ICS: 91.100.15

norme belge enregistrée

NBN EN 1744-5

1e éd., mars 2007

Indice de classement: B 11

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

Beproevingsmethoden voor de chemische eigenschappen van toeslagmaterialen - Deel 5: Bepaling van in zuur oplosbare chloridezouten

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

Autorisation de publication: 19 décembre 2006

La présente norme européenne EN 1744-5:2006 a le statut d'une norme belge.

La présente norme européenne existe en trois versions officielles (allemand, anglais, français).

standards for .be

Bureau de Normalisation - Avenue de la Brabançonne 29 - 1000 Bruxelles - Belgique
Tél: +32 2 738 01 12 - Fax: +32 2 733 42 64 - E-mail: info@nbn.be - NBN Online: www.nbn.be
Banque 000-3255621-10 IBAN BE41 0003 2556 2110 BIC BPOT BEB1 TVA: BE 0880.857.592

© NBN 2007

Prix: groupe 10

ICS: 91.100.15

Geregistreerde Belgische norm

NBN EN 1744-5

1e uitg., maart 2007

Normklasse: B 11

Beproevingsmethoden voor de chemische eigenschappen van toeslagmaterialen - Deel 5: Bepaling van in zuur oplosbare chloridezouten

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

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

Toelating tot publicatie: 19 december 2006

Deze Europese norm EN 1744-5:2006 heeft de status van een Belgische norm.

Deze Europese norm bestaat in drie officiële versies (Duits, Engels, Frans).

Bureau voor Normalisatie Brabançonnelaan 29 B-1000 Brussel België
Tel: +32 2 738 01 12 - Fax: +32 2 733 42 64 - E-mail: info@nbn.be - NBN Online: www.nbn.be
Bank 000-3255621-10 IBAN BE41 0003 2556 2110 BIC BPOT BEB1 BTW: BE 0880.857.592

© NBN 2007

Prijsgroep: 10

NORME EUROPÉENNE

EUROPÄISCHE NORM

EUROPEAN STANDARD

EN 1744-5

Octobre 2006

ICS 91.100.15

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

La présente Norme européenne a été adoptée par le CEN le 28 août 2006.

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. Les listes mises à jour et les références bibliographiques relatives à ces normes nationales peuvent être obtenues auprès du Centre de Gestion ou auprès des membres du CEN.

La présente Norme européenne existe 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, Lettonie, Lituanie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République Tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Slovaquie, Slovénie, Suède et Suisse.

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

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

© 2006 CEN Tous droits d'exploitation sous quelque forme et de quelque manière que ce soit réservés dans le monde entier aux membres nationaux du CEN.

Réf. n° EN 1744-5:2006 F

Sommaire

Page

Avant-propos 3
1 Domaine d'application 4
2 Références normatives 4
3 Termes et définitions 4
4 Réactifs 5
4.1 Exigences générales pour les masses volumiques 5
4.2 Réactifs pour la détermination des sels chlorures hydrosolubles (méthode Volhard) 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 (EN 1744-5:2006) a été élaboré par le Comité Technique CEN/TC 154 “Granulats”, dont le secrétariat est tenu par BSI.

Cette Norme européenne devra recevoir le statut de norme nationale, soit par publication d'un texte identique, soit par entérinement, au plus tard en Avril 2007, et toutes les normes nationales en contradiction devront être retirées au plus tard en Avril 2007.

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. Le CEN et/ou le CENELEC ne saurait [sauraient] être tenu[s] pour responsable[s] de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence

La présente Norme européenne fait partie d’une série d’essais concernant les propriétés chimiques des granulats. Des méthodes d’essai se rapportant aux autres propriétés des granulats sont traitées dans les séries des normes européennes suivantes :

— EN 932, *Essais pour déterminer les propriétés générales des granulats*

— EN 933, *Essais pour déterminer les caractéristiques géométriques des granulats*

— EN 1097, *Essais pour déterminer les caractéristiques mécaniques et physiques des granulats*

— EN 1367, *Essais pour déterminer les propriétés thermiques et l’altérabilité des granulats*

— EN 13179, *Essais sur les fillers utilisés dans les mélanges bitumineux*

Les autres parties de l’EN 1744 sont ou seront les suivantes :

— *Partie 1 : Analyse chimique*

— *Partie 2 : Détermination de la résistance à l’alcali-réaction*

— *Partie 3 : Préparation d’éluats par lixiviation des granulats*

— *Partie 4 : Sensibilité à l’eau des fillers pour mélanges bitumineux*

— *Partie 6: Détermination de l’influence d’un extrait de granulat recyclé sur le temps de prise initial du ciment*

Selon le Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, les instituts de normalisation nationaux des pays suivants sont tenus de mettre cette Norme européenne en application : Allemagne, Autriche, Belgique, Chypre, Danemark, Espagne, Estonie, Finlande, France, Grèce, Hongrie, Irlande, Islande, Italie, Lettonie, Lituanie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Pologne, Portugal, République tchèque, Roumanie, Royaume-Uni, Slovaquie, Slovénie, Suède et Suisse.

1 Domaine d'application

La présente Norme européenne spécifie un mode opératoire qui permet de doser les 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 chloro-aluminates de calcium ainsi que certains granulats situés dans les régions désertiques où les chlorures sont inclus dans les particules des granulats.

2 Références normatives

Les documents référencés suivants sont indispensables pour l'application 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).

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

ISO 384, *Verrerie de laboratoire – Principes de conception et de construction de la verrerie volumétrique*.

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

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 ± 3) °C :

acide chlorhydrique	: 1,18 à 1,19 ;
acide nitrique	: 1,40 à 1,42 ;
acide sulfurique	: 1,84 ;
ammoniaque	: 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 ± 5) °C ; laisser refroidir dans un dessiccateur, puis peser (16,987 ± 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 :

$$C_T = 2{,}5/V_0$$

où

V_0 est le volume de thiocyanate ajouté (en millilitres).

Titrer 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), $NH_4Fe(SO_4)_2.12H_2O$, 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.

Toute la verrerie volumétrique doit être conforme à la classe B de l'ISO 384. La verrerie de classe A doit être utilisée pour des expertises et des essais de référence.

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 : 1 ml, 5 ml, 25 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 Burette, 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 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

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

9 Mode opératoire

Peser l'éprouvette à 0,1 mg près et noter la masse « m », 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 5ml 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.

Ajouter 5ml 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.

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 éprouvette.

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, voir 4.2.2).

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

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.*

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