte, de longue durée	80 à 160	2.5
Très forte, de longue durée	>160	≤1

Si la masse d'échantillon est inférieure à 2 g, il convient de prélever une portion représentative de l'échantillon et de le broyer, sans refus, pour obtenir des particules < 250 µm, conformément à la procédure S-I-1.

6. Appareillages et matériels utilisés

- Appareil Scheibler : adapté à l'exécution de dosages d'un échantillon seul ;
- Balance analytique : précision minimum de 0.1 mg ;
- Flacons à réaction : capacité de 150 ml et munis d'un col large ;
- Récipients en matière plastique : capacité d'environ 10 ml, pouvant être introduit dans les flacons à réaction ;
- Pinces : résistantes à l'acide ;
- Verre de montre.
- Tamis de 250 µm (éventuellement)

7. Réactifs utilisés

- Eau : conductivité électrique ≤ 0.2 mS/m à 25 °C, eau de qualité 2, conformément à l'ISO 3696 ;
- Acide chlorhydrique 4 M : diluer 340 ml d'acide chlorhydrique concentré à 1000 ml avec de l'eau ;
- Carbonate de calcium (CaCO₃) : en poudre.

8. Mode opératoire

L'échantillon après avoir été séché à l'air, est réduit en une fraction < 2 mm.

Doçage : Les dosages des échantillons, des essais à blanc et du carbonate de calcium doivent être réalisés simultanément dans un local où la température et la pression ne varient pas trop durant la durée des dosages. Inclure pour chaque série 2 essais à blanc et 2 étalons de respectivement 0.200 et 0.400 g de carbonate de calcium.

- Peser une prise d'essai représentative de l'échantillon et la transférer quantitativement dans un flacon à réaction et y ajouter 20 ml d'eau. Peser également les étalons de 0.200 et 0.400 g de carbonate de calcium et les transférer quantitativement dans des flacons à réaction et y ajouter 20 ml d'eau. Pour la détermination à blanc, utiliser les flacons à réaction contenant 20 ml d'eau ;
- Placer ces flacons en face des appareils Scheibler. Ouvrir les robinets d'arrêt D1 et D2 et régler le niveau de l'eau à 3 ml dans les tubes pour les échantillons et les étalons et respectivement à 20 et 80 ml pour les blancs. Fermer le robinet d'arrêt D2 ;
- Remplir le récipient en matière plastique de 7 ml d'HCl et l'introduire à l'aide de pinces dans le flacon à réaction contenant la prise d'essai. Veiller à ce qu'il n'y ait aucun contact entre l'acide et le sol avant que le flacon ne soit relié à l'appareil Scheibler ;

Humecter les bouchons en caoutchouc de l'appareillage avec de l'eau, puis relier les flacons à réaction. Fermer le robinet d'arrêt D1 et noter à nouveau le niveau de l'eau dans les tubes. Verser doucement l'HCl sur l'échantillon en inclinant doucement le flacon à réaction. Agiter pendant 5 minutes et noter le volume lorsqu'il ne varie plus. Si le volume varie, continuer à agiter le flacon jusqu'à atteindre un volume stable. Veiller à ce que la différence entre les niveaux d'eau dans les 2 tubes ne dépasse pas 3 ml. Ceci peut être ajusté en ouvrant le robinet d'arrêt D2. A la fin de la période d'agitation, équilibrer le niveau de l'eau dans les 2 tubes et mesurer le volume de gaz produit dans le tube d'étalonnage avec une précision de 0.1 ml.

9. Calcul de la teneur en carbonate de l'échantillon

$$w(\text{CaCO}_3) = 1000 * \left(\frac{m_2}{m_1} \frac{V_1 - V_3}{V_2 - V_3} \right) * \frac{100 + w_{\text{H}_2\text{O}}}{100}$$

- où
- $w(\text{CaCO}_3)$ est la teneur en carbonate, en g par kg, d'échantillon séché en étuve
 - m_1 est la masse de la prise d'essai (g) ;
 - m_2 est la masse moyenne des étalons de carbonate de calcium (g) ;
 - V_1 est le volume moyen du gaz carbonique produit par la réaction de la prise d'essai (ml) ;
 - V_2 est le volume moyen du gaz carbonique produit par la réaction de carbonate de calcium (ml) ;
 - V_3 est la variation en volume des déterminations à blanc (ml), cette valeur peut être négative ;
 - $w(\text{H}_2\text{O})$ est la teneur en eau, exprimée sous forme de pourcentage en masse, sur la base d'une masse séchée, mesurée conformément à la procédure S-I-3.

10. Interférences

Les autres gaz produits peuvent conduire à une surestimation de la teneur en carbonate, il convient donc de purifier le gaz produit et de mesurer son volume d'une autre façon. Lorsque des sulfures sont présents, ajouter du chlorure de mercure à la solution d'acide chlorhydrique, afin de former du sulfure de mercure (II) insoluble ;

Pour les échantillons à forte teneur en matières organiques, il convient d'ajouter plus d'eau.

