
Norme internationale



5794/1

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

**Ingrédients de mélange du caoutchouc —
Silices hydratées précipitées —
Partie 1 : Essais sur le produit brut**

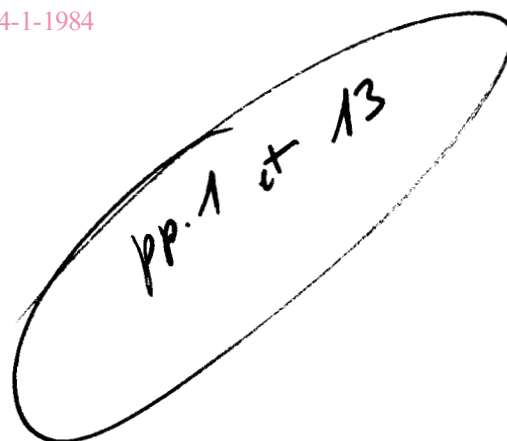
Rubber compounding ingredients — Silica, precipitated, hydrated — Part 1 : Non-rubber tests

Première édition — 1984-12-15

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 5794-1:1984](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f804f51-8f51-42fa-a1a6-e39ea9db9eac/iso-5794-1-1984)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f804f51-8f51-42fa-a1a6-e39ea9db9eac/iso-5794-1-1984>



CDU 678.046.36 : 620.1 : 543

Réf. n° : ISO 5794/1-1984 (F)

Descripteurs : caoutchouc, ingrédient, silice, essai, dosage, cuivre, manganèse, fer, matériel d'essai.

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 créé à cet effet. 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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 5794/1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5794-1:1984
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3f804f51-8f51-42fa-a1a6-e39ea9db9eac/iso-5794-1-1984>

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Silices hydratées précipitées — Partie 1 : Essais sur le produit brut

1 Objet et domaine d'application

La présente partie de l'ISO 5794 spécifie des méthodes d'essai pour l'évaluation des caractéristiques des silices hydratées précipitées utilisées comme ingrédient de mélange du caoutchouc et dont une définition est donnée.

A →

L'ISO 5974/2 spécifie des méthodes d'essai relatives aux silices hydratées précipitées dans un mélange caoutchouc.

4 Échantillonnage

L'échantillonnage doit être effectué conformément à l'ISO 842.

5 Méthodes d'essai

Les propriétés des silices hydratées précipitées doivent être déterminées suivant les méthodes d'essai indiquées dans le tableau 1.

ITC STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Tableau 1 — Méthodes d'essai

2 Références

ISO 787, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge*

- *Partie 2 : Détermination des matières volatiles à 105 °C.*
- *Partie 9 : Détermination du pH d'une suspension aqueuse.*
- *Partie 10 : Détermination de la masse volumique — Méthode utilisant un pycnomètre.*
- *Partie 18 : Détermination du refus sur tamis — Méthode mécanique avec liquide d'entraînement.*

ISO 842, *Matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

ISO 3262, *Matières de charge pour peintures.*

ISO 4652, *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Noir de carbone — Détermination de la surface spécifique — Méthodes par adsorption d'azote.*

B →

3 Définition

silice hydratée précipitée : Matériau composé de particules amorphes obtenues à partir de silicates solubles par précipitation en solution aqueuse.

ISO 5794-1:1984

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sr/180451351-20-a116-e39ea9db9eac/iso-5794-1-1984>

Propriété	Méthode d'essai
Teneur en silice de l'échantillon sec, % (m/m)	ISO 3262, chapitre 7, sauf que, dans l'expression des résultats, le dénominateur doit être m_0 , où m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai prélevée suivant le paragraphe 11.2 de l'ISO 3262, et non la masse du résidu calciné obtenu en 11.2
Couleur	ISO 3262, chapitre 7
Refus sur tamis (dimension nominale d'ouverture 45 µm) : — pour la silice sous forme de poudre — pour la silice sous une autre forme	ISO 3262, chapitre 8 ISO 787/18
Matières volatiles à 105 °C (perte par chauffage)	ISO 787/2 (Utiliser un échantillon de 2 g pesés à 0,1 mg près)
Perte au feu à 1 000 °C sur échantillon sec	ISO 3262, chapitre 11
pH de la bouillie	ISO 787/9
Teneur en cuivre, mg/kg	Voir annexe A
Teneur en manganèse, mg/kg	Voir annexe B
Teneur en fer, mg/kg	Voir annexe C
Surface spécifique, m ² /g	Voir annexe D
Masse volumique, g/cm ³	ISO 787/10

