
Norme internationale



5498

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

Produits agricoles alimentaires — Détermination de l'indice d'insoluble dit «cellulosique» — Méthode générale

Agricultural food products — Determination of crude fibre content — General method

Première édition — 1981-04-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5498:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af0c6391-9cd6-4e74-bc36-6951111a0ff8/iso-5498-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af0c6391-9cd6-4e74-bc36-6951111a0ff8/iso-5498-1981>

CDU 664 : 543.868

Réf. n° : ISO 5498-1981 (F)

Descripteurs : produit agricole, essai, détermination, indice, insoluble, méthode par extraction.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 5498 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 34, *Produits agricoles alimentaires*, et a été soumise aux comités membres en septembre 1979.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 5498:1981](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af0c6391-9cd6-4e74-bc36-69511111-0ff8/iso-5498-1981)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/af0c6391-9cd6-4e74-bc36-69511111-0ff8/iso-5498-1981>

Afrique du Sud, Rép. d'	Égypte, Rép. arabe d'	Mexique
Allemagne, R.F.	Espagne	Pays-Bas
Australie	Éthiopie	Pologne
Autriche	France	Portugal
Brésil	Hongrie	Roumanie
Bulgarie	Inde	Royaume-Uni
Canada	Israël	Tchécoslovaquie
Chili	Jamahiriya arabe libyenne	Thaïlande
Chypre	Kenya	Turquie
Corée, Rép. de	Malaisie	Yougoslavie

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

USA

Produits agricoles alimentaires — Détermination de l'indice d'insoluble dit «cellulosique» — Méthode générale

0 Introduction

Il existe de très nombreuses méthodes de détermination de l'indice d'insoluble dit «cellulosique» dans les produits agricoles alimentaires et, pour une même méthode, de nombreuses variantes sont utilisées selon les produits analysés ou, pour un même produit, selon les laboratoires.

La présente Norme internationale répond donc à un besoin d'harmonisation. Elle spécifie une méthode d'application générale basée sur la méthode de Weende, la plus couramment utilisée, et comportant essentiellement une attaque acide suivie d'une attaque alcaline.

Les études entreprises ont montré la nécessité de fixer avec précision les conditions d'attaque et de décrire divers procédés utilisés pour la séparation de l'insoluble. Ces procédés sont décrits dans l'annexe B.

1 Objet

La présente Norme internationale spécifie une méthode conventionnelle de détermination de l'indice d'insoluble dit «cellulosique» dans les produits agricoles alimentaires.

2 Domaine d'application

La méthode est d'application générale; toutefois, il peut être nécessaire, dans certains cas particuliers, de choisir une méthode plus appropriée, notamment en ce qui concerne les levures et les produits renfermant moins de 1 % d'insoluble cellulosique, pour lesquels la méthode décrite dans l'ISO 6541 doit être utilisée.

3 Référence

ISO 6541, *Produits agricoles alimentaires — Détermination de l'indice d'insoluble dit «cellulosique» — Méthode de Scharer modifiée.*

4 Définition

indice d'insoluble dit «cellulosique» (cellulose brute) : Conventionnellement, totalité des substances insolubles et combustibles dans les conditions opératoires décrites dans la présente Norme internationale.

L'indice d'insoluble cellulosique s'exprime en pourcentage en masse, rapporté soit au produit tel quel, soit à la matière sèche du produit.

NOTE — En raison des incertitudes qui existent dans la définition de ce qu'il est convenu d'appeler «cellulose brute», le terme «indice d'insoluble dit cellulosique» a été jugé préférable dans la langue française.

5 Principe

Après broyage et dégraissage éventuels, traitement par une solution d'acide sulfurique de concentration déterminée, à l'ébullition, puis séparation et lavage du résidu insoluble.

Traitement de ce résidu par une solution d'hydroxyde de sodium de concentration déterminée, à l'ébullition, puis séparation, lavage, dessiccation et pesée du résidu insoluble, et détermination de sa perte de masse par incinération.

6 Réactifs et produits

Tous les réactifs doivent être de qualité analytique reconnue, et l'eau utilisée doit être de l'eau distillée ou de l'eau de pureté au moins équivalente.

6.1 Acide sulfurique, solution titrée, $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 0,255 \pm 0,005 \text{ mol/l}$ (correspondant à 12,5 g d'acide sulfurique par litre de solution).

