

---

---

**Ciments — Méthodes d'essai —**  
**Partie 1:**  
**Analyse chimique par voie humide**

*Cement — Test methods —*

*Part 1: Analysis by wet chemistry*

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 29581-1:2009

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54fc1133-b0de-474f-87cf-f34e2aa60558/iso-29581-1-2009>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

[ISO 29581-1:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54fc1133-b0de-474f-87cf-f34e2aa60558/iso-29581-1-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54fc1133-b0de-474f-87cf-f34e2aa60558/iso-29581-1-2009>



**DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT**

© ISO 2009

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## Sommaire

Page

Avant-propos.....	v
<b>1</b> <b>Domaine d'application.....</b>	<b>1</b>
<b>2</b> <b>Références normatives .....</b>	<b>1</b>
<b>3</b> <b>Exigences générales pour les essais .....</b>	<b>1</b>
3.1 <b>Nombre d'essais .....</b>	<b>1</b>
3.2 <b>Répétabilité et reproductibilité .....</b>	<b>2</b>
3.3 <b>Expression des masses, volumes, facteurs et résultats .....</b>	<b>2</b>
3.4 <b>Calcination.....</b>	<b>2</b>
3.5 <b>Détermination de la masse constante .....</b>	<b>2</b>
3.6 <b>Contrôle de l'absence d'ions chlorure — Essai au nitrate d'argent.....</b>	<b>3</b>
3.7 <b>Dosages à blanc.....</b>	<b>3</b>
<b>4</b> <b>Réactifs .....</b>	<b>3</b>
4.1 <b>Généralités .....</b>	<b>3</b>
4.2 <b>Produits utilisés .....</b>	<b>3</b>
<b>5</b> <b>Appareillage .....</b>	<b>17</b>
<b>6</b> <b>Préparation d'un échantillon de ciment pour essai.....</b>	<b>20</b>
<b>7</b> <b>Détermination de la perte au feu.....</b>	<b>21</b>
7.1 <b>Principe.....</b>	<b>21</b>
7.2 <b>Mode opératoire .....</b>	<b>21</b>
7.3 <b>Calcul et expression des résultats.....</b>	<b>21</b>
7.4 <b>Corrections pour l'oxydation des sulfures.....</b>	<b>21</b>
7.5 <b>Répétabilité et reproductibilité.....</b>	<b>22</b>
<b>8</b> <b>Dosage du sulfate.....</b>	<b>22</b>
8.1 <b>Principe.....</b>	<b>22</b>
8.2 <b>Mode opératoire .....</b>	<b>22</b>
8.3 <b>Calcul et expression des résultats.....</b>	<b>22</b>
8.4 <b>Répétabilité et reproductibilité .....</b>	<b>23</b>
<b>9</b> <b>Dosage du résidu insoluble dans l'acide chlorhydrique et dans le carbonate de sodium.....</b>	<b>23</b>
9.1 <b>Principe.....</b>	<b>23</b>
9.2 <b>Mode opératoire .....</b>	<b>23</b>
9.3 <b>Calcul et expression des résultats.....</b>	<b>23</b>
9.4 <b>Répétabilité et reproductibilité .....</b>	<b>24</b>
<b>10</b> <b>Dosage du résidu insoluble dans l'acide chlorhydrique et dans l'hydroxyde de potassium.....</b>	<b>24</b>
10.1 <b>Principe.....</b>	<b>24</b>
10.2 <b>Mode opératoire .....</b>	<b>24</b>
10.3 <b>Calcul et expression des résultats.....</b>	<b>24</b>
10.4 <b>Répétabilité et reproductibilité .....</b>	<b>25</b>
<b>11</b> <b>Dosage du sulfure.....</b>	<b>25</b>
11.1 <b>Principe.....</b>	<b>25</b>
11.2 <b>Mode opératoire .....</b>	<b>25</b>
11.3 <b>Calcul et expression des résultats.....</b>	<b>25</b>
11.4 <b>Répétabilité et reproductibilité .....</b>	<b>26</b>
<b>12</b> <b>Dosage du manganèse par photométrie .....</b>	<b>26</b>
12.1 <b>Principe.....</b>	<b>26</b>
12.2 <b>Mode opératoire .....</b>	<b>26</b>
12.3 <b>Calcul des résultats .....</b>	<b>26</b>