Annexe A

Détermination de la teneur en cuivre

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

A.1 Principe

Une prise d'essai est attaquée par l'acide fluorhydrique et l'acide sulfurique et le silicium est volatilisé sous forme de tétrafluorure de silicium.

Tous les métaux de la prise d'essai résiduelle sont dissous dans l'acide chlorhydrique, puis la solution est diluée et pulvérisée dans la flamme d'un spectromètre d'absorption atomique réglé à une longueur d'onde de 324,7 nm.

La méthode est applicable pour la détermination de teneurs en cuivre allant jusqu'à 125 mg/kg, et il est prévu d'étendre la gamme jusqu'à 1 250 mg/kg.

A.2 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

AVERTISSEMENT — Toutes les précautions sanitaires et les mesures de sécurité nécessaires doivent être prises en mettant en œuvre la présente méthode d'analyse.

A.2.1 Acétylène, sous pression.

A.2.2 Air, sous pression.

A.2.3 Acide chlorhydrique, solution à 10 % (*m/m*).

Diluer de l'acide chlorhydrique (20 cm³) à 35 % (*m/m*) ($\rho_{20} = 1,18 \text{ g/cm}^3$) dans de l'eau (50 cm³).

A.2.4 Acide fluorhydrique, solution à 40 % (*m/m*) ($\rho_{20} = 1,13 \text{ g/cm}^3$).

A.2.5 Acide sulfurique, solution à 98 % (*m/m*) ($\rho_{20} = 1,84 \text{ g/cm}^3$).

A.2.6 Cuivre, solution étalon correspondant à 1 g de Cu par décimètre cube.

Dissoudre $1,000 \pm 0,001$ g de tournures de cuivre de haute pureté dans un mélange de 10 cm³ d'eau et de 5 cm³ d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,42 \text{ g/cm}^3$), contenu dans un bécher de 100 cm³. Faire bouillir sous une hotte aspirante pour éliminer les oxydes d'azote. Refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 1 dm³, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 cm³ de cette solution étalon contient 1 000 µg de cuivre.

A.2.7 Cuivre, solution étalon correspondant à 50 mg de Cu par décimètre cube.

Prélever à l'aide d'une pipette, 50,0 cm³ de la solution étalon de cuivre (A.2.6) et transférer dans une fiole jaugée de 1 dm³, ajouter 5 cm³ d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,42 \text{ g/cm}^3$), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 cm³ de cette solution étalon contient 50 µg de cuivre.

A.2.8 Cuivre, solution étalon correspondant à 10 mg de Cu par décimètre cube.

Prélever, à l'aide d'une pipette, 50,0 cm³ de la solution étalon de cuivre (A.2.7) et transférer dans une fiole jaugée de 250 cm³, ajouter 1 cm³ d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,42 \text{ g/cm}^3$), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 cm³ de cette solution étalon contient 10 µg de cuivre.

NOTE — Il est possible d'utiliser, si on le préfère, des solutions étalons de cuivre disponibles dans le commerce au lieu des solutions A.2.6, A.2.7 et A.2.8.

A.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

A.3.1 Coupelle en platine, d'environ 35 cm³ de capacité.

A.3.2 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un brûleur air-acétylène.

A.3.3 Balance analytique, sensible à 0,001 g.

A.4 Mode opératoire

A.4.1 Prise d'essai

Peser, à 0,001 g près, environ 2 g d'échantillon dans la coupelle en platine (A.3.1).