6.2 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(\text{NaOH}) = 0,313 \pm 0,005 \text{ mol/l}$ (correspondant à 12,5 g d'hydroxyde de sodium par litre de solution).

Cette solution doit être pratiquement exempte de carbonates.

6.3 Acétone, ou **éthanol à 95 % (V/V)**, ou **méthanol**, ou **propanol-2**.

6.4 Solvant pour la délipidation :

n-Hexane technique, ou éther de pétrole (point d'ébullition compris entre 40 et 60 °C), ou oxyde diéthylique, ou autre solvant ou mélange de solvants plus approprié à la délipidation de certains produits analysés.

6.5 Acide chlorhydrique, solution à 0,5 mol/l (dans le cas des produits riches en carbonates). (Voir 11.1.)

6.6 Adjuvant de filtration (dans le cas de l'utilisation des dispositifs de séparation décrits dans les chapitres B.2 et B.3 de l'annexe B).

6.7 Antimousse, si nécessaire, reconnu sans influence sur les résultats.

6.8 Régularisateur d'ébullition, si nécessaire, inattaquable dans les conditions de l'essai, ou reconnu sans influence sur les résultats.

7 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et notamment :

7.1 Broyeur mécanique, facile à nettoyer, correspondant à la nature du produit et permettant le broyage de celui-ci sans provoquer d'échauffement notable ni de modification sensible de la teneur en eau.

7.2 Tamis, à toile métallique de 1 mm d'ouverture de maille, conforme aux spécifications de l'ISO 3310/1.

7.3 Étuve, réglable à 130 ± 2 °C.

7.4 Récipient d'attaque à large ouverture, muni d'un dispositif de condensation, par exemple fiole, de 600 ml de capacité minimale, avec réfrigérant à reflux, ou bécher sans bec, de 600 ml de capacité, recouvert d'un ballon à fond rond, de 500 ml de capacité, contenant 450 ml d'eau froide.

7.5 Dispositif de chauffage, par exemple agitateur magnétique chauffant, capable de maintenir 200 ml des réactifs 6.1 et 6.2 à ébullition douce.

7.6 Capsule à incinération, inattaquable dans les conditions de l'essai, de 25 à 50 ml de capacité, ou **creuset filtrant** approprié pour la séparation et l'incinération du résidu.

7.7 Four à moufle, à circulation d'air, avec dispositif de réglage et de contrôle des températures, permettant d'effectuer l'incinération à 550 ± 25 °C.

7.8 Dessiccateur, garni d'un agent déshydratant efficace.

7.9 Dispositif de séparation.

Divers dispositifs de séparation sont décrits dans l'annexe B.

7.10 Balance analytique.

8 Échantillonnage

Se reporter à la Norme internationale d'échantillonnage propre au produit concerné.

9 Mode opératoire

9.1 Préparation de l'échantillon pour essai

9.1.1 Séchage préalable

Dans le cas de produits trop humides pour être homogénéisés ou broyés tels quels, soumettre l'échantillon à un séchage préalable à une température appropriée. Dans ce cas, peser l'échantillon avant le séchage préalable et le repeser juste avant la préparation de l'échantillon pour essai (9.1.2 ou 9.1.3).

9.1.2 Produits ne nécessitant pas de broyage

9.1.2.1 Les produits qui passent sans refus à travers le tamis (7.2) n'ont pas besoin d'être broyés avant la détermination.

Bien homogénéiser avant d'effectuer la prise d'essai.

9.1.2.2 Si les résultats sont à exprimer par rapport à la matière sèche, déterminer au préalable, selon la méthode appropriée, la teneur en matière sèche de l'échantillon pour essai (9.1.2.1).

9.1.3 Produits nécessitant un broyage

Les produits qui ne passent pas sans refus à travers le tamis (7.2) doivent être broyés.

9.1.3.1 Si les résultats sont à exprimer par rapport au produit tel quel, déterminer au préalable, selon la méthode appropriée, la teneur en matière sèche de l'échantillon.

9.1.3.2 Broyer l'échantillon pour laboratoire dans le broyeur (7.1) de manière que le produit passe sans refus à travers le tamis (7.2).