12.4	Répétabilité et reproductibilité .....	27
12.5	Expression des résultats.....	27
13	Dosage des éléments majeurs.....	27
13.1	Principe .....	27
13.2	Décomposition par le peroxyde de sodium .....	27
13.3	Insolubilisation et dosage de la silice — Méthode par double insolubilisation (méthode de référence).....	28
13.4	Précipitation et dosage de la silice — Méthode par l'oxyde de polyéthylène (variante).....	29
13.5	Décomposition par l'acide chlorhydrique et le chlorure d'ammonium et précipitation de la silice (variante).....	30
13.6	Dosage de la silice pure .....	31
13.7	Décomposition du résidu d'évaporation .....	32
13.8	Dosage de la silice soluble par photométrie.....	32
13.9	Dosage de la silice totale .....	33
13.10	Dosage de l'oxyde de fer (III) .....	33
13.11	Dosage de l'oxyde d'aluminium.....	34
13.12	Dosage de l'oxyde de calcium par l'EGTA (méthode de référence).....	35
13.13	Dosage de l'oxyde de magnésium par le DCTA (méthode de référence).....	36
13.14	Dosage de l'oxyde de calcium par l'EDTA (variante) .....	37
13.15	Dosage de l'oxyde de magnésium par l'EDTA (variante).....	38
14	Dosage du chlorure .....	39
14.1	Dosage du chlorure par titrage (méthode de référence).....	39
14.2	Dosage du chlorure par la méthode de titrage potentiométrique (variante) .....	40
14.3	Répétabilité et reproductibilité .....	41
15	Dosage du dioxyde de carbone (méthode de référence).....	41
15.1	Principe .....	41
15.2	Mode opératoire .....	41
15.3	Calcul et expression des résultats .....	42
15.4	Répétabilité et reproductibilité .....	42
16	Dosage du dioxyde de carbone (variante).....	42
16.1	Principe .....	42
16.2	Mode opératoire .....	42
16.3	Calcul et expression des résultats .....	43
16.4	Répétabilité et reproductibilité .....	43
17	Dosage des alcalis par photométrie de flamme (méthode de référence).....	44
17.1	Principe .....	44
17.2	Préparation des solutions d'étalonnage et des courbes d'étalonnage.....	44
17.3	Dissolution de la prise d'essai.....	44
17.4	Mode opératoire .....	45
17.5	Calcul et expression des résultats .....	46
17.6	Répétabilité et reproductibilité .....	46
18	Dosage des alcalis (variantes).....	47
18.1	Dosage des alcalis par photométrie de flamme (variante) .....	47
18.2	Dosage des alcalis solubles dans l'acide par spectroscopie d'absorption atomique (variante) .....	48
18.3	Répétabilité et reproductibilité .....	50

STANDARD PREVIEW  
 (standards.iteh.ai)  
 ISO 29581-1:2009  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54fc1133-b0de-474f-87cf-b34e2aa60558/iso-29581-1-2009>

## Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

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. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 29581-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 74, *Ciments et chaux*.

Cette première édition annule et remplace l'ISO 680:1990, qui a fait l'objet d'une révision technique, fondée sur les commentaires reçus du secrétariat.

- iTech STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)
- ISO 29581-1:2009  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/546-1133-b0de-474f87cf-b34e2aa60558/iso-29581-1-2009>
- a) Le champ des analyses a été élargi afin d'inclure le dosage du chlorure, du dioxyde de carbone et des alcalis.
  - 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 exigence concernant des solutions de 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) L'exactitude requise pour la balance dépend de celle de l'équipement traditionnellement utilisé.
  - g) Une spécification concernant une étuve de laboratoire a été ajoutée.
  - h) Le mode opératoire d'étalonnage pour la solution étalon de silice a été simplifié.
  - i) Des indicateurs supplémentaires ont été inclus pour la détermination visuelle des titrages à l'EDTA.
  - j) Une température de calcination de  $(950 \pm 25)$  °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.