A.4.2 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement à la détermination et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour la détermination, mais en omettant la prise d'essai.

A.4.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

A.4.3.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de six fioles jaugées de 50 cm³, introduire les volumes de la solution étalon de cuivre (A.2.8) indiqués dans le tableau 2, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Tableau 2 — Solutions témoins pour la détermination de la teneur en cuivre

Volume de la solution étalon de cuivre (A.2.8)	Teneur correspondante en cuivre
cm ³	µg/cm ³
0,5	0,1
2,5	0,5
5,0	1,0
10,0	2,0
15,0	3,0
25,0	5,0

A.4.3.2 Mesurages spectrométriques

Pulvériser successivement les solutions témoins (A.4.3.1) au sein de la flamme du spectromètre d'absorption atomique (A.3.2) et enregistrer les valeurs d'absorbance à la longueur d'onde de 324,7 nm, en suivant les instructions du fabricant de l'appareil.

Pulvériser de l'eau au sein de la flamme après chaque mesurage.

A.4.3.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, les teneurs en cuivre, en microgrammes par centimètre cube, sur l'axe des abscisses, et les valeurs d'absorbance correspondantes sur l'axe des ordonnées.

A.4.4 Détermination

A.4.4.1 Préparation de la solution d'essai

Ajouter 10 cm³ de la solution d'acide fluorhydrique (A.2.4) et 0,5 cm³ de la solution d'acide sulfurique (A.2.5) à la prise d'essai (A.4.1) dans la coupelle (A.3.1).

Placer la coupelle avec son contenu sur un bain de sable chauffé et faire évaporer sous une hotte aspirante, jusqu'à cessation du dégagement abondant de fumées blanches.

Dissoudre tout résidu dans 5 cm³ de la solution d'acide chlorhydrique (A.2.3) et transvaser dans une fiole jaugée de 10 cm³. Compléter au volume avec de l'eau, puis transvaser la solution dans une bouteille sèche en polyéthylène.

A.4.4.2 Mesurages spectrométriques

Pulvériser la solution d'essai (A.4.4.1) et la solution d'essai à blanc (A.4.2) au sein de la flamme du spectromètre d'absorp-

tion atomique et mesurer les valeurs d'absorbance à 324,7 nm, en suivant les instructions du fabricant de l'appareil. Répéter ces opérations et enregistrer les valeurs moyennes d'absorbance de la solution d'essai et de la solution d'essai à blanc.

Pulvériser de l'eau au sein de la flamme après chaque mesurage.

Si la valeur d'absorbance de la solution d'essai est supérieure à celle de la solution témoin ayant la plus forte teneur en cuivre, diluer 5 cm³ de la solution d'essai à 50 cm³ avec de l'eau, répéter le mesurage et tenir compte de la dilution pour l'expression des résultats.

A.5 Expression des résultats

En se référant à la courbe d'étalonnage, déterminer les teneurs en cuivre correspondant aux absorbances de la solution d'essai et de la solution d'essai à blanc.

La teneur totale en cuivre de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$10 \frac{(M_1 - M_2)}{m}$$

ou

M_1 est la teneur en cuivre, en microgrammes par centimètre cube, de la solution d'essai;

M_2 est la teneur en cuivre, en microgrammes par centimètre cube, de la solution d'essai à blanc;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Si la solution d'essai a été diluée comme décrit en A.4.4.2, multiplier la formule par 10.

Exprimer le résultat à 0,1 mg/kg près.

A.6 Procès-verbal d'essai

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

- tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- les conditions d'essai;
- le résultat obtenu pour chaque échantillon;
- toute modification par rapport au mode opératoire spécifié qui pourrait avoir affecté les résultats;
- la référence à l'annexe A de la présente Norme internationale.

Annexe B

Détermination de la teneur en manganèse

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

B.1 Principe

Le principe est le même que pour la détermination de la teneur en cuivre (voir chapitre A.1), sauf que la valeur d'absorbance de la solution d'essai est mesurée à 279,5 nm et est comparée avec les valeurs d'absorbance de solutions témoins de manganèse.

