



PROJET DE NORME INTERNATIONALE ISO/DIS 680

ISO/TC 74

Secrétariat: IBN

Début du vote
2002-07-04

Vote clos le
2002-12-04

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION • МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ • ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Méthodes d'essai des ciments — Analyses chimiques des ciments

[Révision de la première édition (ISO 680:1990)]

Methods of testing cement — Chemical analysis of cement

ICS 91.100.10

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/DIS 680](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60d330b8-569b-445f-80ab-47d628bf9875/iso-dis-680)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60d330b8-569b-445f-80ab-47d628bf9875/iso-dis-680>

ENQUÊTE PARALLÈLE ISO/CEN

Le présent projet de Norme internationale est un projet de Norme européenne élaboré dans le cadre du Comité européen de normalisation (CEN) et soumis selon le mode de collaboration sous la direction du CEN, tel que défini dans l'Accord de Vienne. Le document a été transmis à l'ISO par le CEN en vue d'être diffusé pour vote des comités membres de l'ISO en parallèle avec l'enquête au sein du CEN. Les observations recueillies au sein de l'ISO, y compris celles provenant de membres ne faisant pas partie du CEN, seront examinées par l'organe technique compétent du CEN. **En conséquence, les membres de l'ISO qui ne sont pas membres du CEN sont priés d'envoyer une copie de leurs observations sur ce DIS directement au CEN/TC 51 (IBN/BIN, Avenue de la Brabançonne/laan, 29, B-1000 Bruxelles) et de retourner leur vote et leurs observations comme de coutume au Secrétariat central de l'ISO.** En cas d'acceptation de ce projet, un texte final, établi sur la base des observations reçues, sera soumis en parallèle à un vote de deux mois sur l'ISO/FDIS et à un vote formel au sein du CEN.

CE DOCUMENT EST UN PROJET DIFFUSÉ POUR OBSERVATIONS ET APPROBATION. IL EST DONC SUSCEPTIBLE DE MODIFICATION ET NE PEUT ÊTRE CITÉ COMME NORME INTERNATIONALE AVANT SA PUBLICATION EN TANT QUE TELLE.

OUTRE LE FAIT D'ÊTRE EXAMINÉS POUR ÉTABLIR S'ILS SONT ACCEPTABLES À DES FINS INDUSTRIELLES, TECHNOLOGIQUES ET COMMERCIALES, AINSI QUE DU POINT DE VUE DES UTILISATEURS, LES PROJETS DE NORMES INTERNATIONALES DOIVENT PARFOIS ÊTRE CONSIDÉRÉS DU POINT DE VUE DE LEUR POSSIBILITÉ DE DEVENIR DES NORMES POUVANT SERVIR DE RÉFÉRENCE DANS LA RÉGLEMENTATION NATIONALE.

ICS

Version Française

Méthodes d'essais des ciments - Analyses chimiques des
ciments (ISO/DIS 680:2002)

Prüfverfahren für Zement - Chemische Analyse von
Zement (ISO/DIS 680:2002)

Methods of testing cement - Chemical analysis of cement
(ISO/DIS 680:2002)

Le présent projet de Norme européenne est soumis aux membres du CEN pour enquête parallèle. Il a été établi par le Comité Technique CEN/TC 51.

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, Danemark, Espagne, Finlande, France, Grèce, Irlande, Islande, Italie, Luxembourg, Malte, Norvège, Pays-Bas, Portugal, République Tchèque, Royaume-Uni, 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

Avant-propos.....	4
1 Domaine d'application.....	6
2 Références normatives.....	6
3 Prescriptions générales pour les essais.....	6
3.1 Nombre d'essais.....	6
3.2 Répétabilité et reproductibilité	6
3.3 Expression des masses, volumes, facteurs et résultats.....	7
3.4 Calcinations.....	7
3.5 Détermination de la masse constante	7
3.6 Contrôle de l'absence d'ions chlorure (test au nitrate d'argent).....	7
3.7 Dosages à blanc.....	7
4 Réactifs	8
5 Appareillage	19
6 Préparation de l'échantillon d'essai du ciment.....	23
7 Détermination de la perte au feu.....	23
7.1 Principe	23
7.2 Mode opératoire	23
7.3 Calcul et expression des résultats	23
7.4 Corrections pour l'oxydation des sulfures.....	24
7.5 Répétabilité et reproductibilité	24
8 Dosage du sulfate.....	24
8.1 Principe	24
8.2 Mode opératoire	24
8.3 Calcul et expression des résultats	25
8.4 Répétabilité et reproductibilité	25
9 Dosage du résidu insoluble dans l'acide chlorhydrique et le carbonate de sodium.....	25
9.1 Principe	25
9.2 Mode opératoire	25
9.3 Calcul et expression des résultats	26
9.4 Répétabilité et reproductibilité	26
10 Dosage du résidu insoluble dans l'acide chlorhydrique et l'hydroxyde de potassium.....	26
10.1 Principe	26
10.2 Mode opératoire	26
10.3 Calcul et expression des résultats	27
10.4 Répétabilité et reproductibilité	27
11 Dosage du sulfure	27
11.1 Principe	27
11.2 Mode opératoire	27
11.3 Calcul et expression des résultats	28
11.4 Répétabilité et reproductibilité	28
12 Dosage du manganèse	28
12.1 Principe	28
12.2 Mode opératoire	28
12.3 Calcul des résultats.....	29
12.4 Répétabilité et reproductibilité	29
12.5 Expression des résultats.....	29
13 Dosage des éléments majeurs.....	29
13.1 Principe	29

