

NORME INTERNATIONALE

ISO
5795-1

Première édition
1988-12-15



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

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Kaolins —

Partie 1:

Méthodes d'essai (à l'exclusion des essais de caoutchouc)

Rubber compounding ingredients — Kaolin clay —

Part 1: Methods of test (excluding tests in rubber)

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 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 5795-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

L'ISO 5795 comprendra les parties suivantes, présentées sous le titre général *Ingrédients de mélange du caoutchouc — Kaolins*:

- *Partie 1: Méthodes d'essai (à l'exclusion des essais de caoutchouc)*
- *Partie 2: Essais de caoutchouc*
- *Partie 3: Spécifications*

Les annexes A à F font partie intégrante de la présente partie de l'ISO 5795.

Ingrédients de mélange du caoutchouc — Kaolins —

Partie 1 : Méthodes d'essai (à l'exclusion des essais de caoutchouc)

AVERTISSEMENT — Les kaolins sont sujets à contenir de la silice cristalline libre (quartz). Pour éviter tout risque pour la santé, le local d'essai doit être conforme à la législation concernant les niveaux de poussière de l'atmosphère.

1 Domaine d'application

1.1 La présente partie de l'ISO 5795 prescrit des méthodes pour la détermination des principales propriétés physiques et chimiques des kaolins produits à l'état naturel (kaolins, c'est-à-dire silicates d'aluminium hydratés composites) utilisés dans les mélanges de caoutchouc.

1.2 Les kaolins naturels non traités peuvent être légèrement acides. Pour maîtriser l'effet de retardement possible d'une charge acide sur le taux de vulcanisation, de tels kaolins peuvent être traités chimiquement avec des matières neutralisant les acides (par exemple aminées) pendant la fabrication. Les kaolins naturels traités ou non sont couverts par la présente Norme internationale.

1.3 Les kaolins naturels qui ont été modifiés en surface (par exemple par traitement au silane) pour obtenir un renforcement supplémentaire du caoutchouc sont exclus du domaine d'application de la présente partie de l'ISO 5795.

1.4 Les silicates d'aluminium synthétiques et les kaolins naturels calcinés sont exclus du domaine d'application de la présente partie de l'ISO 5795.

1.5 La formule d'essai et la détermination des caractéristiques de vulcanisation (essais du kaolin dans le caoutchouc) seront décrites dans l'ISO 5795-2¹⁾.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 5795. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 5795 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 787-10 : 1981, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 10: Détermination de la masse volumique — Méthode utilisant un pycnomètre.*

ISO 842 : 1984, *Matières premières pour peintures et vernis — Échantillonnage.*

ISO 3262 : 1975, *Matières de charge pour peintures.*

3 Échantillonnage

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

4 Méthodes d'essai (à l'exclusion des essais de caoutchouc)

Voir tableau 1.

1) À publier.

Tableau 1 — Méthodes d'essai (à l'exclusion des essais de caoutchouc)

Propriété	Méthode d'essai
% de silicium [à l'état de silice (SiO ₂)]	Annexe A
% d'aluminium [à l'état d'alumine (Al ₂ O ₃)]	Annexe B
Rapport $\frac{\text{SiO}_2}{\text{Al}_2\text{O}_3}$	Annexe F
% de particules inférieures à 2 µm (en masse)	ISO 3262 : 1975, article 9
% de particules inférieures à 10 µm (en masse)	ISO 3262 : 1975, article 9
Cuivre total, mg/kg	Annexe D
Manganèse total, mg/kg	Annexe E
% de fer total	Annexe C
% du refus sur tamis de 45 µm	ISO 3262 : 1975, article 8
% du refus sur tamis de 125 µm	ISO 3262 : 1975, article 8
pH de la suspension aqueuse	ISO 3262 : 1975, article 13
% de matières volatiles à 105 °C	ISO 3262 : 1975, article 10
% de perte au feu à 1 000 °C (sur échantillon sec)	ISO 3262 : 1975, article 11
Masse volumique	ISO 787-10
Couleur	ISO 3262 : 1975, article 7