La méthode est applicable pour la détermination de teneurs en manganèse allant jusqu'à 125 mg/kg, et il est prévu d'étendre la gamme jusqu'à 1 250 mg/kg.

B.2 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

AVERTISSEMENT — Toutes les précautions sanitaires et les mesures de sécurité nécessaires doivent être prises en mettant en œuvre la présente méthode d'analyse.

B.2.1 Acétylène.

Voir annexe A, paragraphe A.2.1.

B.2.2 Air.

Voir annexe A, paragraphe A.2.2.

B.2.3 Acide chlorhydrique, solution.

Voir annexe A, paragraphe A.2.3.

B.2.4 Acide fluorhydrique, solution.

Voir annexe A, paragraphe A.2.4.

B.2.5 Acide sulfurique, solution.

Voir annexe A, paragraphe A.2.5.

B.2.6 Manganèse, solution étalon correspondant à 1 g de Mn par décimètre cube.

Dissoudre $1,000 \pm 0,001$ g de manganèse de haute pureté exempt d'oxyde dans un mélange de 50 cm³ d'eau et de 5 cm³ d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,42$ g/cm³), contenu dans un bécher de 400 cm³. Faire bouillir sous une hotte aspirante pour éliminer les oxydes d'azote. Refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 1 dm³, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 cm³ de cette solution étalon contient 1 000 µg de manganèse.

B.2.7 Manganèse, solution étalon correspondant à 50 mg de Mn par décimètre cube.

Prélever, à l'aide d'une pipette, 50,0 cm³ de la solution étalon de manganèse (B.2.6) et transférer dans une fiole jaugée de 1 dm³, ajouter 5 cm³ d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,42$ g/cm³), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 cm³ de cette solution étalon contient 50 µg de manganèse.

B.2.8 Manganèse, solution étalon correspondant à 10 mg de Mn par décimètre cube.

Prélever, à l'aide d'une pipette, 50,0 cm³ de la solution étalon de manganèse (B.2.7) et transférer dans une fiole jaugée de 250 cm³, ajouter 1 cm³ d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,42$ g/cm³), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 cm³ de cette solution étalon contient 10 µg de manganèse.

NOTE — Il est possible d'utiliser, si on le préfère, des solutions étalons de manganèse disponibles dans le commerce au lieu des solutions B.2.6, B.2.7 et B.2.8.

B.3 Appareillage

Tel que spécifié dans l'annexe A, chapitre A.3.

B.4 Mode opératoire

B.4.1 Prise d'essai

Voir annexe A, paragraphe A.4.1.

B.4.2 Essai à blanc

Voir annexe A, paragraphe A.4.2.

B.4.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

B.4.3.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de six fioles jaugées de 50 cm³, introduire les volumes de la solution étalon de manganèse (B.2.8) indiqués dans le tableau 3, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Tableau 3 — Solutions témoins pour la détermination de la teneur en manganèse

Volume de la solution étalon de manganèse (B.2.8)	Teneur correspondante en manganèse
cm ³	µg/cm ³
0,5	0,1
2,5	0,5
5,0	1,0
10,0	2,0
15,0	3,0
25,0	5,0

B.4.3.2 Mesurages spectrométriques

Pulvériser successivement les solutions témoins (B.4.3.1) au sein de la flamme du spectromètre d'absorption atomique et enregistrer les valeurs d'absorbance à la longueur d'onde de 279,5 nm, en suivant les instructions du fabricant de l'appareil.

Pulvériser de l'eau au sein de la flamme après chaque mesurage.

B.4.3.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, les teneurs en manganèse, en microgrammes par centimètre cube, sur l'axe des abscisses, et les valeurs d'absorbance correspondantes sur l'axe des ordonnées.

B.4.4 Détermination

B.4.4.1 Préparation de la solution d'essai

Voir annexe A, paragraphe A.4.4.1.