13.2	Décomposition par le peroxyde de sodium	30
13.3	Insolubilisation et dosage de la silice - Méthode par la double insolubilisation (méthode de référence).....	32
13.4	Insolubilisation et dosage de la silice - Méthode par l'oxyde de polyéthylène (variante).....	32
13.5	Décomposition par l'acide chlorhydrique et le chlorure d'ammonium et précipitation de la silice (variante).....	33
13.6	Dosage de la silice pure.....	34
13.7	Décomposition du résidu d'évaporation	34
13.8	Dosage de la silice soluble	35
13.9	Dosage de la silice totale.....	35
13.10	Dosage de l'oxyde de fer (III).....	36
13.11	Dosage de l'oxyde d'aluminium.....	37
13.12	Dosage de l'oxyde de calcium par l'EGTA (Méthode de référence).....	37
13.13	Dosage de l'oxyde de magnésium par le DCTA (Méthode de référence).....	38
13.14	Dosage de l'oxyde de calcium par l'EDTA (variante).....	39
13.15	Dosage de l'oxyde de magnésium par l'EDTA (variante).....	40
14	Dosage du chlorure	41
14.1	Principe	41
14.2	Mode opératoire.....	41
14.3	Calcul et expression des résultats.....	42
14.4	Répétabilité et reproductibilité.....	42
15	Dosage du dioxyde de carbone (méthode de référence).....	42
15.1	Principe	42
15.2	Appareillage.....	42
15.3	Mode opératoire.....	42
15.4	Calcul et expression des résultats.....	43
15.5	Répétabilité et reproductibilité.....	43
16	Dosage du dioxyde de carbone (variante)	43
16.1	Principe	43
16.2	Appareillage.....	44
16.3	Mode opératoire.....	44
16.4	Calcul et expression des résultats.....	44
16.5	Répétabilité et reproductibilité.....	44
17	Dosage des alcalis (méthode de référence).....	45
17.1	Principe	45
17.2	Réactifs.....	45
17.3	Préparation des solutions d'étalonnage et des courbes d'étalonnage	45
17.4	Dissolution de la prise d'essai.....	45
17.5	Mode opératoire.....	46
17.6	Calcul et expression des résultats.....	47
17.7	Répétabilité et reproductibilité.....	47
18	Dosage des alcalis (variante).....	48
18.1	Principe	48
18.2	Réactifs.....	48
18.3	Tracé des courbes d'étalonnage.....	48
18.4	Mode opératoire.....	49
18.5	Répétabilité et reproductibilité.....	49

Avant-propos

Le présent document (prEN ISO 680) a été préparé par le CEN/TC 51 "Ciment et chaux de construction", dont le secrétariat est tenu par l'IBN, en collaboration avec l'ISO/TC 74 "Ciments et chaux".

Le présent document est actuellement soumis à Enquête parallèle.

La présente Norme européenne a été préparée par le Comité Technique CEN/TC 51 "Ciment et chaux de construction", dont le secrétariat est assuré par l'IBN.

La présente norme européenne doit recevoir le statut de norme nationale, soit par publication d'un texte identique, soit par entérinement, au plus tard le xx-xx-199y, et les normes nationales en contradiction doivent être retirées au plus le xx-xx-199y.

Le présent document remplace EN 196—2:1994, EN 196—21:1989, qui seront retirées.

La présente édition introduit les modifications techniques suivantes, qui prennent en compte les observations reçues par le secrétariat.

- a) La norme EN 196 - Partie 21 a été intégrée dans la prEN ISO 680 ;
- b) l'étalonnage par rapport à des matériaux de référence acceptés internationalement est autorisé ;
- c) le nombre d'essais à effectuer, lorsque l'analyse fait partie d'une série soumise à un contrôle statistique, a été réduit à un ;
- d) une prescription concernant des solutions à blanc a été ajoutée ;
- e) des limites de tolérance ont été fixées pour les masses, les volumes et les températures, chaque fois que ces limites ont une importance ;
- f) la précision requise pour la balance dépend de celle de l'équipement traditionnellement utilisé ;
- g) une spécification concernant une étuve de laboratoire a été ajoutée ;
- h) la procédure d'étalonnage pour la solution étalon de silice a été simplifiée.
- i) des indicateurs supplémentaires ont été inclus pour la détermination visuelle des titrages à l'EDTA ;
- j) une température de calcination de (950 ± 25) °C a été fixée pour la détermination de la perte au feu et pour la calcination du sulfate de baryum et des résidus insolubles ;
- k) le dosage du sulfate, avant et après calcination, pour la détermination de la perte au feu devient la méthode de référence lorsqu'on effectue une correction pour le sulfure ;
- l) le dosage de la silice par la méthode de la double insolubilisation devient la méthode de référence ;
- m) pour le dosage du dioxyde de carbone par décomposition à l'acide sulfurique, un barboteur à gaz supplémentaire, vide, a été ajouté comme précaution de sécurité contre le reflux de l'acide sulfurique en cas de perte de pression ;

