

## **20. CHLORURE DE CALCIUM**

**20.02. TENEUR EN  $\text{CaCl}_2$  ANHYDRE.**

**20.03. TENEUR EN MATIERE SECHE DE L'ADJUVANT.**

## **20.02. TENEUR EN CaCl<sub>2</sub> ANHYDRE.**

Référence de base: Norme NBN T 61-203, "Essais des adjuvants pour mortiers et bétons - Détermination conventionnelle de l'insoluble dans l'eau".

Norme NBN T 61-201, "Essais des adjuvants pour mortiers et bétons - Détermination de la teneur en halogénures".

### **1. MATIERES INSOLUBLES DANS L'EAU**

#### **1.1. BUT DE L'ESSAI.**

Détermination de la teneur en impuretés du type «insolubles dans l'eau».

#### **1.2. PRINCIPE DE LA METHODE.**

Déterminer la fraction insoluble recueillie par filtration de la solution obtenue par solubilisation dans l'eau d'une quantité connue de l'échantillon à analyser.

#### **1.3. APPAREILLAGE ET PRODUITS.**

- balance analytique permettant de peser à 0,0001 g près;
- creuset filtrant avec plaque en verre fritté de porosité moyenne (type G.3.);
- installation de filtration sous vide;
- agitateur magnétique;
- étuve réglée à  $(110 \pm 5)$  °C;
- bécher de 600 ml;
- pissette de 500 ml;
- solution de nitrate d'argent (Ag NO<sub>3</sub>) :

Dissoudre 2 g de nitrate d'argent dans 100 ml d'eau distillée ou déminéralisée. Ajouter 10 ml d'acide nitrique p.a. 14 N et compléter à 1000 ml avec de l'eau distillée ou déminéralisée. Homogénéiser et conserver en flacon teinté;

- eau distillée ou déminéralisée.

#### **1.4. MODE OPERATOIRE.**

Prélever environ 50 g de l'échantillon à analyser, pesés au 0,0001 g près (masse M<sub>1</sub>) et les introduire dans un vase de Berlin de 600 ml. Ajouter 250 ml d'eau distillée ou déminéralisée et agiter à l'aide de l'agitateur magnétique pour favoriser la mise en solution.

Filtrer sur le creuset filtrant, propre et sec, taré préalablement après séchage à  $(110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C})$  au 0,0001 g près (masse M<sub>2</sub>).

Laver à l'eau distillée ou déminéralisée jusqu'à disparition de la réaction des chlorures avec la solution de nitrate d'argent.

Sécher le creuset filtrant contenant l'insoluble à l'étuve à 105°C - 110°C jusqu'à masse constante au 0,0001 g près (masse M<sub>3</sub>).

### 1.5. CALCUL.

L'insoluble dans l'eau, exprimé en pour cent avec une décimale, est donné par la formule:

$$\frac{M_3 - M_2}{M_1} \cdot 100$$

où:

$M_1$  = masse de la prise d'essai (g);

$M_2$  = tare du creuset filtrant (g);

$M_3$  = masse du creuset filtrant contenant l'insoluble (g).

### 1.6. EXPRESSION DU RESULTAT.

Le résultat final est la moyenne de deux essais ne différant pas entre eux de plus de 1% en valeur absolue. Si tel n'est pas le cas, il y a lieu de recommencer deux déterminations.

## 2. TENEUR EN HALOGENURES

### 2.1. BUT DE L'ESSAI.

Détermination de la teneur en impuretés du type "halogénures".

### 2.2. Principe de la méthode.

La détermination de la teneur en halogénures est effectuée par titrage au moyen d'une solution étalonnée de nitrate mercurique en présence d'un indicateur coloré, la diphenyl-carbazone. Il faut toutefois noter qu'une faible quantité de chlorure provenant du chlorure de sodium également présent est dosée avec le chlorure de calcium.

Les matières organiques et les composés ferriques éventuellement présents ont été éliminés lors de la filtration du § 1.4. ci-dessus.

Les ions  $S^{2-}$  et  $SO_3^{2-}$  sont oxydés par l'ajout d'acide nitrique 2 N au 2.4.3.