## ISO 29581-1:2009(F)

- m) D'autres températures de calcination pendant l'analyse du silice sont autorisées, si le laboratoire les valide.
- n) Une variante de méthode de dosage du chlorure par titrage potentiométrique est incluse.
- o) Une variante de méthode de dosage des alcalis acido-solubles par spectroscopie d'absorption atomique est incluse.
- p) Les méthodes XRF et d'autres méthodes instrumentales comme l'analyse thermique différentielle pour le dosage du dioxyde de carbone et la spectroscopie d'absorption atomique, peuvent être utilisées comme variante, à condition qu'elles soient étalonnées par rapport à des méthodes de référence ou par rapport à des matériaux de référence acceptés internationalement.

NOTE 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 Partie 2 de l'ISO 29581 est en cours d'élaboration pour préparer une méthode fondée sur l'analyse XRF.

L'ISO 29581 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Ciments — Méthodes d'essai*:

- *Partie 1: Analyse chimique par voie humide*
- *Partie 2: Analyse par spectrométrie de fluorescence X*

## iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 29581-1:2009](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54fc1133-b0de-474f-87cf-f34e2aa60558/iso-29581-1-2009)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54fc1133-b0de-474f-87cf-f34e2aa60558/iso-29581-1-2009>

# Ciments — Méthodes d'essai —

## Partie 1: Analyse chimique par voie humide

### 1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 29581 spécifie les méthodes d'analyse chimique des ciments par voie humide.

La présente partie de l'ISO 29581 donne 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. En cas de désaccord, seules les méthodes de référence peuvent être utilisées.

La présente partie de l'ISO 29581 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

Les documents de référence 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 (y compris les éventuels amendements) s'applique.

ISO 385, *Verrerie de laboratoire — Burettes*

ISO 835, *Verrerie de laboratoire — Pipettes graduées*

### 3 Exigences 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 partie de l'ISO 29581.

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 également 3.3).

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

### 3.2 Répétabilité et reproductibilité

#### 3.2.1 Généralités

Dans la présente partie de l'ISO 29581, la répétabilité et la reproductibilité sont exprimées en termes d'écart(s)-type(s) de répétabilité et d'écart(s)-type(s) de reproductibilité, par exemple en pourcentage absolu, en grammes, etc., selon la propriété soumise à essai.

#### 3.2.2 Répétabilité

Fidélité dans les conditions de répétabilité où les résultats d'essais indépendants sont obtenus par la même méthode, sur des échantillons pour essai identiques (matériau), dans le même laboratoire, par le même opérateur, en utilisant le même équipement, à de courts intervalles de temps.

#### 3.2.3 Reproductibilité

Fidélité dans les conditions de reproductibilité où les résultats d'essais sont obtenus par la même méthode, sur des échantillons pour essai identiques (matériau), dans des laboratoires différents, par des opérateurs différents, en utilisant des équipements différents.

### 3.3 Expression des masses, volumes, facteurs et résultats

Exprimer les masses en grammes, à 0,000 1 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 Calcination

On effectue la calcination de la manière suivante.

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 spécifiée, 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 puis d'une pesée. La masse constante est atteinte lorsque la différence entre deux pesées successives est inférieure à 0,000 5 g.

### 3.6 Contrôle de l'absence d'ions chlorure — Essai 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 (4.2.43). 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

### 4.1 Généralités

Utiliser seulement des réactifs de qualité analytique. Le terme «eau» désigne de l'eau distillée ou de l'eau déionisée ayant une conductivité électrique  $\leq 0,5$  mS/m.

Sauf indication contraire, «pourcentage» signifie pourcentage en masse.

