

APPAREILS DE TRAITEMENT D'EAU**Document Technique 406-01**

Sels de régénération :

Spécifications complémentaires aux normes

Document technique 406-1 rev 01
01/01/2024

Établissement public au service de l'innovation dans le bâtiment, le CSTB, Centre Scientifique et Technique du Bâtiment, exerce quatre activités clés : la recherche, l'expertise, l'évaluation, et la diffusion des connaissances, organisées pour répondre aux enjeux de la transition écologique et énergétique dans le monde de la construction. Son champ de compétences couvre les produits de construction, les bâtiments et leur intégration dans les quartiers et les villes. Avec plus de 900 collaborateurs, ses filiales et ses réseaux de partenaires nationaux, européens et internationaux, le groupe CSTB est au service de l'ensemble des parties prenantes de la construction pour faire progresser la qualité et la sécurité des bâtiments.

Toute reproduction ou représentation intégrale ou partielle, par quelque procédé que ce soit, des pages publiées dans le présent document technique, faite sans l'autorisation du CSTB, est illicite et constitue une contrefaçon. Seules sont autorisées, d'une part, les reproductions strictement réservées à l'usage du copiste et non destinées à une utilisation collective et, d'autre part, les analyses et courtes citations justifiées par le caractère scientifique ou d'information de l'œuvre dans laquelle elles sont incorporées (article L. 122-5 du Code de la propriété intellectuelle). Le présent document a été rédigé sur l'initiative et sous la direction du CSTB qui a recueilli le point de vue de l'ensemble des parties intéressées.

© CSTB

HISTORIQUE DES MODIFICATIONS

N° de révision	Date	Modifications
00	02/10/2017	Actualisation de la présentation et de la référence du document
01	01/01/2024	Ajout du §2.1 Modification du §2.2 et 2.3 Ajout du §2.4

Table des matières

1.	Critères de pureté	5
2.	Méthodes d'essai.....	6
2.1.	Echantillonnage	6
2.2.	Détermination de la teneur en chlorure de sodium	6
2.3.	Détermination de la teneur en humidité	8
2.4.	Détermination de la teneur en impuretés	10
a)	Insolubles	10
b)	Sulfates	10
c)	Calcium et magnésium	10
d)	Métaux (arsenic, cadmium, chrome, nickel, plomb, antimoine, selenium, cuivre).....	10
2.5.	Granulométrie.....	11

Ce document modifie et complète les articles 4 « Critères de pureté » et 5 « Méthodes d'essai » de la norme NF EN 973 : Produits chimiques utilisés pour le traitement de l'eau destinée à la consommation humaine - Chlorure de sodium pour la régénération des résines échangeuses d'ions.

1. Critères de pureté

L'article 4.1 de la norme NF EN 973, « Composition du produit commercial », est remplacé par le suivant :

« La teneur en chlorure de sodium dans le produit sec ne doit pas être inférieure à 99,5% (m/m) de NaCl sec.

Note : Un agent antimottant, hexacyanoferrate de sodium ou potassium¹ est autorisé à un taux maximum de 20 mg/kg dans le produit fini, exprimé en ions hexacyanoferrate de potassium anhydre [K₄FeCN₆] et pour la détermination voir point B.3. ».

L'article 4.2 de la norme NF EN 973, « Impuretés principales et associées », est remplacé par le suivant :

« Le produit doit respecter les prescriptions des tableaux 1 et 2. »

Tableau 1 : Impuretés

Impuretés	Teneur maximale exprimée en % en masse (m/m)
Matières insolubles dans l'eau	0,05
SO ₄ ²⁻	0,15
Ca ²⁺ + Mg ²⁺	0,06

Tableau 2 : Teneur en humidité

Impureté	Limite % (m/m) de la teneur en NaCl		
		Sel sec	Sel humide
Teneur en humidité			
	max	0,6	5

L'article 4.3 de la norme NF EN 973, « Paramètres chimiques », est remplacé par le suivant :

« Le produit doit respecter les prescriptions du tableau 3. »

Tableau 3 : Paramètres chimiques

Paramètres	Limite maximale en mg/kg du produit
Arsenic (As)	0,5
Cadmium (Cd)	0,5
Chrome (Cr)	13
Mercure (Hg)	0,1
Nickel (Ni)	13
Plomb (Pb)	2
Antimoine (Sb)	2,6
Sélénium (Se)	2,6
Cuivre (Cu)	2

¹ Numéro E 535 ou E 536 (voir référence bibliographique [2] de la norme NF EN 973)

2. Méthodes d'essai

2.1. Echantillonnage

Dans l'article 5.1 de la norme NF EN 973, « Échantillonnage », la procédure retenue pour préparer le(s) échantillon(s) pour le laboratoire est celle décrite dans le paragraphe 5.6.7 de l'ISO 8213, « Prélèvement par la méthode des quartiers ».