n) pour le dosage des alcalis, l'influence de l'acide phosphorique sur l'émission de potassium provenant des solutions d'étalonnage est supprimée par l'addition de calcium dans les solutions d'étalonnage. La procédure est modifiée en conséquence.

Des méthodes analytiques utilisant la fluorescence X (XRF) ont été étudiées au cours de cette révision, mais aucune méthode normalisée, publiée, n'a été jugée suffisamment complète pour être incluse ici. Une nouvelle tâche a été définie par le CEN/TC 51 pour préparer une méthode basée sur l'analyse XRF.

Les méthodes XRF et d'autres méthodes instrumentales, ex. : l'analyse thermique différentielle pour le dosage du dioxyde de carbone et la spectroscopie d'absorption atomique, peuvent être utilisées comme méthodes de substitution, à condition qu'elles soient étalonnées par rapport à des méthodes de référence, ou par rapport à des matériaux de référence acceptés internationalement.

Selon le Règlement Intérieur du CEN/CENELEC, les pays suivants sont tenus de mettre cette norme européenne en application : Allemagne, Autriche, Belgique, Danemark, Espagne, Finlande, France, Grèce, Irlande, Islande, Italie, Luxembourg, Norvège, Pays-Bas, Portugal, République Tchèque, Royaume-Uni, Suède et Suisse.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO/DIS 680](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60d330b8-569b-445f-80ab-47d628bf9875/iso-dis-680)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60d330b8-569b-445f-80ab-47d628bf9875/iso-dis-680>

1 Domaine d'application

La présente Norme européenne décrit les méthodes d'analyse chimique des ciments.

La présente norme décrit les méthodes de référence et, dans certains cas, une variante qui peut être considérée comme une méthode équivalente. En cas de litige, seules les méthodes de référence doivent être utilisées.

D'autres méthodes encore peuvent être utilisées, à condition qu'elles soient étalonnées, soit par rapport à des méthodes de référence, soit par rapport à des matériaux de référence acceptés internationalement, pour démontrer leur équivalence.

La présente norme décrit les méthodes qui s'appliquent principalement aux ciments, mais qui peuvent être aussi appliquées à leurs matériaux constitutifs. Elles peuvent être également appliquées à d'autres matériaux, pour lesquels les normes prescrivent ces méthodes.

Les spécifications normalisées indiquent les méthodes qui doivent être utilisées.

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.

EN 196-7, *Méthodes d'essais des ciments - Partie 7 : Méthodes de prélèvement et d'échantillonnage du ciment.*

ISO 385-1:1984, *Verrerie de laboratoire - Burettes - Partie 1 : Spécifications générales.*
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60d330b8-569b-445f-80ab-474628b49875/iso-385-1-1984>

ISO 835-1:1981, *Verrerie de laboratoire - Pipettes graduées - Partie 1 : Spécifications générales.*

ISO 3534-1 : 1993, *Statistiques - Vocabulaire et symboles - Partie 1 : Probabilité et termes statistiques généraux.*

3 Prescriptions générales pour les essais

3.1 Nombre d'essais

L'analyse d'un ciment peut nécessiter la détermination d'un certain nombre de ses propriétés chimiques. Pour déterminer chacune de ces propriétés, on doit réaliser un ou plusieurs essais, au cours desquels on doit effectuer le nombre de mesurages qui est spécifié dans l'article applicable de la présente norme.

Lorsque l'analyse fait partie d'une série soumise à un contrôle statistique, la détermination de chaque propriété chimique par un seul essai doit constituer le minimum requis.

Lorsque l'analyse ne fait pas partie d'une série soumise à un contrôle statistique, le nombre d'essais pour la détermination de chaque propriété chimique doit être de deux (voir aussi 3.3).

En cas de litige, le nombre d'essais pour la détermination de chaque propriété chimique doit être de deux (voir aussi 3.3).

3.2 Répétabilité et reproductibilité

Répétabilité - Précision dans les conditions de répétabilité où les résultats d'essais indépendants sont obtenus par la même méthode, sur des éprouvettes (matériaux) identiques, dans le même laboratoire, par le même opérateur, en utilisant le même équipement, à de courts intervalles de temps.

Reproductibilité - Précision dans les conditions de reproductibilité où les résultats d'essais sont obtenus par la même méthode, sur des éprouvettes (matériaux) identiques, dans des laboratoires différents, par des opérateurs différents, en utilisant des équipements différents.