9.1.3.3 Déterminer, selon la méthode appropriée, la teneur en matière sèche de l'échantillon pour essai (9.1.3.2).

9.2 Prise d'essai

NOTE — S'il est nécessaire d'extraire les matières grasses (voir 9.3.1) et si l'on désire utiliser la technique décrite en A.1.3 de l'annexe A, cette extraction doit être effectuée avant la pesée de la prise d'essai.

Peser, à 1 mg près, environ 3 g de l'échantillon pour essai (sauf cas particuliers) préparé comme indiqué en 9.1, et supposé renfermer plus de 1 % d'insoluble cellulosique.

9.3 Détermination

9.3.1 Extraction des matières grasses (voir annexe A)

Si la teneur en matières grasses est inférieure à 1 %, l'extraction des matières grasses est inutile.

Elle n'est pas indispensable, mais elle est néanmoins recommandée lorsque la teneur en matières grasses est comprise entre 1 et 10 %.

Si la teneur en matières grasse est supérieure à 10 %, l'extraction préalable est indispensable.

Pour les produits contenant des matières grasses non directement extractibles, l'extraction doit être effectuée après l'attaque acide (voir A.1.5 de l'annexe A).

9.3.2 Attaque acide

9.3.2.1 Transvaser la prise d'essai, éventuellement dégraissée (voir 9.3.1) et décarbonatée (voir 11.1), dans le récipient d'attaque (7.4). Ajouter, s'il y a lieu, la quantité prévue d'adjuvant de filtration (6.6) (dans le cas des variantes décrites dans les chapitres B.2 et B.3 de l'annexe B) et, éventuellement, l'antimousse (6.7) et le régularisateur d'ébullition (6.8).

Mesurer 200 ml de la solution d'acide sulfurique (6.1) à la température ambiante, les porter à une température comprise entre 95 et 100 °C (voir 11.2), et les ajouter au contenu du récipient (7.4).

Adapter le dispositif de condensation. Porter rapidement à l'ébullition (en 2 min environ) au moyen du dispositif de chauffage (7.5) et maintenir une ébullition douce durant 30 ± 1 min. Agiter de temps en temps le récipient par tournoiement, de façon à remettre en suspension les particules du produit adhérent à sa paroi intérieure.

9.3.2.2 Après le temps d'ébullition prescrit, ajouter environ 50 ml d'eau froide et séparer rapidement le résidu insoluble au moyen du dispositif de séparation (7.9) choisi. Rincer le récipient (7.4) avec des fractions de 50 ml d'eau chaude (température comprise entre 95 et 100 °C), puis verser les eaux de rinçage sur le résidu insoluble retenu par le dispositif de séparation.

Répéter le rinçage du résidu insoluble jusqu'à ce que le filtrat soit sensiblement neutre au papier de tournesol. La séparation et le rinçage du résidu insoluble doivent être réalisés en moins de 30 min.

9.3.3 Attaque alcaline

9.3.3.1 Remettre le résidu insoluble rincé dans le récipient d'attaque (7.4) et ajouter, éventuellement, l'antimousse (6.7) et le régularisateur d'ébullition (6.8).

Mesurer 200 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (6.2) à la température ambiante, les porter à une température comprise entre 95 et 100 °C (voir 11.2), et les ajouter au contenu du récipient (7.4) par fractions successives.

Adapter le dispositif de condensation. Porter rapidement à l'ébullition (en 2 min environ) au moyen du dispositif de chauffage (7.5) et maintenir une ébullition douce durant 30 ± 1 min.

9.3.3.2 Après le temps d'ébullition prescrit, ajouter environ 50 ml d'eau froide et séparer rapidement le résidu insoluble au moyen du dispositif de séparation (7.9) choisi. Laver le résidu avec 25 ml de la solution d'acide sulfurique (6.1) mesurés à la température ambiante, puis portés à une température comprise entre 95 et 100 °C (voir 11.2). Rincer avec de l'eau comme indiqué en 9.3.2.2. Déshydrater ensuite le résidu au moyen de l'un

des réactifs (6.3); laver avec le solvant (6.4) pour éliminer les matières grasses non saponifiées.

Selon la technique de filtration utilisée (voir annexe B), recueillir la totalité du résidu dans la capsule à incinération (7.6) ou dans le creuset filtrant (7.6).