### 2.3. APPAREILLAGE ET PRODUITS.

- burettes de titration;
- béchers de 600 ml;
- pipettes et ballons jaugés;
- four pouvant atteindre 600°C;
- dessiccateur;
- solution d'acide nitrique ( $HNO_3$ ), environ 2 N:

Prélever 128 ml d'acide nitrique p.a. 14 N et porter à 1000 ml avec de l'eau distillée ou déminéralisée;

- solution de chlorure de sodium ( $NaCl$ ) - 0,1 N :

Peser exactement 5,845 g de chlorure de sodium préalablement séché pendant 1 h à 500°C, puis refroidi au dessiccateur. Dissoudre dans de l'eau distillée ou déminéralisée, diluer à 1000 ml en ballon jaugé puis homogénéiser;

- solution de bleu de bromophénol à 0,1 g/l dans l'alcool éthylique à 95°;
- solution de diphényl-carbazone à 5,0 g/l dans l'éthanol à 95°;
- solution de nitrate mercurique  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$  - 0,1 N:

Peser exactement 10,85 g d'oxyde mercurique (HgO) p.a. et les dissoudre dans 10 ml d'acide nitrique p.a. 14 N. Diluer à 1000 ml en ballon jaugé avec de l'eau distillée ou déminéralisée et homogénéiser.

- eau distillée ou déminéralisée.

## 2.4. MODE OPERATOIRE.

### 2.4.1. ETALONNAGE DE LA SOLUTION DE NITRATE MERCURIQUE

Prélever exactement 40 ml de chlorure de sodium 0,1 N et les introduire dans un bécher de 600 ml. Ajouter 160 ml d'eau distillée ou déminéralisée et 3 gouttes de solution de bleu de bromophénol. Acidifier par l'acide nitrique environ 2 N, ajouté goutte à goutte, jusqu'à virage de l'indicateur du bleu au jaune, puis encore 3 gouttes en excès pour atteindre un pH égal à 3. Ajouter ensuite 1 ml de la solution de diphényl-carbazone et titrer avec la solution de nitrate mercurique jusqu'à coloration violette (volume  $V_1$ , ml) que l'on compare à celle obtenue pour un essai à blanc réalisé selon le même mode opératoire, sans chlorure de sodium, avec 200 ml d'eau distillée ou déminéralisée (volume  $V_2$ , ml).

Calcul:

Le volume de nitrate mercurique réellement utilisé pour la titration:

$$V = V_1 - V_2 \text{ (ml)}$$

Le titre de la solution de nitrate mercurique, calculé en g de  $\text{Cl}^-$  par ml:

$$T = \frac{40}{V} \cdot 0,003546 \text{ (g / ml)}$$

### 2.4.2. PREPARATION DE L'ÉCHANTILLON

Le filtrat obtenu lors de la détermination des matières insolubles selon le § 1.4. ci-dessus est dilué à 1000 ml en ballon jaugé avec de l'eau distillée ou déminéralisée et homogénéisé.

On prélève alors une partie aliquote de 50 ml qui est portée de la même façon à 250 ml en ballon jaugé.

### 2.4.3. REALISATION DE L'ESSAI.

Du ballon de 250 ml, prélever exactement 50 ml et les introduire dans un bécher de 600 ml. Poursuivre les opérations telles qu'elles sont décrites au § 2.4.1. «Etalonnage de la solution de nitrate mercurique».

On obtient les valeurs  $n_1$ , volume du nitrate mercurique de titre T utilisé pour la titration des 50 ml de prise d'essai (ml) et  $n_2$ , volume du nitrate mercurique de titre T utilisé pour l'essai à blanc (ml).

## 2.5. Calculs.

La teneur en halogénures de l'échantillon, exprimée en ions chlore ( $\text{Cl}^-$ ) en pour cent en masse avec une décimale est donnée par la formule:

$$\% \text{Cl}^- = \frac{N \cdot T \cdot 10^4}{M_1}$$

où:

N = le volume de nitrate mercurique de titre T réellement utilisé pour la titration de la prise d'essai de 50 ml,  $n_1 - n_2$  (ml);

T = le titre en ions chlore ( $\text{Cl}^-$ ) de la solution de nitrate mercurique (g/ml);

$10^4$  = facteur tenant compte des dilutions et de l'expression en %;

$M_1$  = la masse de la prise d'essai selon § 1.4. (g).

## 2.6. EXPRESSION DU RESULTAT.

Conventionnellement, on exprime le résultat final en chlorure de calcium ( $\text{CaCl}_2$ ), en pour cent avec une décimale, selon la formule :

$$\% \text{CaCl}_2 = \% \text{Cl}^- \cdot 1,565$$

où:

$\% \text{Cl}^-$  = la moyenne de deux résultats concordants. Les résultats sont considérés comme concordants si les volumes de nitrate mercurique utilisés pour la titration de deux prises d'essais provenant de deux mises en solution individuelles, ne diffèrent pas entre eux de plus de 0,2 ml. Dans le cas contraire, recommencer deux déterminations sur deux nouvelles mises en solution selon le § 2.5.

## 3. RAPPORT D'ESSAIS

Le rapport d'essais mentionne :

- la teneur en chlorures (ions chlore);
- la teneur conventionnelle en chlorure de calcium
- la teneur en matières insolubles dans l'eau selon § 1.6.