2.2. Détermination de la teneur en chlorure de sodium

L'article 5.2.1 de la norme NF EN 973, « Produit principal », est remplacé par la méthode suivante. Comme il est difficilement possible d'analyser avec précision les ions majoritaires présents dans un échantillon, comme le Na^+ ou le Cl^- , la pureté en Na Cl est obtenue en mesurant la présence d'ions minoritaires (qu'on définira comme impuretés), pour ensuite les associer en groupement hypothétique et enfin les déduire d'une pureté théorique en Na Cl de 100%. La présence d'insolubles et d'humidité de l'échantillon sont déduits de cette pureté (en ramenant le résultat sur base sèche).

Outre l'humidité (H) et les insolubles (I), les concentrations en Calcium (C), Magnésium (M), Potassium (K), Sulfates (S) seront mesurées en accord avec les méthodes définies au §2.2 du référentiel de certification NF 406 complétées par le présent document. Le producteur certifié NF est responsable de communiquer la présence d'une quelconque autre impureté présente (>100 ppm) de manière quantitative dans le sel, s'il en a connaissance, et d'en tenir compte dans le calcul de pureté décrit ci-dessous :

L'humidité (H) sera exprimée en pourcentage et le reste des éléments mesurés le seront en ppm.

Les groupements hypothétiques qui vont déterminer le contenu en NaCl dépendent de la proportion mesurée de Sulfates (S) en rapport avec celle de Calcium (C) et de Magnésium (M). Il s'en découle les 3 cas de figure suivants : Hypothèse 1 $S < 2,3969 C$

- 1.a. Convertir d'abord le Sulfate (S) en Sulfate de Calcium (CaSO_4)
- 1.b. Convertir le Calcium non combiné, Calcium (C), en Chlorure de Calcium (CaCl_2)
- 1.c. Convertir le Magnésium (M) en Chlorure de Magnésium (MgCl_2)
- 1.d. Convertir le Potassium (K) en Chlorure de Potassium (KCl)

Hypothèse 2 $2,3969 C < S < 2,3969 C + 3,9524 M$

- 2.a. Convertir d'abord le Calcium (C) en Sulfate de Calcium (CaSO_4)
- 2.b. Convertir le Sulfate non combiné, Sulfate (S), en Sulfate de Magnésium (MgSO_4)
- 2.c. Convertir le Magnésium non combiné, Magnésium (M), en Chlorure de Magnésium (MgCl_2)
- 2.d. Convertir le Potassium (K) en Chlorure de Potassium (KCl)

Hypothèse 3 $S > 2,3969 C + 3,9524 M$

- 3.a. Convertir d'abord le Calcium (C) en Sulfate de Calcium (CaSO_4)
- 3.b. Convertir le Magnésium (M) en sulfate de Magnésium (MgSO_4)
- 3.c. Convertir le Sulfate non combiné, Sulfate(S), en Sulfate de Sodium (Na_2SO_4)
- 3.d. Convertir le Potassium (K) en Chlorure de Potassium (KCl)

NOTE : La valeur de 2,3969 est le rapport des masses molaires du SO_4 sur le Ca et la valeur de 3,9524 est le rapport des masses molaires du SO_4 sur le Mg.

Une fois identifié le cas de figure adéquat, la somme de toutes ces groupements reconstitués et des insolubles (I) donne la totalité des impuretés (Impuretés ppm) au regard du calcul de contenu en NaCl. La somme des impuretés est divisée par 10.000 pour obtenir son contenu en pourcentage (Impuretés pourcentage) et déduite de 100% afin d'obtenir la pureté en NaCl en base humide.

La pureté en NaCl (base sèche) s'obtient en appliquant le suivant calcul :

$$NaCl (base sèche) = 100 \times \frac{NaCl (base humide)}{(100 - H)}$$

Développement de la modalité de calcul

Les masses molaires atomiques considérées sont les suivantes :

Atome	Masse molaire en g	Atome	Masse molaire en g
O	15,999	Cl	35,453
Na	22,990	K (K)	39,098
Mg (M)	24,305	Ca (C)	40,078
S (S)	32,065	Br	79,904

Les masses molaires moléculaires considérées sont les suivantes

Molécule	Masse molaire en g	Atome	Masse molaire en g
SO ₄	96,063	KCl	74,551
CaSO ₄	136,141	NaBr	102,894
MgSO ₄	120,368	CaCl ₂	110,984
Na ₂ SO ₄	142,042	MgCl ₂	95,211