Annexe A (normative)

Détermination de la teneur en silicium — Méthode spectrométrique au molybdosilicate

A.1 Principe

Une prise d'essai est fondue en présence de carbonate de sodium. Le silicium encore insoluble dans l'acide (« silice insoluble ») est déterminé comme la perte de masse lorsqu'il est transformé en tétrafluorure de silicium volatil par de l'acide fluorhydrique. La « silice résiduelle » (c'est-à-dire le silicium rendu soluble dans l'acide par fusion) est déterminée par spectrométrie comme molybdosilicate.

Le silicium total est exprimé sous forme de silice SiO_2 , mais ceci n'implique pas la présence de silice libre (SiO_2) dans l'échantillon.

A.2 Détermination de la silice insoluble

A.2.1 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, 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 doivent être prises en mettant en œuvre la présente méthode d'analyse.

A.2.1.1 Carbonate de sodium, anhydre.

A.2.1.2 Molybdate d'ammonium, solution à 80 g/dm³.

Dissoudre 8,0 g de cristaux de molybdate d'ammonium $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ dans 80 cm³ d'eau chaude, puis diluer la solution jusqu'à 100 cm³ avec de l'eau dans une éprouvette cylindrique de 100 cm³.

Conserver la solution dans une bouteille en polyéthylène (A.2.2.1).

A.2.1.3 Sulfate de fer(II) et d'ammonium, solution à 100 g/dm³.

Dissoudre 10 g de cristaux de sulfate de fer(II) et d'ammonium $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4\cdot \text{FeSO}_4\cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ dans 60 cm³ d'eau chaude contenant 0,2 cm³ d'acide sulfurique (A.2.1.9), puis diluer la solution jusqu'à 100 cm³ avec de l'eau dans une éprouvette cylindrique de 100 cm³.

NOTE — Utiliser toujours un réactif récemment préparé.

A.2.1.4 Sulfate de fer(III) et d'ammonium, solution à 0,1 g/dm³ [calculée comme oxyde de fer(III)].

Dissoudre 0,060 3 g de cristaux de sulfate de fer(III) et d'ammonium $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2\cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ dans 60 cm³ d'eau chaude contenant 1 cm³ d'acide sulfurique (A.2.1.9), puis diluer la solution jusqu'à 100 cm³ avec de l'eau dans une éprouvette cylindrique de 100 cm³.

Conserver la solution dans une bouteille en polyéthylène (A.2.2.1).

A.2.1.5 Acide chlorhydrique, concentré, à 36 % (m/m), $\rho = 1,18 \text{ Mg/m}^3$.

A.2.1.6 Acide fluorhydrique, à 40 % (m/m).

A.2.1.7 Nitrate d'argent, solution à 10 g/dm³.

Dissoudre 1,0 g de cristaux de nitrate d'argent (AgNO_3) dans de l'eau et diluer la solution jusqu'à 100 cm³ avec de l'eau dans une éprouvette cylindrique de 100 cm³.

Conserver la solution dans une bouteille en verre ambré.

A.2.1.8 Acide sulfurique, solution à 50 % (V/V).

En prenant toutes les précautions nécessaires, ajouter 125 cm³ d'acide sulfurique [à 98 % (m/m), $\rho = 1,84 \text{ Mg/m}^3$] à 100 cm³ d'eau dans un bécher; laisser refroidir, puis diluer la solution jusqu'à environ 250 cm³ avec de l'eau dans une éprouvette cylindrique.

Conserver la solution dans une bouteille en polyéthylène (A.2.2.1).

A.2.1.9 Acide sulfurique, solution à 20 % (V/V).

En prenant toutes les précautions nécessaires, ajouter 50 cm³ d'acide sulfurique [à 98 % (m/m), $\rho = 1,84 \text{ Mg/m}^3$] à 150 cm³ d'eau dans un bécher; laisser refroidir, puis diluer la solution jusqu'à environ 250 cm³ avec de l'eau dans une éprouvette cylindrique.