Les valeurs individuelles et les moyennes sont reprises.

## 20.03. TENEUR EN MATIERES SECHES DE L'ADJUVANT

(Référence de base : Norme NBN EN 480-8, «Adjuvants pour bétons, mortiers et coulis – Méthode d'essai – Partie 8 : Détermination de la teneur en matière sèche conventionnelle»).

### 1. BUT DE L'ESSAI

Détermination de la teneur en matière sèche conventionnelle d'un adjuvant à base de  $\text{CaCl}_2$ .

### 2. PRINCIPE DE LA METHODE

Dans le cas d'un adjuvant liquide, la détermination de l'extrait sec doit être utilisée pour caractériser la teneur en matière sèche.

Dans le cas d'un adjuvant en poudre, la détermination doit être utilisée pour calculer la masse réelle de la poudre déshydratée.

Les essais doivent être menés par comparaison avec les mêmes caractéristiques mesurées sur l'échantillon de référence.

La méthode n'est pas appropriée pour déterminer la teneur absolue en solide.

### 3. APPAREILLAGE

- Bac d'évaporation (en porcelaine, de 75 mm de diamètre et de 45 mm de hauteur).
- Plaque chauffante réglable à  $(60 \pm 5)$  °C.
- Dessiccateur.
- Etuve réglable à  $(250 \pm 5)$  °C.
- Balance de laboratoire précise à 0,5 mg.
- Agitateurs, récipients en verre, spatules en acier inoxydable, etc.

### 4. Mode opératoire

Le bac d'évaporation doit être chauffé pendant 1 heure dans une étuve à  $(105 \pm 3)$ °C. Après refroidissement pendant 15 min dans un dessiccateur, le bac d'évaporation doit être pesé. Cette procédure est alors répétée pour vérifier la constance de la masse du bac d'évaporation.

Environ 2 g d'adjuvant liquide ou environ 1 g d'adjuvant en poudre doivent être pesés dans le bac d'évaporation avec une précision de 0,001 g. Soit (E) cette masse. Un adjuvant liquide doit être préalablement traité dans le bac d'évaporation sur une plaque chauffante portée à environ 60 °C jusqu'à ce qu'il semble sec. Un adjuvant en poudre ne requiert pas de prétraitement sur une plaque chauffante.

L'échantillon doit alors être placé dans l'étuve préchauffée à  $(250 \pm 5)$  °C. Le maintenir dans l'étuve pendant 24 heures à une température de  $(250 \pm 5)$  °C, et laisser refroidir immédiatement dans un dessiccateur pendant 15 minutes.

Pour déterminer la teneur en matière sèche (TMS) d'un adjuvant liquide, le résidu sec (R) est pesé avec une précision de 0,001 g puis la teneur en matière sèche est calculée en appliquant:

$$TMS (\%) = \frac{R \cdot 100}{E}$$

Pour calculer la teneur en matière sèche d'un adjuvant en poudre, peser la poudre déshydratée avec une précision de 0,001 g (G) puis la teneur en matière sèche est calculée en appliquant:

$$TMS (\%) = \frac{G \cdot 100}{E}$$

La détermination doit être effectuée à deux reprises. Le résultat est la moyenne des deux déterminations.

## 5. EXPRESSION DES RESULTATS

Les résultats doivent être exprimés comme:

$$TMS (\%) = \frac{m}{M} \cdot 100$$

où:

M = la masse en grammes de l'adjuvant liquide ou de l'adjuvant en poudre fourni (M = E)  
m = la masse en grammes de l'extrait sec (m = R ou G selon que l'adjuvant est liquide ou en poudre au départ).

Note 1 : pour que les résultats obtenus soient reproductibles, il est indispensable que la masse du résidu sec ou de la poudre sèche soit suffisamment grande par rapport à la masse des récipients d'évaporation et à la masse de l'échantillon.

Note 2 : si l'adjuvant liquide ne peut pas être déshydraté selon la méthode décrite, le fabricant doit suggérer une méthode de remplacement.

Connaissant la teneur en matières sèches conventionnelle, on peut déterminer la teneur en chlore conventionnelle apportée par l'adjuvant comme suit :

$$TMS (g/l) = \rho_{adj.}(g/l) \cdot TMS(\%)$$

où:

$\rho_{adj.}$  = masse volumique de l'adjuvant (g/l)

La masse volumique  $\rho_{adj.}$  est déterminée selon les directives de la norme ISO 758.

Teneur en  $Cl^-$  conventionnelle en g/l de l'adjuvant  $T_{Cl^-}$  :

$$T_{Cl^-} = TMS (g/l) \cdot \frac{70,9 (g Cl^-)}{110,92 (g CaCl_2)}$$