Sauf indication contraire, les réactifs liquides concentrés utilisés dans la présente partie de l'ISO 29581 ont les masses volumiques,  $\rho$ , suivantes à 20 °C, exprimées en grammes par centimètre cube:

acide chlorhydrique	1,18 à 1,19	acide acétique	1,05 à 1,06
acide nitrique	1,40 à 1,42	acide phosphorique	1,71 à 1,75
acide perchlorique	1,60 à 1,67	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.

### 4.2 Produits utilisés

#### 4.2.1 Acide chlorhydrique (HCl) concentré.

#### 4.2.2 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 1.

#### 4.2.3 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 2.

#### 4.2.4 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 3.

#### 4.2.5 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 9.

#### 4.2.6 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 11.

#### 4.2.7 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 19.

#### 4.2.8 Acide chlorhydrique, dilué 1 + 99.

**4.2.9 Acide chlorhydrique dilué, à pH (1,60 ± 0,05).**

Préparer en dosant le pH de deux litres d'eau à (1,60 ± 0,05), en ajoutant cinq ou six gouttes d'acide chlorhydrique concentré (HCL) (4.2.1). Contrôler au moyen d'un pH-mètre (5.18.1). Conserver la solution dans un récipient en polyéthylène.

**4.2.10 Acide fluorhydrique concentré (HF), > 40 %.**

**4.2.11 Acide fluorhydrique, dilué 1 + 3.**

**4.2.12 Acide nitrique concentré (HNO<sub>3</sub>).**

**4.2.13 Acide nitrique, dilué 1 + 2.**

**4.2.14 Acide nitrique, dilué 1 + 100.**

**4.2.15 Acide sulfurique concentré (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), > 98 %.**

**4.2.16 Acide sulfurique, dilué 1 + 1.**

**4.2.17 Acide sulfurique, dilué 1 + 4.**

**4.2.18 Acide perchlorique concentré (HClO<sub>4</sub>).**

**4.2.19 Acide phosphorique concentré (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>).**

**4.2.20 Acide phosphorique, dilué 1 + 19.**

Conserver la solution dans un récipient en polyéthylène.

**4.2.21 Acide borique (H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>).**

**4.2.22 Acide acétique concentré (CH<sub>3</sub>COOH).**

**4.2.23 Acide amino-acétique (NH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>COOH).**

**4.2.24 Chrome métallique (Cr), en poudre.**

**4.2.25 Hydroxyde d'ammonium concentré (NH<sub>4</sub>OH).**

**4.2.26 Hydroxyde d'ammonium, dilué 1 + 1.**

**4.2.27 Hydroxyde d'ammonium, dilué 1 + 10.**

**4.2.28 Hydroxyde d'ammonium, dilué 1 + 16.**

**4.2.29 Hydroxyde de sodium (NaOH).**

**4.2.30 Solution d'hydroxyde de sodium, 4 mol/l.**

Dissoudre 160 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) (4.2.29) dans de l'eau et compléter à 1 000 ml. Conserver dans un récipient en polyéthylène.

STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 29581-1:2009  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54fc1133-b0de-474f-87cf-b34e2aa60558/iso-29581-1-2009>

**4.2.31 Solution d'hydroxyde de sodium, 2 mol/l.**

Dissoudre 80 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) (4.2.29) dans de l'eau et compléter à 1 000 ml. Conserver dans un récipient en polyéthylène.

**4.2.32 Chlorure d'ammonium (NH<sub>4</sub>Cl).****4.2.33 Chlorure d'étain (II) (SnCl<sub>2</sub>, 2H<sub>2</sub>O).****4.2.34 Iodate de potassium (KIO<sub>3</sub>), séché à masse constante à (120 ± 5) °C.****4.2.35 Periodate de potassium (KIO<sub>4</sub>).****4.2.36 Peroxyde de sodium (Na<sub>2</sub>O<sub>2</sub>), en poudre.****4.2.37 Chlorure de sodium (NaCl), séché à masse constante à (110 ± 5) °C.****4.2.38 Chlorure de potassium (KCl), séché à masse constante à (110 ± 5) °C.****4.2.39 Carbonate de sodium (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>), séché à masse constante à (250 ± 5) °C.****4.2.40 Mélange de carbonate de sodium et de chlorure de sodium.**

Mélanger 7 g de carbonate de sodium (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) (4.2.39) avec 1 g de chlorure de sodium (NaCl) (4.2.37).