Dans la présente Norme européenne, la répétabilité et la reproductibilité sont exprimées en termes d'écart(s)-type(s) de répétabilité et d'écart(s)-type(s) de reproductibilité en, par exemple, pourcentage absolu, grammes, etc., selon la propriété testée.

NOTE Les définitions sont extraites de l'ISO 3534:1993.

3.3 Expression des masses, volumes, facteurs et résultats

Exprimer les masses en grammes, à 0,0001 g près, et les volumes à la burette en millilitres, à 0,05 ml près.

Exprimer les facteurs des solutions, obtenus par la moyenne de trois mesurages, avec trois décimales.

Lorsqu'un seul résultat d'essai a été obtenu, exprimer les résultats en pourcentage, généralement avec deux décimales.

Lorsque deux résultats d'essai ont été obtenus, exprimer les résultats comme la moyenne de ces résultats, en pourcentage, généralement avec deux décimales.

Si l'écart entre les deux résultats est égal à plus de deux fois l'écart-type de répétabilité, refaire l'essai et prendre la moyenne des deux résultats d'essai les plus proches.

Les résultats de tous les essais individuels doivent être consignés.

3.4 Calcinations

On effectue les calcinations de la manière décrite ci-dessous.

ISO/DIS 680
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60d330b8-569b-445f-80ab-47d628b49875/iso-dis-680>

Placer le papier filtre et son contenu dans un creuset préalablement calciné et taré. Sécher, puis incinérer lentement en atmosphère oxydante, sans enflammer, tout en assurant la combustion complète. Calciner le creuset et son contenu à la température prescrite, puis laisser refroidir à la température du laboratoire dans un dessiccateur. Peser le creuset et son contenu.

3.5 Détermination de la masse constante

Déterminer la masse constante en procédant à des calcinations successives de 15 min, suivies chaque fois d'un refroidissement et puis d'une pesée. La masse constante est atteinte lorsque la différence entre deux pesées successives est inférieure à 0,0005 g.

3.6 Contrôle de l'absence d'ions chlorure (test au nitrate d'argent)

Après généralement cinq ou six lavages d'un précipité, rincer la base de la tige de l'entonnoir avec quelques gouttes d'eau. Laver le papier filtre et son contenu avec plusieurs millilitres d'eau et recueillir le filtrat dans un tube à essais. Ajouter quelques gouttes de la solution de nitrate d'argent (4.43). Contrôler l'absence de turbidité ou de précipité dans la solution. Dans le cas contraire, continuer le lavage en contrôlant périodiquement, jusqu'à ce que le test au nitrate d'argent soit négatif.

3.7 Dosages à blanc

Effectuer un dosage à blanc, sans échantillon, lorsque cela est nécessaire, en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de réactifs. Corriger en conséquence les résultats obtenus pour les dosages analytiques.

4 Réactifs

4.0 Prescriptions générales

Utiliser seulement des réactifs de qualité analytique. Le terme 'eau' désigne de l'eau distillée ou de l'eau d'une pureté équivalente avec une conductivité électrique de 2 $\mu\text{S}/\text{cm}$ environ.

Sauf indication contraire, 'pourcentage' signifie pourcentage en masse.

Sauf indication contraire, les réactifs liquides concentrés utilisés dans la présente norme ont les masses volumiques (ρ) suivantes (en g/cm^3 à 20 °C) :

— acide chlorhydrique	1,18 à 1,19
— acide nitrique	1,40 à 1,42
— acide perchlorique	1,60 à 1,67
— acide acétique	1,05 à 1,06
— acide phosphorique	1,71 à 1,75
— hydroxyde d'ammonium	0,88 à 0,91

Le degré de dilution est toujours donné sous forme d'une somme volumétrique, par exemple : acide chlorhydrique dilué 1 + 2 signifie qu'il faut mélanger un volume d'acide chlorhydrique concentré à deux volumes d'eau.

4.1 Acide chlorhydrique concentré (HCl)

4.2 Acide chlorhydrique dilué 1 + 1

4.3 Acide chlorhydrique dilué 1 + 2

4.4 Acide chlorhydrique dilué 1 + 3

4.5 Acide chlorhydrique dilué 1 + 9

4.6 Acide chlorhydrique dilué 1 + 11

4.7 Acide chlorhydrique dilué 1 + 19

4.8 Acide chlorhydrique dilué 1 + 99

4.9 Acide chlorhydrique dilué, à pH (1,60 \pm 0,05). Préparer en dosant le pH de deux litres d'eau à (1,60 \pm 0,05), en ajoutant cinq ou six gouttes d'acide chlorhydrique concentré. Contrôler au moyen d'un pH-mètre (5.18). Conserver la solution dans un récipient en polyéthylène.