CALCUL DES IMPURETES PRESENTES DANS L'ÉCHANTILLON DE SEL

Cas de figure 1 $S < 2,3969 C$

Référence	Impureté	Calcul en ppm
1.a.	CaSO ₄	$(S/96,063) * 136,141$
1.b.	CaCl ₂	$((C - (S/2,3969))/40,078) * 110,984$
1.c.	MgCl ₂	$(M/24,305) * 95,211$
1.d.	KCl	$(K/39,098) * 74,551$

Cas de figure 2 $2,3969 C < S < 2,3969 C + 3,9524 M$

Référence	Impureté	Calcul en ppm
2.a.	CaSO ₄	$(C/40,078) * 136,141$
2.b.	MgSO ₄	$((S - 2,3069 * C)/96,063) * 120,368$
2.c.	MgCl ₂	$95,211 * ((M/24,305) - (S/96,063) + (C/40,078))$
2.d.	KCl	$(K/39,098) * 74,551$

Cas de figure 3 $S > 2,3969 C + 3,9524 M$

Référence	Impureté	Calcul en ppm
3.a.	CaSO ₄	$(C/40,078) * 136,141$
3.b.	MgSO ₄	$(M/24,305) * 120,368$
3.c.	Na ₂ SO ₄	$((S - (2,3969 * C + 3,9524 * M))/96,063) * 142,042$
3.d.	KCl	$(K/39,098) * 74,551$

En rouge les paramètres mesurés analytiquement.

NOTE : La valeur de 2,3969 est le rapport des masses molaires du SO₄ sur le Ca, et la valeur de 3,9524 est le rapport des masses molaires du SO₄ sur le Mg.

2.3. Détermination de la teneur en humidité

Pour la détermination de la teneur en humidité, la norme NF EN 973 et la norme ISO 2483 : 1973 s'appliquent. La norme NF EN 973 est modifiée de la manière suivante :

Paragraphe 5.2.2.2, « Teneur en humidité » :

« La perte de masse à 110°C doit être déterminée de la manière suivante :

- ☞ Prélever, au hasard, une masse de sel comprise entre 10 grammes et 30 grammes notée m_0 ,
- ☞ Concasser la masse de sel dans le cas où il est sous forme de pastille,
- ☞ Effectuer la mesure de la perte de masse décrite dans la norme ISO 2483. »

Par ailleurs la norme ISO 2483 :1973 « Chlorure de sodium à usage industriel- Détermination de la perte de la masse à 110 °C » est modifiée de la manière suivante :

Paragraphe 1, « Objet et domaine d'application » : La présente méthode spécifie la méthode de détermination de la masse de 110°C (humidité conventionnelle) du chlorure de sodium à usage industriel.

Paragraphe 2, « Principe » : Dessiccation à l'étuve jusqu'à masse constante.

Paragraphe 3, « Appareillage » :

Matériel courant de laboratoire, et :

- Récipient à peser ou vase à peser,
- Étuve ou four réglable ou tout type d'appareil chauffant fermé permettant une température de $110 \pm 2^\circ\text{C}$,
- Dessiccateur.

Paragraphe 4, « Echantillonnage et Echantillons » :

- Prélever, au hasard, une masse de sel de 10 grammes notés m_0 .
- Concasser la masse de sel dans le cas où il est sous forme de pastille.

Paragraphe 5, « Mode opératoire » :

5.1 Prise d'essai

Dans le récipient à peser ou vase à peser (3) préalablement séché à la température de $110 \pm 2^\circ\text{C}$, refroidi en dessiccateur (3) et taré à 0,1mg près, peser 10 g d'échantillon pour essai.

5.2 Détermination

Régler la température de l'étuve à 110°C . Y placer le récipient à peser contenant la prise d'essai (5.1) et porter le tout au dessiccateur (3). Après refroidissement, fermer le récipient à peser avec un couvercle compatible et le peser à 0,1 mg près. Répéter ces opérations jusqu'à ce que deux pesées consécutives, effectués à 1 heure minimum d'intervalle, ne diffèrent pas plus de 0,2 mg.

Note 1 : Une méthode à une température de $105 \pm 2^\circ\text{C}$ avec 2 heures entre chaque pesée est également possible.

Note 2 : Une pesée comprise entre 10 grammes et 200 grammes est possible, avec un temps de pesée unique après 1h30.