9.3.4 Séchage

Sécher la capsule ou le creuset filtrant, et son contenu, dans l'étuve (7.3) (voir la note) réglée à 130 ± 2 °C.

Laisser refroidir la capsule ou le creuset filtrant, et son contenu, dans le dessiccateur (7.8) jusqu'à la température ambiante, et peser rapidement à 0,5 mg près.

Recommencer ces opérations jusqu'à ce que la différence entre deux pesées successives, séparées par un séjour à l'étuve suivi d'un refroidissement dans le dessiccateur, ne dépasse pas 1 mg.

NOTE — Les durées de séjour à l'étuve sont fonctions de la méthode de séparation utilisée. Une durée totale de séchage de 2 h est généralement suffisante.

9.3.5 Incinération

Après séchage, incinérer le résidu sec dans le four à moufle (7.7) réglé à 550 ± 25 °C, jusqu'à masse constante. Laisser refroidir dans le dessiccateur (7.8) jusqu'à la température ambiante, et peser de nouveau à 0,5 mg près.

9.3.6 Nombre de déterminations

Effectuer au moins deux déterminations sur le même échantillon pour essai.

9.4 Essai à blanc

Dans le cas où l'on utilise l'amiante comme adjuvant de filtration (voir chapitre B.2 de l'annexe B), effectuer un essai à blanc dans les mêmes conditions qu'en 9.3.

10 Expression des résultats

10.1 Mode de calcul et formules

10.1.1 Indice d'insoluble cellulosique rapporté au produit tel quel

L'indice d'insoluble cellulosique, exprimé en pourcentage en masse, rapporté au produit tel quel, est donné par les formules

a) pour les produits ne nécessitant pas de broyage¹⁾

$$[m_1 - (m_2 + m_3)] \times \frac{100}{m_0}$$

1) S'il n'y a pas eu d'essai à blanc, supprimer m_3 dans la formule.

b) pour les produits nécessitant un broyage¹⁾

$$[m_1 - (m_2 + m_3)] \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{M'_S} \times \frac{M_S}{100}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (9.2);

m_1 est la masse totale, en grammes, du résidu sec et de son support, après le séchage (9.3.4);

m_2 est la masse totale, en grammes, du résidu sec et de son support, après l'incinération (9.3.5);

m_3 est la différence de masse, en grammes, observée au cours de l'incinération de l'essai à blanc (9.4), compte tenu de la quantité d'adjuvant de filtration utilisée;

M_S est la teneur en matière sèche, exprimée en pourcentage en masse, du produit tel quel, déterminée comme indiqué en 9.1.3.1;

M'_S est la teneur en matière sèche, exprimée en pourcentage en masse, de l'échantillon pour essai, déterminée comme indiqué en 9.1.2.2 ou 9.1.3.3.

10.1.2 Indice d'insoluble cellulosique rapporté à la matière sèche du produit

L'indice d'insoluble cellulosique, exprimé en pourcentage en masse, rapporté à la matière sèche du produit, est donné par la formule¹⁾

$$[m_1 - (m_2 + m_3)] \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{M'_S}$$

où m_0 , m_1 , m_3 et M'_S ont les mêmes significations qu'en 10.1.1.

10.1.3 Cas du séchage préalable

Si l'on a effectué un séchage préalable (9.1.1), l'indice d'insoluble cellulosique, exprimé en pourcentage en masse, rapporté au produit tel quel, est obtenu en multipliant le résultat calculé comme indiqué en 10.1.1 par le rapport

$$\frac{m_5}{m_4}$$

où

m_4 est la masse, en grammes, de l'échantillon initial humide, avant le séchage préalable;

m_5 est la masse, en grammes, du même échantillon, après le séchage préalable.

10.1.4 Résultat

Prendre comme résultat la moyenne arithmétique des deux déterminations (9.3.6) si les conditions de répétabilité (voir 10.2) sont remplies.

10.2 Répétabilité

La différence entre les résultats des deux déterminations (9.3.6), effectuées simultanément ou rapidement l'une après l'autre par le même analyste, ne doit pas dépasser

0,4 (en valeur absolue) pour un indice d'insoluble cellulosique inférieur à 10 % (m/m);

4 % (en valeur relative) pour un indice d'insoluble cellulosique supérieur à 10 % (m/m).