4.10 Acide fluorhydrique concentré (>40 %) (HF)

4.11 Acide fluorhydrique dilué 1 + 3

4.12 Acide nitrique concentré (HNO₃)

4.13 Acide nitrique dilué 1 + 2

4.14 Acide nitrique dilué 1 + 100

4.15 Acide sulfurique concentré (>98 %) (H₂SO₄)

- 4.16 Acide sulfurique dilué 1 + 1
- 4.17 Acide sulfurique dilué 1 + 4
- 4.18 Acide perchlorique concentré (HClO_4).
- 4.19 Acide phosphorique concentré (H_3PO_4).
- 4.20 Acide phosphorique dilué 1 + 19 ; Conserver la solution dans un récipient en polyéthylène.
- 4.21 Acide borique (H_3BO_3).
- 4.22 Acide acétique concentré (CH_3COOH).
- 4.23 Acide amino-acétique ($\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$).
- 4.24 Chrome métallique (Cr), en poudre.
- 4.25 Hydroxyde d'ammonium concentré (NH_4OH).
- 4.26 Hydroxyde d'ammonium dilué 1 + 1
- 4.27 Hydroxyde d'ammonium dilué 1 + 10
- 4.28 Hydroxyde d'ammonium dilué 1 + 16
- 4.29 Hydroxyde de sodium (NaOH).
- 4.30 Solution d'hydroxyde de sodium à 4 mol/l. Dissoudre 160 g d'hydroxyde de sodium (4.29) dans de l'eau et porter à 1 000 ml. Conserver dans un récipient en polyéthylène.
- 4.31 Solution d'hydroxyde de sodium à 2 mol/l. Dissoudre 80 g d'hydroxyde de sodium (4.29) dans de l'eau et porter à 1 000 ml. Conserver dans un récipient en polyéthylène.
- 4.32 Chlorure d'ammonium (NH_4Cl).
- 4.33 Chlorure d'étain (II) ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$).
- 4.34 iodate de potassium (KIO_3), séché à masse constante à (120 ± 5) °C.
- 4.35 periodate de potassium (KIO_4).
- 4.36 Peroxyde de sodium (Na_2O_2), en poudre.
- 4.37 Chlorure de sodium (NaCl), séché à masse constante à (110 ± 5) °C.
- 4.38 Chlorure de potassium (KCl), séché à masse constante à (110 ± 5) °C.
- 4.39 Carbonate de sodium (Na_2CO_3), séché à masse constante à (250 ± 5) °C.
- 4.40 Mélange de carbonate de sodium et de chlorure de sodium. Mélanger 7g de carbonate de sodium (Na_2CO_3) (4.39) avec 1 g de chlorure de sodium (NaCl) (4.37).
- 4.41 Solution de chlorure de baryum. Dissoudre 120 g de chlorure de baryum ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et porter à 1 000 ml.
- 4.42 Nitrate d'argent (AgNO_3), séché à masse constante à (250 ± 5) °C.

- 4.43 Solution de nitrate d'argent.** Dissoudre 5 g de nitrate d'argent (AgNO_3) (4.42) dans de l'eau, ajouter 10 ml d'acide nitrique concentré (HNO_3) (4.12) et porter à 1 000 ml avec de l'eau.
- 4.44 Solution de nitrate d'argent à 0,05 mol/l.** Dissoudre ($8,4940 \pm 0,0005$) g de nitrate d'argent (AgNO_3) (4.42) dans de l'eau dans un ballon jaugé de 1 000 ml et porter à la marque. Conserver dans un récipient en verre brun et protéger de la lumière.
- 4.45 Solution de carbonate de sodium.** Dissoudre 50 g de carbonate de sodium anhydre (4.39) dans de l'eau et porter à 1 000 ml.
- 4.46 Solution d'hydroxyde de potassium.** Dissoudre 250 g d'hydroxyde de potassium (KOH) dans de l'eau et porter à 1 000 ml. Conserver dans un récipient en polyéthylène.
- 4.47 Solution ammoniacale de sulfate de zinc.** Dissoudre 50 g de sulfate de zinc ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) dans 150 ml d'eau et ajouter 350 ml d'hydroxyde d'ammonium concentré (4.25). Laisser reposer au moins pendant 24 h et filtrer.
- 4.48 Solution d'acétate de plomb.** Dissoudre environ 0,2 g d'acétate de plomb ($\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et compléter à 100 ml.
- 4.49 Solution d'empois d'amidon.** À 1 g d'empois d'amidon (soluble dans l'eau), ajouter 1 g d'iodure de potassium (KI), dissoudre dans de l'eau et porter à 100 ml.
- 4.50 Solution d'oxyde de polyéthylène.** Dissoudre 0,25 g d'oxyde de polyéthylène $(\text{CH}_2\text{-CH}_2\text{-O})_n$ de masse moléculaire moyenne comprise entre 200 000 et 600 000, dans 100 ml d'eau en agitant vigoureusement. Utiliser dans les deux semaines.
- 4.51 Solution d'acide borique saturée.** Dissoudre environ 50 g d'acide borique (H_3BO_3) dans de l'eau et porter à 1000 ml.
- 4.52 Solution d'acide citrique.** Dissoudre 10 g d'acide citrique ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et porter à 100 ml.
- 4.53 Carbonate de calcium (CaCO_3),** séché à masse constante à $(200 \pm 10)^\circ\text{C}$ (d'une pureté > 99,9 %).
- 4.54 Solution de molybdate d'ammonium.** Dissoudre 10 g de molybdate d'ammonium $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dans de l'eau et porter à 100 ml. Conserver la solution dans un récipient en polyéthylène. Utiliser dans la semaine.
- 4.55 Solution de sulfate de cuivre.** Dissoudre 0,45 g de sulfate de cuivre ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et porter à 50 ml dans un ballon jaugé.
- 4.56 Solution d'acétate d'ammonium.** Dissoudre 250 g d'acétate d'ammonium ($\text{CH}_3\text{COONH}_4$) dans de l'eau et porter à 1000 ml.
- 4.57 Triéthanolamine $\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3$** (>99 %), dilué en une solution 1 + 4.
- 4.58 Solution réductrice.** Dissoudre 1 g de chlorure stanneux ($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau, à laquelle on a ajouté 1 ml d'acide chlorhydrique concentré (4.1). Porter à 100 ml avec de l'eau. Utiliser dans la journée.
- 4.59 Solution tampon à pH 1,40.** Dissoudre ($7,505 \pm 0,001$) g d'acide amino-acétique (4.23) et ($5,850 \pm 0,001$) g de chlorure de sodium (NaCl) (4.37) dans de l'eau et porter à 1000 ml. Diluer 300 ml de cette solution jusqu'à 1 000 ml avec de l'acide chlorhydrique 1 + 99 (4.8).
- 4.60 Solution étalon d'iodate de potassium renfermant environ 0,0166 mol/l.** Peser, à $\pm 0,0005$ g près, ($3,6 \pm 0,1$) g d'iodate de potassium (KIO_3) (4.34) (m_1) et l'introduire dans ballon jaugé de 1000 ml. Ajouter 0,2 g d'hydroxyde de sodium (4.29), 25 g d'iodate de potassium (KI), dissoudre tous les solides dans de l'eau fraîchement bouillie et refroidie et porter au trait avec la même eau.