**4.2.41 Solution de chlorure de baryum.**

Dissoudre 120 g de chlorure de baryum (BaCl<sub>2</sub>, 2H<sub>2</sub>O) dans de l'eau et compléter à 1 000 ml.

**4.2.42 Nitrate d'argent (AgNO<sub>3</sub>), séché à masse constante à (150 ± 5) °C.****4.2.43 Solution de nitrate d'argent.**

Dissoudre 5 g de nitrate d'argent (AgNO<sub>3</sub>) (4.2.42) dans de l'eau, ajouter 10 ml d'acide nitrique concentré (HNO<sub>3</sub>) (4.2.12) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

**4.2.44 Solution de nitrate d'argent, 0,05 mol/l.**

Dissoudre (8,494 0 ± 0,000 5) g de nitrate d'argent (AgNO<sub>3</sub>) (4.2.42) 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.

**4.2.45 Solution de carbonate de sodium.**

Dissoudre 50 g de carbonate de sodium anhydre (4.2.39) dans de l'eau et compléter à 1 000 ml.

**4.2.46 Solution d'hydroxyde de potassium.**

Dissoudre 250 g d'hydroxyde de potassium (KOH) dans de l'eau et compléter à 1 000 ml. Conserver dans un récipient en polyéthylène.

**4.2.47 Solution ammoniacale de sulfate de zinc.**

Dissoudre 50 g de sulfate de zinc (ZnSO<sub>4</sub>, 7H<sub>2</sub>O) dans 150 ml d'eau et ajouter 350 ml d'hydroxyde d'ammonium concentré (4.2.25). Laisser reposer pendant au moins 24 h et filtrer.

**4.2.48 Solution d'acétate de plomb.**

Dissoudre environ 0,2 g d'acétate de plomb  $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2, 3\text{H}_2\text{O}]$  dans de l'eau et compléter à 100 ml.

**4.2.49 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 compléter à 100 ml. Utiliser dans les deux semaines.

**4.2.50 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.

**4.2.51 Solution d'acide borique saturée.**

Dissoudre environ 50 g d'acide borique  $(\text{H}_3\text{BO}_3)$  dans de l'eau et compléter à 1 000 ml.

**4.2.52 Solution d'acide citrique.**

Dissoudre 10 g d'acide citrique  $(\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7, \text{H}_2\text{O})$  dans de l'eau et compléter à 100 ml.

**4.2.53 Carbonate de calcium  $(\text{CaCO}_3)$ , séché à masse constante à  $(200 \pm 10)^\circ\text{C}$ , d'une pureté  $> 99,9\%$ .**

**4.2.54 Solution de molybdate d'ammonium.**

Dissoudre 10 g de molybdate d'ammonium  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}, 4\text{H}_2\text{O}]$  dans de l'eau et compléter à 100 ml. Conserver la solution dans un flacon en polyéthylène. Utiliser dans la semaine.

**4.2.55 Solution de sulfate de cuivre**

Dissoudre 0,45 g de sulfate de cuivre  $(\text{CuSO}_4, 5\text{H}_2\text{O})$  dans de l'eau et compléter à 50 ml dans un ballon jaugé.

**4.2.56 Solution d'acétate d'ammonium.**

Dissoudre 250 g d'acétate d'ammonium  $(\text{CH}_3\text{COONH}_4)$  dans de l'eau et compléter à 1 000 ml.