Conserver la solution dans une bouteille en polyéthylène (A.2.2.1).

A.2.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

A.2.2.1 Bouteilles en polyéthylène, à bouchon à vis, de 250 cm³ et 1 dm³ de capacité.

A.2.2.2 Creusets, en platine, de 20 cm³ de capacité, munis chacun d'un couvercle en platine et d'un agitateur en platine (longueur 50 mm).

A.2.2.3 Bec Meker ou brûleur similaire, permettant d'atteindre environ 900 °C pour faciliter la fusion du carbonate de sodium et 1 100 °C pour la calcination.

A.2.2.4 Spectromètre à lumière visible, permettant de régler à une longueur d'onde de 400 nm à 800 nm.

A.2.2.5 Bécher en nickel, de 400 cm³ de capacité.

A.2.3 Mode opératoire

A.2.3.1 Prise d'essai

Mettre environ 1 g d'échantillon dans un creuset en platine (A.2.2.2), préalablement taré à 0,1 mg près, puis peser le creuset et son contenu à 0,1 mg près pour obtenir la masse de la prise d'essai (m_0).

A.2.3.2 Préparation de la prise d'essai

Ajouter 5 g de carbonate de sodium (A.2.1.1) en plusieurs fois dans le creuset, en mélangeant soigneusement avec l'agitateur en platine (voir A.2.2.2) entre chaque addition de carbonate de sodium, en gardant environ 0,5 g pour couvrir le mélange. Placer le couvercle sur le creuset, puis, avec précautions, chauffer sur le brûleur (A.2.2.3) jusqu'à ce que le contenu du creuset soit fondu. Maintenir le mélange à l'état fondu durant 30 min, puis laisser refroidir.

A.2.3.3 Détermination

A.2.3.3.1 Placer le creuset et le couvercle dans un bécher de 600 cm³, ajouter 50 cm³ d'eau chaude, couvrir avec un verre de montre, puis verser, avec précautions, 30 cm³ d'acide chlorhydrique (A.2.1.5). Placer le bécher sur une plaque chauffante à température basse (85 °C ± 5 °C) jusqu'à ce que l'échantillon en fusion se détache du creuset. Sortir le creuset du bécher, rincer le contenu du creuset, dans le bécher au jet d'eau chaude, et enlever les particules adhérentes en frottant avec une baguette en verre à embout en caoutchouc. Enlever le couvercle du creuset et le nettoyer de la même manière.

A.2.3.3.2 Évaporer le contenu du bécher jusqu'à siccité sur la plaque chauffante à basse température, puis le placer dans une étuve à 105 °C ± 5 °C et l'y laisser séjourner 1 h.

A.2.3.3.3 Laisser le bécher refroidir, puis mouiller le résidu avec 10 cm³ d'acide chlorhydrique et diluer avec 90 cm³ d'eau chaude. Chauffer pour dissoudre les sels solubles, puis filtrer dans un papier filtre, du type « sans cendres », de résistance moyenne et d'un diamètre de 12,5 cm^{*}, en recueillant le filtrat dans une fiole graduée de 500 cm³. Laver soigneusement le papier filtre et le bécher avec de l'eau chaude et frotter le bécher avec une baguette en verre à embout en caoutchouc

pour enlever les particules adhérentes. Poursuivre le lavage jusqu'à ce que les chlorures aient été enlevés [vérifier des parties de liquides de lavage sortant de l'entonnoir avec une goutte de la solution de nitrate d'argent (A.2.1.7)].

Conserver le filtrat et les liquides de lavage (F_1).

A.2.3.3.4 Mettre le papier filtre dans le creuset en platine, préalablement taré à 0,1 mg près, essuyer l'intérieur du bécher avec un morceau de papier filtre humide et le placer dans le creuset. Sécher le creuset et son contenu dans l'étuve à 105 °C ± 5 °C puis, avec précautions, allumer le brûleur. Lorsque la substance carbonée a été éliminée, poursuivre la calcination au-dessus de 1 100 °C. Laisser refroidir le creuset dans un dessiccateur et le peser à 0,1 mg près (m_1).