B.4.4.2 Mesurages spectrométriques

Pulvériser la solution d'essai (B.4.4.1) et la solution d'essai à blanc (B.4.2) au sein de la flamme du spectromètre d'absorption atomique et mesurer les valeurs d'absorbance à 279,5 nm, en suivant les instructions du fabricant de l'appareil. Répéter ces opérations et enregistrer les valeurs moyennes d'absorbance de la solution d'essai et de la solution d'essai à blanc.

Pulvériser de l'eau au sein de la flamme après chaque mesurage.

Si la valeur d'absorbance de la solution d'essai est supérieure à celle de la solution témoin ayant la plus forte teneur en manganèse, diluer 5 cm³ de la solution d'essai à 50 cm³ avec de l'eau, répéter le mesurage et tenir compte de la dilution pour l'expression des résultats.

B.5 Expression des résultats

En se référant à la courbe d'étalonnage, déterminer les teneurs en manganèse correspondant aux absorbances de la solution d'essai et de la solution d'essai à blanc.

La teneur totale en manganèse de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{10 (M_3 - M_4)}{m}$$

où

M_3 est la teneur en manganèse, en microgrammes par centimètre cube, de la solution d'essai;

M_4 est la teneur en manganèse, en microgrammes par centimètre cube, de la solution d'essai à blanc;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Si la solution d'essai a été diluée comme décrit en B.4.4.2, multiplier la formule par 10.

Exprimer le résultat à 0,1 mg/kg près.

B.6 Procès-verbal d'essai

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

- tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- les conditions d'essai;
- le résultat obtenu pour chaque échantillon;
- toute modification par rapport au mode opératoire spécifié qui pourrait avoir affecté les résultats;
- la référence à l'annexe B de la présente Norme internationale.

Annexe C

Détermination de la teneur en fer

(Cette annexe fait partie intégrante de la norme.)

C.1 Principe

Le principe est le même que pour la détermination de la teneur en cuivre (voir chapitre A.1), sauf que la valeur d'absorbance de la solution d'essai est mesurée à 248,3 nm et est comparée avec les valeurs d'absorbance de solutions témoins de fer.

La méthode est applicable pour la détermination de teneurs en fer allant jusqu'à 125 mg/kg, et il est prévu d'étendre la gamme jusqu'à 2 500 mg/kg.

C.2 Réactifs et produits

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue, et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

AVERTISSEMENT — Toutes les précautions sanitaires et les mesures de sécurité nécessaires doivent être prises en mettant en œuvre la présente méthode d'analyse.

C.2.1 Acétylène.

Voir annexe A, paragraphe A.2.1.

C.2.2 Air.

Voir annexe A, paragraphe A.2.2.

C.2.3 Acide chlorhydrique, solution.

Voir annexe A, paragraphe A.2.3.

C.2.4 Acide fluorhydrique, solution.

Voir annexe A, paragraphe A.2.4.

C.2.5 Acide sulfurique, solution.

Voir annexe A, paragraphe A.2.5.

C.2.6 Fer, solution étalon correspondant à 1 g de Fe par décimètre cube.

Dissoudre $1,000 \pm 0,001$ g de fer de haute pureté dans un mélange de 10 cm^3 d'eau et de 5 cm^3 d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,42 \text{ g/cm}^3$), contenu dans un bécher de 100 cm^3 . Faire bouillir sous une hotte aspirante pour éliminer les oxydes

d'azote. Refroidir, transvaser dans une fiole jaugée de 1 dm^3 , compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 cm^3 de cette solution étalon contient $1\,000 \mu\text{g}$ de fer.

C.2.7 Fer, solution étalon correspondant à 50 mg de Fe par décimètre cube.

Prélever, à l'aide d'une pipette, $50,0 \text{ cm}^3$ de la solution étalon de fer (C.2.6) et transférer dans une fiole jaugée de 1 dm^3 , ajouter 5 cm^3 d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,42 \text{ g/cm}^3$), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 cm^3 de cette solution étalon contient $50 \mu\text{g}$ de fer.