**4.2.57 Triéthanolamine  $[\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3]$ , d'une pureté  $> 99\%$ , dilué en une solution 1 + 4.**

**4.2.58 Solution réductrice.**

Dissoudre 1 g de chlorure stanneux  $(\text{SnCl}_2, 2\text{H}_2\text{O})$  (4.2.33) dans de l'eau, à laquelle on a ajouté 1 ml d'acide chlorhydrique concentré (4.2.1). Compléter à 100 ml avec de l'eau. Utiliser dans la journée.

**4.2.59 Solution tampon, à pH 1,40.**

Dissoudre  $(7,505 \pm 0,001)$  g d'acide amino-acétique (4.2.23) et  $(5,850 \pm 0,001)$  g de chlorure de sodium (NaCl) (4.2.37) dans de l'eau et porter à 1 000 ml. Diluer 300 ml de cette solution jusqu'à 1 000 ml avec de l'acide chlorhydrique 1 + 99 (4.2.8).

**4.2.60 Solution étalon d'iodate de potassium, renfermant environ 0,016 6 mol/l.**

Peser, à  $\pm 0,000 5$  g, une masse,  $m_1$ , de  $(3,6 \pm 0,1)$  g d'iodate de potassium  $(\text{KIO}_3)$  (4.2.34) et l'introduire dans un ballon jaugé de 1 000 ml. Ajouter 0,2 g d'hydroxyde de sodium (4.2.29), 25 g d'iodate de potassium (KI), dissoudre tous les solides dans de l'eau fraîchement bouillie et refroidie et compléter à la marque avec la même eau.

Calculer le facteur,  $F$ , de la solution d'iodate de potassium par l'Équation (1):

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

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

#### 4.2.61 Solution de thiosulfate de sodium, à environ 0,1 mol/l.

##### 4.2.61.1 Préparation

Dissoudre ( $24,82 \pm 0,01$ ) 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 compléter à 1 000 ml. Avant chaque série d'essais, déterminer le facteur,  $f_S$ , de cette solution suivant l'Équation (2).

##### 4.2.61.2 Étalonnage

**4.2.61.2.1** Cet étalonnage est effectué de préférence en utilisant la solution étalon d'iodate de potassium (4.2.60).

Pour réaliser cet étalonnage, introduire, au moyen d'une pipette, 20 ml de la solution étalon d'iodate de potassium (4.2.60) dans une fiole conique de 500 ml et diluer avec environ 150 ml d'eau. Acidifier avec 25 ml d'acide chlorhydrique 1 + 1 (4.2.2) et titrer avec la solution de thiosulfate de sodium à environ 0,1 mol/l (4.2.61), jusqu'à une coloration jaune pâle. Ajouter 2 ml de la solution d'empois d'amidon (4.2.49) et continuer le titrage jusqu'au virage du bleu à l'incolore.

Calculer le facteur,  $f_S$ , de la solution de thiosulfate de sodium par l'Équation (2):

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

ISO 29581-1:2009  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54fc1133-b0de-474f-87cf-b34e2aa60558/iso-29581-1-2009>

où

$F$  est le facteur de la solution étalon d'iodate de potassium (4.2.60);

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

3,566 8 est la masse d'iodate de potassium correspondant à une solution contenant exactement 0,016 67 mol/l d'iodate de potassium, en grammes;

214,01 est la masse moléculaire de  $\text{KIO}_3$  en grammes.

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

Pour réaliser cet étalonnage, peser à  $\pm 0,000 5$  g, une masse,  $m_2$ , de ( $0,070 \pm 0,005$ ) g, d'iodate de potassium (4.2.34) et l'introduire dans une fiole conique de 500 ml. Dissoudre dans environ 150 ml d'eau. Ajouter environ 1 g d'iodure de potassium, acidifier avec 25 ml d'acide chlorhydrique 1 + 1 (4.2.2) et titrer avec la solution de thiosulfate de sodium à environ 0,1 mol/l (4.2.61) jusqu'à une coloration jaune pâle. Ajouter ensuite 2 ml de la solution d'empois d'amidon (4.2.49) et titrer jusqu'au virage du bleu à l'incolore.