A.2.3.3.5 Humidifier le résidu de silice avec de l'eau, ajouter 10 gouttes de la solution d'acide sulfurique (A.2.1.9), puis 10 cm³ d'acide fluorhydrique (A.2.1.6). Placer le creuset sur la plaque chauffante et laisser se dégager les vapeurs d'acide sulfurique. Avec précautions, refouler l'acide sulfurique résiduel en chauffant sur le brûleur, puis chauffer à environ 1 000 °C durant 5 min. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser à 0,1 mg près (m_2).

A.2.4 Calcul de la masse de silice insoluble

La masse de silice insoluble, m_3 , dans la prise d'essai (A.2.3.1) est donnée, en grammes, par l'équation

$$m_3 = m_1 - m_2$$

où

m_1 est la masse, en grammes, du creuset et de son contenu avant traitement à l'acide fluorhydrique (voir A.2.3.3.4);

m_2 est la masse, en grammes, du creuset et de son contenu après traitement à l'acide fluorhydrique (voir A.2.3.3.5).

A.3 Détermination de la silice résiduelle

A.3.1 Réactifs

A.3.1.1 Silice, solution étalon mère correspondant à 1,000 g de SiO₂ par décimètre cube (préparée à partir d'une quantité de silice d'un degré de pureté élevé ou de silice précipitée qui a été calcinée à 1 100 °C à masse constante).

Fondre exactement 1,000 g de silice calcinée (pesée à 1 mg près) en présence de 5 g de carbonate de sodium (A.2.1.1) dans un creuset en platine couvert (A.2.2.2). Extraire la partie fondue avec de l'eau chaude après avoir placé le creuset dans le bécher en nickel (A.2.2.5). Laisser refroidir l'extrait et le mettre avec les liquides de rinçage du bécher et du creuset dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 cm³. Diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau.

Conserver la solution dans une bouteille en polyéthylène (A.2.2.1).

1 cm³ de cette solution étalon contient 1,000 mg de SiO₂.

*) Whatman n° 40 est un exemple de papier filtre approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs de la présente partie de l'ISO 5795 et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif du papier filtre ainsi désigné.

A.3.1.2 Silice, solution étalon correspondant à 50 mg de SiO_2 par décimètre cube.

Introduire 50,0 cm³ de la solution étalon mère de silice (A.3.1.1) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 cm³ et diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau.

1 cm³ de cette solution étalon contient 50 µg de SiO_2 .

A.3.1.3 Silice, solution étalon correspondant à 10 mg de SiO_2 par décimètre cube.

Introduire 50,0 cm³ de la solution étalon de silice (A.3.1.2) dans une fiole jaugée à un trait de 250 cm³ et diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau.

1 cm³ de cette solution étalon contient 10 µg de SiO_2 .

A.3.2 Étalonnage

A.3.2.1 Dans une série de six fioles jaugées à un trait de 100 cm³, introduire 0 cm³, 5,0 cm³, 10,0 cm³, 20,0 cm³, 30,0 cm³ et 35,0 cm³ de la solution étalon de silice (A.3.1.3). Les fioles contiendront respectivement 0 µg, 50 µg, 100 µg, 200 µg, 300 µg et 350 µg de silice (SiO_2).

A.3.2.2 Soumettre chaque partie aliquote au procédé de développement de la couleur, en commençant par A.3.3.3 « Dans chacune des fioles, ajouter 6 cm³ de la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium (A.2.1.4) ... ». Il n'est pas nécessaire de préparer une solution « B » pour chaque concentration de silice, une seule étant suffisante pour toute la gamme d'étalonnage.

A.3.2.3 Mesurer l'absorbance de chacune des solutions comme indiqué en A.3.3.7.

A.3.2.4 Porter sur un graphique les valeurs d'absorbance en fonction des concentrations de silice, en microgrammes par décimètre cube, afin d'obtenir une courbe d'étalonnage.