11 Notes sur le mode opératoire

11.1 Si le produit contient plus de 1 % de carbonate (CO_3^{2-}), ajouter, à la prise d'essai, 100 ml de la solution d'acide chlorhydrique (6.5) à la température ambiante. Après 5 min, filtrer et rincer l'échantillon avec de l'eau à la température ambiante. Opérer alors comme indiqué en 9.3.2.

Sans ce prétraitement, 1 % de carbonate pourrait provoquer une diminution de la concentration d'acide sulfurique.

11.2 Il est nécessaire d'éviter une modification de la concentration des réactifs 6.1 et 6.2 au cours du chauffage pour les porter à une température comprise entre 95 et 100 °C en utilisant, par exemple, un récipient muni d'un réfrigérant à reflux.

12 Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit indiquer la méthode utilisée et les résultats obtenus (notamment si ceux-ci sont exprimés par rapport au produit tel quel ou à la matière sèche). Il doit, en outre, mentionner le dispositif de séparation utilisé et tous les détails opératoires non prévus dans la présente Norme internationale, ou facultatifs, ainsi que les incidents éventuels susceptibles d'avoir agi sur les résultats.

Le procès-verbal d'essai doit donner tous les renseignements nécessaires à l'identification complète de l'échantillon.

1) S'il n'y a pas eu d'essai à blanc, supprimer m_3 dans la formule.

Annexe A

Méthodes d'extraction des matières grasses

A.0 Introduction

Si l'extraction des matières grasses est nécessaire (voir 9.3.1), utiliser comme prise d'essai le résidu d'une détermination directe de la teneur en matière grasse du produit, ou procéder à l'extraction des matières grasses au moyen d'un solvant (6.4) selon l'une des techniques décrites ci-après.

Dans tous les cas, l'extraction des matières grasses doit être réalisée en l'absence de toute matière susceptible d'introduire des fibres cellulosiques (par exemple papier, coton hydrophile) ou de causer des pertes de particules fines par entraînement.

A.1 Méthodes d'extraction

A.1.1 Effectuer un ou plusieurs lavages de la prise d'essai directement dans le récipient d'attaque (7.4), suivi(s) de l'élimination du solvant par décantation, sans pertes de produit. Après le ou les lavages, sécher la fiole réceptrice et son contenu dégraissé pour éliminer le solvant résiduel.

A.1.2 Effectuer une extraction continue d'une durée de 1 à 2 h, en introduisant la prise d'essai dans un appareil approprié (par exemple panier à extraction continue).

A.1.3 Effectuer une extraction sur une quantité déterminée de l'échantillon pour essai, plus importante que la prise d'essai

nécessaire. Après l'extraction, sécher le résidu et prélever une partie aliquote correspondant à la masse de la prise d'essai pour la détermination de l'indice d'insoluble cellulosique. Tenir compte, pour l'expression des résultats, du pourcentage de matière grasse extraite et du pourcentage d'eau éliminée.

A.1.4 Dans le cas de la variante décrite en B.2.2 de l'annexe B, opérer de la façon suivante.

Effectuer une extraction en plaçant la prise d'essai sur la plaque filtrante du dispositif de séparation (7.9) préalablement garnie de 2 g d'amiante (6.6) pesés à 1 mg près. Couvrir avec trois fois 50 ml de solvant (6.4) et aspirer chaque fois avec précaution.

A.1.5 Les produits qui contiennent des matières grasses non directement extractibles ne peuvent pas être dégraissés selon les techniques décrites précédemment, mais seulement après hydrolyse acide.

Après avoir éliminé l'acide sulfurique par rinçage (voir 9.3.2.2), déshydrater le résidu en trois fois, en utilisant au total 100 ml de l'un des réactifs (6.3), puis le dégraisser avec trois fois 50 ml de solvant (6.4).

Dans ce cas, le mode de séparation décrit dans le chapitre B.1 de l'annexe B ne peut pas être utilisé.

Annexe B

Divers dispositifs de séparation de l'insoluble cellulosique et compléments sur les modes opératoires correspondant à leur emploi

B.0 Introduction

Le dispositif de séparation (7.9) utilisé lors de l'application de la méthode générale décrite dans le corps de la présente Norme internationale et le mode opératoire correspondant à son emploi diffèrent suivant les techniques de séparation appliquées.