C.2.8 Fer, solution étalon correspondant à 10 mg de Fe par décimètre cube.

Prélever, à l'aide d'une pipette, $50,0 \text{ cm}^3$ de la solution étalon de fer (C.2.7) et transférer dans une fiole jaugée de 250 cm^3 , ajouter 1 cm^3 d'acide nitrique ($\rho_{20} = 1,42 \text{ g/cm}^3$), compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

1 cm^3 de cette solution étalon contient $10 \mu\text{g}$ de fer.

NOTE — Il est possible d'utiliser, si on le préfère, des solutions étalons de fer disponibles dans le commerce au lieu des solutions C.2.6, C.2.7 et C.2.8.

C.3 Appareillage

Tel que spécifié dans l'annexe A, chapitre A.3.

C.4 Mode opératoire

C.4.1 Prise d'essai

Voir annexe A, paragraphe A.4.1.

C.4.2 Essai à blanc

Voir annexe A, paragraphe A.4.2.

C.4.3 Établissement de la courbe d'étalonnage

C.4.3.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de six fioles jaugées de 50 cm^3 , introduire les volumes de la solution étalon de fer (C.2.8) indiqués dans le tableau 4, compléter au volume avec de l'eau et homogénéiser.

Tableau 4 — Solutions témoins pour la détermination de la teneur en fer

Volume de la solution étalon de fer (C.2.8)	Teneur correspondante en fer
cm ³	µg/cm ³
0,5	0,1
2,5	0,5
5,0	1,0
10,0	2,0
15,0	3,0
25,0	5,0

C.4.3.2 Mesurages spectrométriques

Pulvériser successivement les solutions témoins (C.4.3.1) au sein de la flamme du spectromètre d'absorption atomique et enregistrer les valeurs d'absorbance à la longueur d'onde de 248,3 nm, en suivant les instructions du fabricant de l'appareil.

Pulvériser de l'eau au sein de la flamme après chaque mesurage.

C.4.3.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, les teneurs en fer, en microgrammes par centimètre cube, sur l'axe des abscisses, et les valeurs d'absorbance correspondantes sur l'axe des ordonnées.

C.4.4 Détermination

C.4.4.1 Préparation de la solution d'essai

Voir annexe A, paragraphe A.4.4.1.

C.4.4.2 Mesurages spectrométriques

Pulvériser la solution d'essai (C.4.4.1) et la solution d'essai à blanc (C.4.2) au sein de la flamme du spectromètre d'absorption atomique et mesurer les valeurs d'absorbance à 248,3 nm, en suivant les instructions du fabricant de l'appareil. Répéter ces opérations et enregistrer les valeurs moyennes d'absorbance de la solution d'essai et de la solution d'essai à blanc.

Pulvériser de l'eau au sein de la flamme après chaque mesurage.

Si la valeur d'absorbance de la solution d'essai est supérieure à celle de la solution témoin ayant la plus forte teneur en fer, diluer 5 cm³ de la solution d'essai à 100 cm³ avec de l'eau, répéter le mesurage et tenir compte de la dilution pour l'expression des résultats.

C.5 Expression des résultats

En se référant à la courbe d'étalonnage, déterminer les teneurs en fer correspondant aux absorbances de la solution d'essai et de la solution d'essai à blanc.

La teneur totale en fer de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{10 (M_5 - M_6)}{m}$$

où

M_5 est la teneur en fer, en microgrammes par centimètre cube, de la solution d'essai;

M_6 est la teneur en fer, en microgrammes par centimètre cube, de la solution de l'essai à blanc;

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

Si la solution d'essai a été diluée comme décrit en C.4.4.2, multiplier la formule par 20.

Exprimer le résultat à 0,1 mg/kg près.

C.6 Procès-verbal d'essai

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

- tous les détails nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- les conditions d'essai;
- le résultat obtenu pour chaque échantillon;
- toute modification par rapport au mode opératoire spécifié qui pourrait avoir affecté les résultats;
- la référence à l'annexe C de la présente Norme internationale.