A.3.3 Détermination

A.3.3.1 Fondre le résidu dans le creuset en présence de 0,5 g de carbonate de sodium (A.2.1.1), laisser refroidir et extraire avec de l'eau chaude, généralement comme indiqué en A.2.3.2 et A.2.3.3.1. Avec précautions, acidifier en ajoutant goutte à goutte de l'acide chlorhydrique, puis combiner l'extrait avec le filtrat conservé (F_1) en A.2.3.3.3, et diluer à 500 cm³ pour former un filtrat dilué combiné (F_2).

A.3.3.2 Mettre deux parties aliquotes de 10 cm³ de filtrat dilué combiné (F_2) de A.3.3.1 dans deux fioles jaugées à un trait de 100 cm³ (A et B).

NOTE — La couleur bleue du molybdosilicate apparaîtra en A, tandis que B contiendra une solution de compensation.

Conserver le filtrat dilué combiné (F_2) restant pour les déterminations décrites dans les annexes B et C.

A.3.3.3 Dans chacune des fioles, ajouter 6 cm³ de la solution de sulfate de fer(III) et d'ammonium (A.2.1.4) et 1 cm³ d'acide chlorhydrique (A.2.1.5), puis une quantité suffisante d'eau distillée de façon à porter le volume à 50 cm³ ± 1 cm³, dans chaque fiole.

A.3.3.4 Dans la fiole A, ajouter 12 cm³ de la solution d'acide sulfurique (A.2.1.8), puis 10 cm³ de la solution de molybdate d'ammonium (A.2.1.2), mélanger et laisser reposer 5 min.

A.3.3.5 Dans la fiole B, ajouter 12 cm³ de la solution d'acide sulfurique, puis 10 cm³ de la solution de molybdate d'ammonium, mélanger et laisser reposer 5 min.

A.3.3.6 Dans chaque fiole, ajouter 10 cm³ de la solution de sulfate de fer(II) et d'ammonium (A.2.1.3), diluer immédiatement jusqu'à 100 cm³ avec de l'eau, mélanger et laisser reposer 15 min.

A.3.3.7 Mesurer l'absorbance de la solution A en se référant à la solution B dans des cuves de 10 mm de parcours optique, à l'aide du spectromètre (A.2.2.4) à une longueur d'onde correspondant à l'absorption maximale (environ 800 nm). Reporter la valeur de l'absorbance sur la courbe d'étalonnage (A.3.2.3) pour déterminer la masse de silice résiduelle (m_4) présente dans la partie aliquote prélevée pour la détermination.

A.3.4 Calcul de la masse de silice résiduelle

La masse de silice résiduelle, m_5 , dans la prise d'essai (A.2.3.1) est donnée, en grammes, par l'équation

$$m_5 = \frac{m_4 \times 50}{10^6}$$

où m_4 est la masse, en microgrammes, de silice résiduelle présente dans la partie aliquote prélevée pour la détermination (A.3.3).

A.4 Expression des résultats

La teneur en silicium, exprimée en pourcentage en masse de silice (SiO_2), est donnée par la formule

$$\frac{(m_3 + m_5) \times 100}{m_0}$$

où

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (A.2.3.1);

m_3 est la masse, en grammes, de silice insoluble présente dans la prise d'essai, calculée comme indiqué en A.2.4;

m_5 est la masse, en grammes, de silice résiduelle présente dans la prise d'essai, calculée comme indiqué en A.3.4.

Annexe B (normative)

Détermination de la teneur en aluminium — Méthode titrimétrique à l'EDTA

B.1 Principe

L'aluminium est rendu soluble dans l'acide par fusion en présence de carbonate de sodium. Toute présence de fer est éliminée par le cupferron, puis de l'EDTA est ajouté pour complexer l'aluminium. L'excès d'EDTA est titré en retour par une solution étalon de référence de zinc.

B.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, 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 doivent être prises en mettant en œuvre la présente méthode d'analyse.

B.2.1 Chloroforme.