11. Rapport d'essai

Le rapport doit contenir au minimum :

- Une référence à la présente méthode de la Région wallonne ;
- L'identification complète de l'échantillon ;
- Les résultats de la détermination en nombres entiers, en g par kg, calculés sur la base d'un échantillon séché en étuve, exprimés sous la forme de carbonate de calcium ou suivant une autre forme spécifiée du carbonate lorsqu'on en connaît la forme principale ;

Les détails opératoires non prévus dans la norme, ainsi que tout facteur ayant pu affecter les résultats.

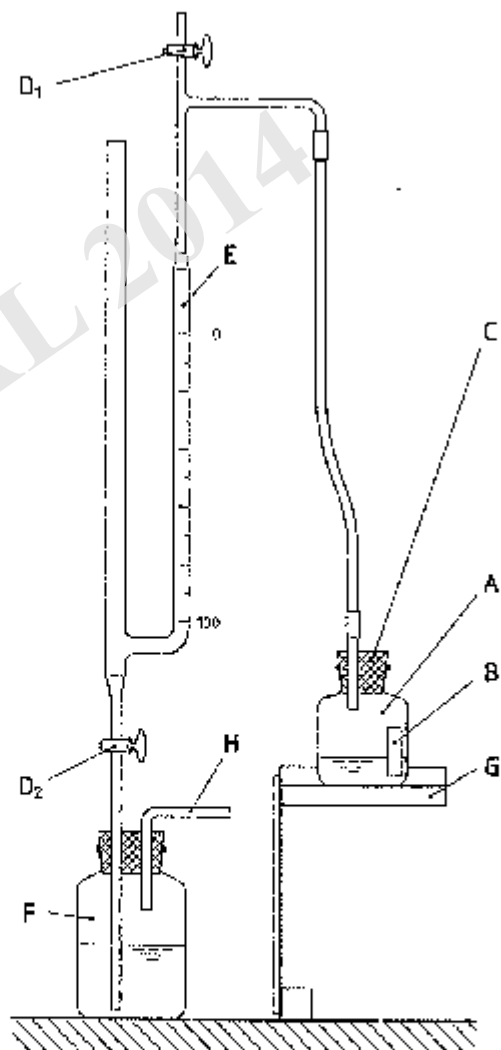
12. Remarque

Dans le cadre de la détermination du carbone organique par combustion sèche, la teneur en carbonates peut devoir être déterminée.

13. Référence

NBN EN ISO 10693 : 2014 – Qualité du sol – Détermination de la teneur en carbonate – Méthode volumétrique.

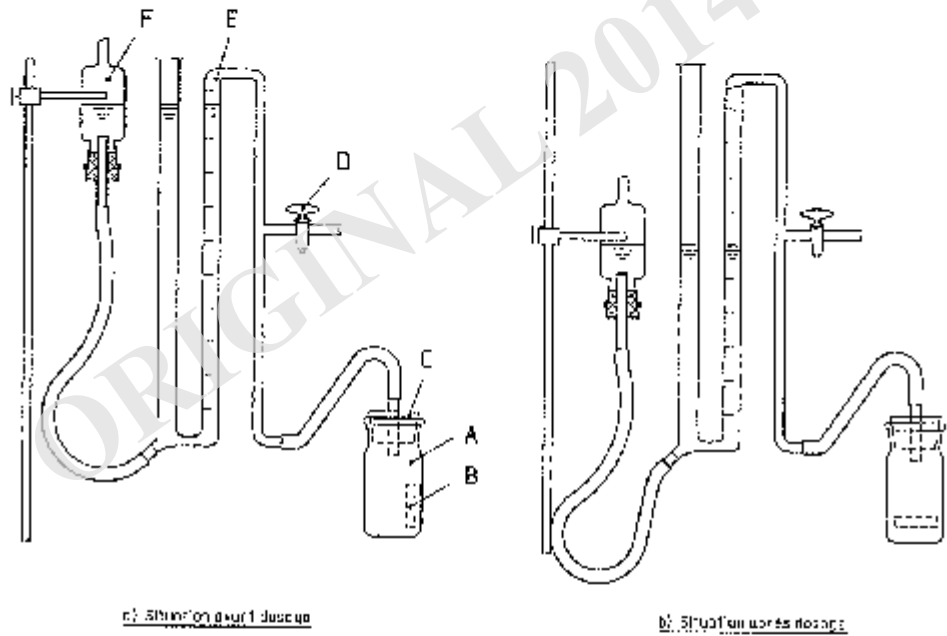
NBN EN ISO 3696 :1995 – Eau pour laboratoire à usage analytique – Spécification et méthodes d'essai



Légende

- A Réaction à réaction (R.R.)
- E Réactif en matière plastique (b-A) contenant de l'acide chlorhydrique (4.2)
- C Bouchon en caoutchouc
- D₁ Frotinet d'arrêt
- D₂ Frotinet d'arrêt
- E Tube gradué en L
- F Réservoir pour réserve d'eau
- G Agitateur
- H Tuyau d'admission d'air

Figure 1 — Exemple d'appareil Scheibler pour dosage d'un échantillon seul



Légende

- A Flacon à réaction (6.3)
- B Réceptacle en matière plastique (5.4) contenant de l'acide chlorhydrique (4.2)
- C Bouchon en caoutchouc
- D Robinet d'arrêt
- L Tube gradué en U
- F Flacon pour réserve d'eau

Figure 2 — Exemple d'appareil Schetler à une seule unité