Calculer le facteur F de la solution d'iodate de potassium par la formule :

$$F = \frac{m_1}{3,5668} \quad (1)$$

où

m_1 est la masse de la prise d'iodate de potassium, en grammes.

4.61 Solution de thiosulfate de sodium à environ 0,1 mol/l

4.61.1 Préparation

Dissoudre (24,82 ± 0,01) g de thiosulfate de sodium ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) dans de l'eau et porter à 1000 ml. Avant chaque série d'essais, déterminer le facteur f de cette solution suivant 4.61.2.

4.61.2 Etalonnage

4.61.2.1 Cet étalonnage est effectué de préférence en utilisant la solution étalon d'iodate de potassium (4.60).

Pour réaliser cet étalonnage, introduire, au moyen d'une pipette, 20 ml de la solution étalon d'iodate de potassium (4.60) dans une fiole conique de 500 ml et diluer avec environ 150 ml d'eau. Acidifier avec 25 ml d'acide chlorhydrique 1 + 1 (4.2) et titrer avec la solution de thiosulfate de sodium à environ 0,1 mol/l, jusqu'à une coloration jaune pâle. Ajouter 2 ml de la solution d'empois d'amidon (4.49) et continuer le titrage jusqu'au virage du bleu à l'incolore.

iTeh STANDARD PREVIEW

Calculer le facteur f de la solution de thiosulfate de sodium par la formule :

$$f = \frac{20,0042 \times 0,01667 \times 214,01 \times F}{3,5668 \times V_1} = 20 \times \frac{F}{V_1} \quad (2)$$

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60d330b8-569b-445f-80ab-47d628bf9875/iso-dis-680> ISO/DIS 680

où

F est le facteur de la solution étalon d'iodate de potassium (4.60) ;

V_1 est le volume de solution de thiosulfate de sodium à environ 0,1 mol/l, utilisé pour le titrage, en millilitres ;

3,5668 est la masse d'iodate de potassium correspondant à une solution contenant exactement 0,01667 mol/l d'iodate de potassium, en grammes ;

214,01 est la masse moléculaire de KIO_3 .

4.61.2.2 Comme variante, l'étalonnage peut être effectué en utilisant une quantité connue d'iodate de potassium.

Pour réaliser cet étalonnage, peser, à ± 0,0005 g près, (0,070 g ± 0,005) g d'iodate de potassium (4.34) (m_2) et l'introduire dans une fiole conique de 500 ml. Dissoudre dans environ 150 ml d'eau. Ajouter 1 g environ d'iodure de potassium, acidifier avec 25 ml d'acide chlorhydrique 1 + 1 (4.2) et titrer avec la solution de thiosulfate de sodium à environ 0,1 mol/l, jusqu'à une coloration jaune pâle. Ajouter ensuite 2 ml de la solution d'empois d'amidon (4.49) et titrer jusqu'au virage du bleu à l'incolore.