B.2.2 Éthanol (Alcool éthylique).

B.2.3 Ammoniaque, solution concentrée à 35 % (*m/m*), $\rho = 0,880 \text{ Mg/m}^3$.

B.2.4 Acétate d'ammonium, solution tampon.

Ajouter 120 cm³ d'acide acétique cristallisable à 500 cm³ d'eau, mélanger, puis ajouter 74 cm³ de la solution d'ammoniaque (B.2.3), en remuant. Laisser refroidir et diluer jusqu'à 1 dm³ avec de l'eau dans une éprouvette cylindrique de 1 dm³.

B.2.5 Cupferron, solution de réactif à 60 g/dm³.

Dissoudre 6,0 g de cupferron (sel d'ammonium de la *N*-nitrosophénylhydroxylamine) [C₆H₅N(NO)ONH₄] dans 50 cm³ d'eau, puis diluer la solution jusqu'à 100 cm³ avec de l'eau dans une éprouvette cylindrique de 100 cm³. Filtrer pour éliminer les matières insolubles.

Préparer ce réactif à chaque essai.

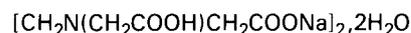
B.2.6 Zinc, solution étalon de référence, $c(1/2 \text{ Zn}_2) = 0,05 \text{ mol/dm}^3$.

Dissoudre 3,2685 g de tournures de zinc pur dans 15 cm³ d'acide chlorhydrique (A.2.1.5), dans un bécher de 100 cm³; transvaser la solution dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 cm³ et diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau.

B.2.7 Éthylènediamine tétraacétate disodique, solution titrée, $c(\text{EDTA}) \approx 0,05 \text{ mol/dm}^3$.

B.2.7.1 Préparation

Dissoudre 18,612 g de sel disodique de l'acide éthylènediamine tétraacétique



dans 800 cm³ d'eau, dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 cm³ et diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau. Étalonner cette solution par rapport à la solution étalon de référence de zinc (B.2.6) comme décrit en B.2.7.2.

B.2.7.2 Étalonnage

Prélever, à l'aide d'une pipette, 20,0 cm³ de la solution d'EDTA (B.2.7.1) et les introduire dans une fiole conique de 500 cm³, ajouter 4 gouttes de la solution d'indicateur au bleu de bromophénol (B.2.8), puis de la solution tampon d'acétate d'ammonium (B.2.4) jusqu'à ce que l'indicateur de couleur vire du bleu au jaune. Ajouter 10 cm³ de la solution tampon d'acétate d'ammonium en excès. Diluer jusqu'à environ 100 cm³ avec de l'eau, puis ajouter un volume égal d'éthanol (B.2.2). Ajouter 1 cm³ à 2 cm³ de la solution de dithizone (B.2.9) et titrer avec la solution étalon de référence de zinc (B.2.6) jusqu'à obtention d'une couleur rose permanente. Noter le volume, en centimètres cubes, de titrant utilisé (V_2).

B.2.7.3 Calcul du facteur d'étalonnage

Le facteur qui doit être appliqué au volume de la solution de sel disodique d'EDTA utilisé en B.3.2, afin qu'il puisse être exprimé exactement comme 0,05 mol/dm³ pour le calcul (article B.4), est donné par la formule

$$\frac{V_1}{V_2}$$

où

V_1 est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'EDTA utilisé en B.2.7.2 (= 20,0 cm³);

V_2 est le volume, en centimètres cubes, de la solution étalon de référence de zinc (B.2.6) utilisé pour l'étalonnage.

B.2.8 Bleu de bromophénol, solution d'indicateur à 1 g/dm³.

Dissoudre 0,10 g de bleu de bromophénol dans 1,5 cm³ de solution d'hydroxyde de sodium, $c(\text{NaOH}) = 0,1 \text{ mol/dm}^3$, puis diluer la solution jusqu'à 100 cm³ avec de l'eau dans une éprouvette cylindrique de 100 cm³.

B.2.9 Dithizone, solution d'indicateur à 0,25 g/dm³.