Calculer le facteur,  $f_S$ , de la solution de thiosulfate de sodium par l'Équation (3):

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

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;

3,566 8 est la masse d'iodate de potassium correspondant à une solution contenant exactement 0,016 67 mol/l d'iodate de potassium, en grammes.

#### 4.2.62 Manganèse

##### 4.2.62.1 Sulfate de manganèse anhydre.

Sécher du sulfate de manganèse hydraté ( $\text{MnSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ) à masse constante à une température de  $(250 \pm 10)^\circ\text{C}$ . La composition du produit obtenu correspond à la formule de  $\text{MnSO}_4$ .

##### 4.2.62.2 Solution étalon de manganèse.

###### 4.2.62.2.1 Préparation

Peser, à  $\pm 0,000 5$  g, une masse,  $m_3$ , de  $(2,75 \pm 0,05)$  g de sulfate de manganèse anhydre et l'introduire dans un ballon jaugé de 1 000 ml. Dissoudre dans de l'eau et compléter à la marque. Calculer la concentration,  $c_{\text{Mn(II)}}$ , de ions manganèse (II) de cette solution, exprimée en milligrammes de  $\text{Mn}^{2+}$  par millilitre, par l'Équation (4):

$$c_{\text{Mn(II)}} = \frac{m_3}{2,748 5} \quad (4)$$

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

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

###### 4.2.62.2.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

ISO 29581-1:2009  
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54fc1133-b0de-474f87cf-b4e2aa60558/iso-29581-1-2009>

Dans deux fioles jaugées, respectivement de 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. Compléter à la marque avec de l'eau. Dans trois fioles jaugées, respectivement de 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 compléter à la marque 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 (4.2.12), 1,5 g de periodate de potassium (4.2.35) et 10 ml d'acide phosphorique (4.2.19), porter à ébullition et laisser bouillir doucement pendant 30 min.

Laisser refroidir à température ambiante, transvaser le contenu de chaque bécher dans une fiole jaugée de 200 ml et compléter à la marque 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]. Enregistrer 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 dans le Tableau 1. Elles peuvent être utilisées telles quelles si la concentration,  $c_{\text{Mn(II)}}$ , obtenue suivant l'Équation (4), prend la valeur 1,000 0. Autrement, multiplier les concentrations de manganèse du Tableau 1 par la valeur de  $c_{\text{Mn(II)}}$  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, par 200 ml	4,0	2,0	1,0	0,4	0,2

#### 4.2.63 Solution étalon de silice.

**4.2.63.1 Silice** ( $\text{SiO}_2$ ), d'une pureté > 99,9 % après calcination à masse constante à une température de  $(1\,175 \pm 25)$  °C.

#### 4.2.63.2 Solution de base.

Peser  $(0,200\,0 \pm 0,000\,5)$  g de silice fraîchement calcinée (4.2.63.1) et l'introduire dans un creuset en platine contenant déjà  $(2,0 \pm 0,1)$  g de carbonate de sodium anhydre (4.2.39).

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

Conserver la solution dans un récipient en polyéthylène.

Cette solution contient 1 mg de  $\text{SiO}_2$  par millilitre.

#### 4.2.63.3 Solution étalon. (standards.iteh.ai)

À l'aide d'une pipette, introduire 5 ml de la solution de base dans un ballon jaugé de 250 ml et compléter à la marque avec de l'eau. Conserver la solution dans un récipient en polyéthylène. Cette solution contient 0,02 mg de silice par millilitre. Utiliser dans la semaine.

#### 4.2.63.4 Solution de compensation.

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

#### 4.2.63.5 Établissement de la courbe d'étalonnage.

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 dans le 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 dans le Tableau 3. Tout en agitant avec le barreau magnétique, ajouter 15 gouttes d'acide fluorhydrique 1 + 3 (4.2.11). Agiter pendant au moins 1 min. Introduire ensuite, au moyen d'une pipette, 15 ml de la solution d'acide borique (4.2.51) dans la solution.