Calculer le facteur f de la solution de thiosulfate de sodium par la formule :

$$f = \frac{1000 \times m_2}{3,5668 \times V_2} = 280,3634 \times \frac{m_2}{V_2} \quad (3)$$

où

m_2 est la masse d'iodate de potassium, en grammes ;

V_2 est le volume de solution de thiosulfate de sodium à environ 0,1 mol/l, utilisé pour le titrage, en millilitres ;

3,5668 est la masse d'iodate de potassium correspondant à une solution contenant exactement 0,01667 mol/l d'iodate de potassium; en grammes.

4.62 Solution étalon d'ions manganèse

4.62.1 Sulfate de manganèse anhydre

Sécher du sulfate de manganèse hydraté ($MnSO_4 \cdot xH_2O$) à masse constante à une température de $(250 \pm 10) ^\circ C$. La composition du produit obtenu correspond à la formule de $MnSO_4$.

4.62.2 Préparation

Peser, à $\pm 0,0005$ g près, $(2,75 \pm 0,05)$ g de sulfate de manganèse anhydre (m_3) et l'introduire dans un ballon jaugé de 1 000 ml. Dissoudre dans de l'eau et porter au trait. Calculer la teneur G en ions manganèse (II) de cette solution, exprimée en milligrammes de Mn^{2+} par millilitre, par la formule :

$$G = \frac{m_3}{2,7485} \tag{4}$$

où

m_3 est la masse de sulfate de manganèse anhydre, en grammes.

4.62.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Dans deux fioles jaugées de, respectivement, 500 ml (n^1) et 1 000 ml (n^2), introduire, au moyen d'une pipette, 20 ml de la solution étalon d'ions manganèse. Porter au trait avec de l'eau. Dans trois fioles jaugées de, respectivement, 200 ml (n^3), 500 ml (n^4) et 1 000 ml (n^5), introduire, au moyen d'une pipette, 100 ml de la solution de la fiole jaugée n^2 et porter au trait avec de l'eau.

Au moyen d'une pipette, prélever 100 ml de chaque solution dans les fioles jaugées n^1 à n^5 et introduire chaque prise dans un bécher de 400 ml. Ajouter 20 ml d'acide nitrique concentré (4.12), 1,5 g de periodate de potassium (4.35) et 10 ml d'acide phosphorique (4.19), porter à ébullition et laisser bouillir doucement pendant 30 min.

Laisser refroidir à la température ambiante, transvaser le contenu de chaque bécher dans une fiole jaugée de 200 ml et porter au trait avec de l'eau. Mesurer la densité optique des solutions au photomètre (5.10), à une longueur d'onde d'environ 525 nm, par rapport à l'eau (utiliser une ou plusieurs cuves (5.11) de dimensions appropriées). Noter les valeurs de la densité optique avec trois décimales.

Pour chaque longueur optique de cuve, tracer une courbe séparée des densités optiques des solutions d'étalonnage E1 à E5 en fonction des concentrations de manganèse correspondantes, en milligrammes de Mn par 200 ml. Les concentrations de manganèse correspondantes sont données au Tableau 1. Elles peuvent être utilisées telles quelles si la teneur G obtenue suivant 4.62.2 prend la valeur 1,0000. Autrement, multiplier les concentrations de manganèse du tableau 1 par la valeur de G calculée par l'équation (4).

Tableau 1 — Concentration des solutions d'étalonnage de manganèse

Solution d'étalonnage	E1	E2	E3	E4	E5
Concentration de manganèse en mg de Mn par 200 ml	4,0	2,0	1,0	0,4	0,2

4.63 Solution étalon de silice

4.63.1 Silice (SiO₂), d'une pureté > 99,9 % après calcination à masse constante à (1175 ± 25) °C.

4.63.2 Solution de base

Peser (0,2000 ± 0,0005) g de silice fraîchement calcinée (4.63.1) et l'introduire dans un creuset en platine contenant déjà (2,0 ± 0,1) g de carbonate de sodium anhydre (4.39).

Chauffer le mélange et faire fondre au rouge vif pendant au moins 15 minutes. Après refroidissement à température ambiante, placer le solide de fusion dans un bécher en polyéthylène et dissoudre dans de l'eau, puis transvaser la solution quantitativement dans un ballon jaugé de 200 ml et porter au trait avec de l'eau.

Conserver la solution dans un récipient en polyéthylène.

Cette solution contient 1 mg de SiO₂ par millimètre.

4.63.3 Solution étalon

A l'aide d'une pipette, introduire 5 ml de la solution de base dans un ballon jaugé de 250 ml et porter au trait avec de l'eau. Conserver la solution dans un récipient en polyéthylène. Cette solution contient 0,02 mg de silice par millimètre. Utiliser dans la semaine.

4.63.4 Solutions de compensation

Préparer les solutions de compensation suivant le mode opératoire adopté pour la détermination de la teneur en silice (13.3 à 13.5), en dissolvant les quantités de réactifs indiquées au Tableau 2 dans de l'eau et en portant à 500 ml.