Dissoudre 0,025 g de dithizone (C₆H₅N₂CSNHHC₆H₅) dans 80 cm³ d'éthanol (B.2.2).

B.3 Mode opératoire

B.3.1 Verser une partie aliquote de 100 cm³ de filtrat dilué combiné (F₂ de A.3.3.1) dans une ampoule à décanter de 250 cm³, ajouter 20 cm³ d'acide chlorhydrique (A.1.5), mélanger le contenu et laisser refroidir. Ajouter 2 cm³ de la solution de cupferron (B.2.5), mélanger, puis extraire les « cupferrates » en agitant la solution durant 30 s en présence de 20 cm³ de chloroforme (B.2.1). Laisser l'extrait chloroformique se séparer, puis le soutirer et le rejeter. Extraire la solution avec 20 cm³ supplémentaires de chloroforme, laisser les couches se séparer, puis soumettre à l'essai la couche aqueuse avec 1 cm³ de la solution de cupferron : si tous les cupferrates ont été extraits, un précipité blanc éphémère du réactif se formera. Poursuivre l'extraction avec de nouvelles doses de chloroforme jusqu'à ce que les cupferrates et l'excès de cupferron soient éliminés, comme en témoignera la formation d'une couche chloroformique blanc d'eau (l'excès de cupferron donne une couleur verte au chloroforme). Rejeter tous les extraits chloroformiques.

B.3.2 Verser quantitativement la couche aqueuse dans une fiole conique de 500 cm³ et chauffer jusqu'à ébullition pour enlever les traces de chloroforme. Laisser refroidir, ajouter 4 gouttes de la solution d'indicateur au bleu de bromophénol (B.2.8), puis, avec précautions, ajouter de la solution d'ammoniacale (B.2.3) pour que l'indicateur de couleur vire du jaune au bleu. Acidifier immédiatement par addition, goutte à goutte, d'acide chlorhydrique (A.2.1.5), avec un excès de 4 à 6 gouttes. À l'aide d'une burette, ajouter suffisamment de solution d'EDTA (B.2.7) pour complexer l'aluminium présent et en laisser un excès d'au moins 2 cm³. Noter le volume, en centimètres cubes, de solution d'EDTA ajouté (V₃). Ajouter de la solution

tampon d'acétate d'ammonium (B.2.4) jusqu'à ce que le bleu de bromophénol fasse virer la couleur du jaune au bleu, puis en ajouter 10 cm³ en excès. Chauffer la solution jusqu'à ébullition et laisser bouillir durant 10 min, puis laisser refroidir à la température ambiante.

B.3.3 Diluer la solution avec un volume égal d'éthanol (B.2.2), ajouter 1 cm³ à 2 cm³ de la solution de dithizone (B.2.9), puis titrer avec la solution étalon de référence de zinc (B.2.6) jusqu'à obtention d'une couleur rose permanente. Noter le volume, en centimètres cubes, de solution étalon de référence de zinc utilisé (V₄).

B.4 Expression des résultats

La teneur en aluminium, exprimée en pourcentage en masse d'alumine (Al₂O₃), est donnée par la formule

$$\frac{(V_3 - V_4) \times 0,002\,55 \times 5 \times 100}{m_0}$$

$$= \frac{V_3 - V_4}{m_0} \times 1,275$$

où

V₃ est le volume, en centimètres cubes, de solution de sel disodique d'EDTA à exactement 0,05 mol/dm³ utilisé pour le titrage de la partie aliquote de la solution d'essai;

V₄ est le volume, en centimètres cubes, de la partie aliquote de la solution d'essai;

m₀ est la masse, en grammes, de la prise d'essai (A.2.3.1);

0,002 55 est la masse, en grammes, d'alumine correspondant à 1,00 ml de solution d'EDTA, c(EDTA) = 0,050 mol/dm³.