Ces techniques, données à titre d'exemples, comprennent

- la séparation par centrifugation;
- la séparation par filtration avec ou sans adjuvant de filtration (par exemple amiante, sable de mer, toile, papier filtre).

Pour l'utilisation de chacune de ces méthodes, il conviendra d'appliquer le texte de la méthode générale, en y apportant toutefois les modifications suivantes.

B.1 Séparation par centrifugation

Chapitre 6

Ajouter :

«**6.9** Indicateur au bleu de bromothymol, solution à 0,2 g/l.»

Chapitre 7

Remplacer le texte de 7.6 par :

«**Creuset filtrant**, inattaquable dans les conditions de l'essai.»

Remplacer le texte de 7.9 par :

«**Centrifugeuse**.»

Chapitre 9

Remplacer le texte de 9.3.2.2 par :

«Après le temps d'ébullition prescrit, séparer le dispositif de condensation du récipient d'attaque et transvaser le contenu du récipient dans le ou les tubes de la centrifugeuse (7.9), en conservant la plus grande partie possible du résidu insoluble dans le récipient.

Centrifuger immédiatement le ou les tubes jusqu'à clarification totale du liquide. Éliminer par décantation la majeure partie du liquide surnageant, puis neutraliser la partie restante avec la solution d'hydroxyde de sodium (6.2), en présence de 5 gouttes de la solution d'indicateur au bleu de bromothymol (6.9), jusqu'à virage du jaune au vert.

Rincer le récipient d'attaque avec de l'eau chaude (température comprise entre 95 et 100 °C), puis neutraliser les eaux de rinçage dans les mêmes conditions que précédemment.

Transvaser les eaux de rinçage dans le ou les tubes de la centrifugeuse et, si nécessaire, amener le pH à 7 en le contrôlant avec un papier indicateur.

Centrifuger de nouveau jusqu'à clarification totale du liquide.»

Remplacer le texte de 9.3.3.1 par :

«Ajouter, éventuellement, l'antimousse (6.7) et le régulateur d'ébullition (6.8) dans le récipient d'attaque (7.4). Éliminer du ou des tubes de la centrifugeuse, la majeure partie du liquide surnageant et entraîner quantitativement le résidu dans le récipient d'attaque en le détachant du ou des tubes avec 200 ml de la solution d'hydroxyde de sodium (6.2) mesurés à la température ambiante, puis portés à une température comprise entre 95 et 100 °C (voir 11.2) et ajoutés par fractions successives.

Adapter le dispositif de condensation. Porter rapidement à l'ébullition (en 2 min environ) au moyen du dispositif de chauffage (7.5) et maintenir une ébullition douce durant 30 ± 1 min.»

Remplacer le texte de 9.3.3.2 par :

«Après le temps d'ébullition prescrit, séparer le dispositif de condensation du récipient d'attaque et transvaser le contenu du récipient dans le ou les tubes de la centrifugeuse (7.9), en entraînant le plus possible de résidu insoluble.

Centrifuger immédiatement le ou les tubes jusqu'à clarification totale du liquide. Éliminer par décantation la majeure partie du liquide surnageant, puis neutraliser la partie restante avec la solution d'acide sulfurique (6.1), en présence de 5 gouttes de la solution d'indicateur au bleu de bromothymol (6.9), jusqu'à virage du vert au jaune. Si nécessaire, amener le pH à 7 en le contrôlant avec un papier indicateur.

Rincer le récipient d'attaque avec de l'eau chaude (température comprise entre 95 et 100 °C), puis neutraliser les eaux de rinçage dans les mêmes conditions que ci-dessus.

Faire passer quantitativement le résidu (contenu dans le récipient d'attaque et dans le ou les tubes) sur le creuset filtrant (7.6) préalablement adapté sur une fiole à filtrer, au moyen d'un jet de pissette à eau chaude.

Laver le résidu avec de l'eau bouillante, puis le déshydrater au moyen de l'un des réactifs (6.3).»

B.2 Séparation par filtration sur amiante

AVERTISSEMENT — L'amiante doit être manipulé avec précaution, ce produit pouvant être nuisible à la santé.

B.2.1 Première variante

Chapitre 6

Remplacer le texte de 6.6 par :

«**Amiante** (du type dit «pour creuset de Gooch»), préparé de la façon suivante.