4.63.5 Tracé de la courbe d'étalonnage

ISO/DIS 680

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/60d330b8-569b-445f-80ab-471628149875/iso-dis-680>

Dans des béchers en polyéthylène de 100 ml, contenant chacun un barreau magnétique, introduire, au moyen d'une burette, les volumes de solution d'étalonnage de silice indiqués au Tableau 3. Ajouter 20 ml de la solution de compensation, au moyen d'une pipette, et porter à 40 ml avec de l'eau versée d'une burette. Les volumes nécessaires ici sont également donnés au Tableau 3. Tout en agitant un l'agitateur magnétique, ajouter 15 gouttes d'acide fluorhydrique 1+3 (4.11). Agiter pendant au moins 1 min. Introduire ensuite, au moyen d'une pipette, 15 ml de la solution d'acide borique (4.51) dans la solution.

Tableau 2 — Composition des solutions de compensation pour un volume de 500 ml

		Double insolubilisation (13.3)	Insolubilisation par l'oxyde de polyéthylène (13.4)	Décomposition par HCl et NH ₄ Cl (13.5)
HCl conc.	ml	75	70	15
H ₂ SO ₄ 1 + 1	ml	1	1	-
HNO ₃ conc.	ml	-	-	1
Sol. oxyd. polyéth.	ml	-	5	-
NH ₄ Cl	g	-	-	1
Na ₂ CO ₃	g	1,75	1,75	1,75
NaCl	g	0,25	0,25	0,25
Na ₂ O ₂	g	3	3	-

Tableau 3 — Composition des solutions d'étalonnage de silice et leur teneur en silice

Numéro d'ordre	blanc	1	2	3	4
Solution étalon SiO ₂ (ml)	0	2	5	10	20
Eau (ml)	20	18	15	10	0
Teneur en silice (mg SiO ₂ /100 ml)	0	0,04	0,10	0,20	0,40

Au moyen d'une pipette, ajouter 5 ml de la solution de molybdate d'ammonium (4.54). A l'aide du pH-mètre (5.18) étalonné avec une solution tampon de même pH (ex. : 1,40, voir 4.59), ajuster le pH de cette solution à $(1,60 \pm 0,05)$ en ajoutant, goutte à goutte, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.30) ou de l'acide chlorhydrique 1 + 2 (4.3). Transvaser la solution dans un ballon jaugé de 100 ml et rincer le bécher avec de l'acide chlorhydrique dilué (4.9). Après 20 min, ajouter, au moyen d'une pipette, 5 ml de la solution d'acide citrique (4.52), agiter et laisser reposer pendant 5min. Introduire ensuite, au moyen d'une pipette, 2 ml de la solution réductrice (4.58). (Temps 0).

Porter au trait avec de l'acide chlorhydrique dilué (4.9) et homogénéiser. Au temps (0 + 30) min, mesurer la densité optique au photomètre (5.10), avec une cuve (5.11) d'une longueur optique de 1cm, par rapport à la solution à blanc préparée de manière identique, et en utilisant la longueur d'onde d'extinction maximale proche de 815 nm. Tracer la courbe donnant les densités optiques mesurées en fonction des teneurs en silice correspondantes indiquées au Tableau 3.

La solution à blanc utilisée ici peut être celle qui a servi pour tracer la courbe d'étalonnage. La courbe d'étalonnage permet de déterminer la teneur en silice en mg de SiO₂/100 ml.

4.64 Solution étalon d'ions calcium à environ 0,01 mol/l

Peser, à $\pm 0,0005$ g près, $(1,00 \pm 0,01)$ g de carbonate de calcium (4.53) (m_4) et l'introduire dans un bécher de 400 ml, avec 100 ml environ d'eau. Couvrir le bécher d'un verre de montre et introduire avec précaution 10 ml environ d'acide chlorhydrique 1 + 2 (4.3). Agiter avec un agitateur en verre et vérifier que la dissolution est complète. Porter à ébullition pour chasser le dioxyde de carbone dissous. Laisser refroidir à température ambiante, transvaser dans un ballon jaugé de 1 000 ml, laver soigneusement le bécher et le verre de montre, et porter au trait avec de l'eau.

4.65 Solution d'EDTA à environ 0,03 mol/l

4.65.1 Sel disodique dihydraté de l'acide éthylène diamine tétracétique (EDTA)

4.65.2 Préparation

Dissoudre $(11,17 \pm 0,01)$ g d'EDTA dans de l'eau et porter à 1 000 ml. Conserver dans un récipient en polyéthylène.

4.65.3 Etalonnage

Au moyen d'une pipette, introduire 50 ml de la solution étalon d'ions calcium (4.64) dans un bécher adapté à l'appareil de mesurage (5.12). Puis, diluer avec de l'eau à un volume permettant le fonctionnement correct de l'appareil.

A l'aide du pH-mètre (5.18), ajuster le pH de cette solution à $(12,5 \pm 0,2)$ avec chacune des deux solutions d'hydroxyde de sodium (4.30 ou 4.31).