Annexe C (normative)

Détermination de la teneur en fer total — Méthode spectrométrique au bipyridyle-2,2'

C.1 Principe

Le fer contenu dans l'échantillon est rendu soluble dans l'acide par fusion en présence de carbonate de sodium, puis la teneur en fer total est déterminée par spectrométrie avec du bipyridyle-2,2'.

C.2 Réactifs

Au cours de l'analyse, sauf indications différentes, 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 doivent être prises en mettant en œuvre la présente méthode d'analyse.

C.2.1 Acétate d'ammonium, solution à 200 g/dm³.

Dissoudre 200 g d'acétate d'ammonium (CH₃COONH₄) dans 600 cm³ d'eau, puis diluer la solution jusqu'à 1 dm³ avec de l'eau dans une éprouvette cylindrique de 1 dm³.

C.2.2 Bipyridyle-2,2', solution à 2 g/dm³.

Dissoudre 0,2 g de bipyridyle-2,2' [(C₅H₄N)₂] dans 60 cm³ d'eau, en chauffant légèrement. Laisser refroidir et diluer jusqu'à 100 cm³ avec de l'eau dans une éprouvette cylindrique de 100 cm³.

Utiliser la solution dans les 4 semaines qui suivent sa préparation.

C.2.3 Chlorure d'hydroxylammonium, solution à 500 g/dm³.

Dissoudre 50 g de chlorure d'hydroxylammonium (HONH₂Cl) dans 50 cm³ d'eau, puis diluer la solution jusqu'à 100 cm³ avec de l'eau dans une éprouvette cylindrique de 100 cm³.

C.2.4 Fer, solution étalon mère correspondant à 1,000 mg de Fe par décimètre cube.

Dissoudre 1,000 g ± 0,001 g de fer pur dans un mélange de 10 cm³ d'eau et 5 cm³ d'acide nitrique ($\rho = 1,42 \text{ Mg/m}^3$), dans un bécher de 100 cm³. Faire bouillir pour éliminer les oxydes d'azote. Laisser refroidir et transvaser dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 cm³. Diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau.

1 cm³ de cette solution étalon contient 1,000 µg de Fe.

C.2.5 Fer, solution étalon correspondant à 50 mg de Fe par décimètre cube.

Prélever, à l'aide d'une pipette, 50,0 cm³ de la solution étalon mère de fer (C.2.4) et les introduire dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 cm³, ajouter 10 cm³ d'acide chlorhydrique (A.2.1.5), puis diluer la solution jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger.

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

C.2.6 Fer, solution étalon correspondant à 10 mg de Fe par décimètre cube.

Prélever, à l'aide d'une pipette, 50,0 ml de la solution étalon de fer (C.2.5) et les introduire dans une fiole jaugée à un trait de 250 cm³, ajouter 2,5 cm³ d'acide chlorhydrique (A.2.1.5), puis diluer la solution jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger.

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

C.3 Mode opératoire

C.3.1 Préparation de la solution d'essai

C.3.1.1 Prélever, à l'aide d'une pipette, une partie aliquote de 20,0 cm³ de filtrat dilué combiné (F₂ de A.3.3.1) et l'introduire dans une fiole jaugée à un trait de 50 cm³.

C.3.1.2 Ajouter 0,5 cm³ de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (C.2.3), 2 cm³ de la solution de bipyridyle-2,2' (C.2.2) et 10 cm³ de la solution d'acétate d'ammonium (C.2.1), diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger. Laisser reposer durant 10 min avant d'effectuer les mesurages spectrométriques (C.4.1).

C.3.2 Établissement de la courbe d'étalonnage

C.3.2.1 Dans une série de six fioles jaugées à un trait de 50 cm³, introduire 0 cm³, 5,0 cm³, 10,0 cm³, 20,0 cm³, 25,0 cm³ et 30,0 cm³ de la solution étalon de fer (C.2.6). Les fioles contiendront respectivement 0 µg, 50 µg, 100 µg, 200 µg, 250 µg et 300 µg de fer (Fe).

C.3.2.2 Soumettre chaque solution témoin au procédé de développement de la couleur (C.3.1.2).