Ajouter à l'amiante une solution d'acide chlorhydrique [1 volume d'acide chlorhydrique ($\rho_{20} = 1,19$ g/ml) + 3 volumes d'eau] et faire bouillir durant environ 45 min.

Filter sur un entonnoir de Buchner et rincer avec de l'eau jusqu'à élimination totale de l'acide chlorhydrique.

Ensuite, laver à l'acétone, sécher et calciner dans le four à moufle (7.7) réglé à 550 ± 25 °C, durant 16 h.

Laisser refroidir. Introduire alors l'amiante dans une quantité suffisante de la solution d'acide sulfurique (6.1) et faire bouillir durant 30 min.

Décanter l'amiante sur un entonnoir de Buchner, rincer abondamment avec de l'eau et essorer.

Traiter ensuite l'amiante par ébullition d'une durée de 30 min dans de la solution d'hydroxyde de sodium (6.2).

Filter à nouveau, laver une seule fois avec de la solution d'acide sulfurique (6.1), puis rincer avec de l'eau jusqu'à neutralité du filtrat.

Essorer, laver avec l'un des réactifs (6.3), sécher dans l'étuve (7.3) réglée à 130 ± 2 °C, et calciner dans le four à moufle (7.7) réglé à 550 ± 25 °C, jusqu'à masse constante (cette opération demande en général au moins 2 h.)

Chapitre 7

Remplacer le texte de 7.9 par :

«**Entonnoir à filtration**, par exemple entonnoir de Buchner muni d'un tamis en acier inoxydable.»

Chapitre 9

Remplacer la deuxième phrase de 9.3.2.1 par :

«Ajouter, comme adjuvant de filtration, environ 1 g d'amiante (6.6) pesé à 1 mg près.»

Remplacer le texte du dernier alinéa de 9.3.3.2 par :

«Recueillir la totalité du résidu dans la capsule à incinération (7.6).»

B.2.2 Deuxième variante

Chapitre 6

Compléter le texte de 6.6 par le texte correspondant de B.2.1.

Chapitre 7

Remplacer le texte de 7.9 par :

«**Dispositif de séparation**, comprenant les éléments suivants.

7.9.1 Fiole à filtrer, d'environ 2 litres de capacité.

7.9.2 Entonnoir en verre, de 120 mm de diamètre, muni d'un bouchon en caoutchouc s'adaptant sur la fiole (7.9.1), et muni d'une plaque filtrante constituée par un disque de porcelaine de 40 mm de diamètre et de 4 mm d'épaisseur, percé de 16 trous de 4 mm de diamètre, à bord conique correspondant à l'angle de l'entonnoir; ce disque est recouvert d'une grille métallique, d'environ 1 mm d'ouverture de maille, inattaquable dans les conditions de l'essai.»

Chapitre 9

Compléter le texte de 9.3.1 par :

«Si la prise d'essai doit être dégraissée, opérer selon la méthode décrite en A.1.4 de l'annexe A.»

Remplacer le texte du premier alinéa de 9.3.2.1 par :

a) Si la prise d'essai a été dégraissée

Transvaser la prise d'essai dégraissée et l'amiante introduit (voir 9.3.1) dans le récipient d'attaque (7.4) et ajouter, éventuellement, l'antimousse (6.7) et le régularisateur d'ébullition (6.8).

b) Si la prise d'essai n'a pas été dégraissée

Transvaser la prise d'essai dans le récipient d'attaque (7.4). Ajouter 2 g d'amiante pesés à 1 mg près, et, éventuellement, l'antimousse (6.7) et le régularisateur d'ébullition (6.8).»

Ajouter, à la fin de 9.3.2.1, l'alinéa suivant :

«Pendant ce temps, placer la plaque filtrante dans l'entonnoir (7.9.2) de la fiole à filtrer (7.9.1). Disperser 2 g d'amiante (6.6), pesés à 1 mg près, dans environ 100 ml d'eau, et les verser sur la plaque filtrante placée dans l'entonnoir. Filter à nouveau car de l'amiante a pu traverser la plaque.»

Ajouter, à la fin de 9.3.3.1, l'alinéa suivant :

«Pendant ce temps, préparer un nouveau filtre avec 2 g d'amiante (6.6), pesés à 1 mg près, en opérant de la même manière que pour la filtration après l'attaque acide.»