Paragraphe 6, « Expression des résultats » :

6.1 Mode de calcul et formule

La perte de masse à 110°C , exprimée en pourcentage de masse, est donnée par la formule suivante, qui est l'expression du taux de matière sèche du sel :

$$(m_1 - m_2) \times \frac{100}{m_0}$$

La formule suivante est l'expression du taux d'humidité du sel :

$$100 \times \left(1 - \frac{m_1 - m_2}{m_0}\right)$$

Où

- m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai.
- m_1 est la masse, en grammes, du récipient à peser, contenant la prise d'essai et de son couvercle, après dessiccation.
- m_2 est la masse, en gramme, du récipient à peser et de son couvercle, vide et séché (tare)

Paragraphe 7, « Procès-verbal d'essais » :

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- Référence de la méthode utilisée,

- Résultats, ainsi que la forme de son expression,
- Compte rendu de tous les détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai,
- Compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente méthode d'essai.

2.4. Détermination de la teneur en impuretés

a) Insolubles

Pour la détermination des impuretés insolubles, la norme NF EN 973 et la norme ISO 2479 :2012 « Chlorure de sodium à usage industriel – Détermination des matières insolubles dans l'eau ou dans l'acide, et préparation des solutions principales pour l'exécution des dosages » s'appliquent.

La norme ISO 2479 :2012 est modifiée de la manière suivante :

Paragraphe 5.1, « Creuset ou entonnoir »: La porosité du filtre peut être inférieure à P10.

Paragraphe 7.1, « Prise d'essai »: La prise d'essai d'échantillon peut être comprise entre $10,00 \pm 0,01$ g et $100 \pm 0,01$ g.

Paragraphe 7.2, « Dosage »: Le réglage de température pour le séchage du creuset peut être compris entre $110^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ et $140^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Le lavage du filtrat peut être effectué sans utilisation de nitrate d'argent dès lors que l'on s'assure que le filtre ait été correctement rincé (absence des chlorures). Sécher le creuset et son contenu pendant une heure minimum dans l'étuve.

b) Sulfates

Pour la détermination de la teneur en sulfates, la méthode EuSalt/AS 015-2015 (ICP-OES) et la norme NF EN 973 (5.2.1) s'appliquent.

La méthode analytique EuSalt/AS 015-2015 (ICP-OES) est modifiée de la manière suivante :

Paragraphe 1, « Table 1 : Limits of Detection (LOD) »: les limites de détection sont déterminées par le laboratoire d'analyses.

Paragraphe 7.3, « Table 2 : Calibration solutions »: Les solutions étalon sont choisies dans la linéarité de la droite. Leur nombre doit être au minimum de 4 (en incluant le zéro).

c) Calcium et magnesium

Pour la détermination de la teneur en calcium et magnesium, la méthode EuSalt/AS 015-2015 (ICP-OES), la norme ISO 2482 :1973 et la norme NF EN 973 (5.2.1) s'appliquent.

La méthode analytique EuSalt/AS 015-2015 (ICP-OES) est modifiée de la manière suivante :

Paragraphe 1, « Table 1 : Limits of Detection (LOD) »: les limites de détection sont déterminées par le laboratoire d'analyses.

Paragraphe 7.3, « Table 2 : Calibration solutions »: Les solutions étalon sont choisies dans la linéarité de la droite. Leur nombre doit être au minimum de 4 (en incluant le zéro).

La norme ISO 2482 : 1973 est modifiée de la manière suivante :

Paragraphe 5, « Réactifs »: Dans le cas où les réactifs utilisés ne sont pas ceux référencés dans la norme, la méthode devra être validée au préalable par le CSTB.

Paragraphe 7.1.1 et 7.2.1, « Prise d'essai »: La prise d'essai peut être comprise entre 40g et 110g.

d) Métaux (arsenic, cadmium, chrome, nickel, plomb, antimoine, selenium, cuivre)

Pour la détermination de la teneur en métaux, la méthode EuSalt/AS 015-2015 (ICP-OES) et la norme NF EN 973 Annexe B s'appliquent.

La méthode analytique EuSalt/AS 015-2015 (ICP-OES) est modifiée de la manière suivante :

Paragraphe 1, « Table 1 : Limits of Detection (LOD) » : les limites de détection sont déterminées par le laboratoire d'analyses.

Paragraphe 7.3, « Table 2 : Calibration solutions » : Les solutions étalon sont choisies dans la linéarité de la droite. Leur nombre doit être au minimum de 4 (en incluant le zéro).

2.5. Granulométrie

Le paragraphe suivant, concernant la granulométrie, est ajouté :

« Selon le procédé de fabrication de la saumure, la granulométrie du sel est variable. Elle est définie par des limites supérieures et inférieures, avec indication des tolérances correspondantes.

Pour les sels présentés sous forme de pastilles, le produit ne doit pas contenir plus de 4% en masse d'éléments passant au tamis de 5 mm d'ouverture.

L'analyse granulométrique du chlorure de sodium sera effectuée conformément à la norme NF ISO 2591-1. »