

NORME  
INTERNATIONALE

ISO  
5796

Première édition  
1990-12-15

---

---

**Ingrédients de mélange du caoutchouc —  
Carbonate de calcium naturel — Méthodes  
d'essai**

**iTeh STANDARD PREVIEW**

*Rubber compounding ingredients — Natural calcium carbonate — Test  
methods*  
(standards.iteh.ai)

ISO 5796:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a1ba277a-a726-4368-ad7c-610eaf44d3c1/iso-5796-1990>



Numéro de référence  
ISO 5796:1990(F)

## 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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 5796 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*.

Elle annule et remplace l'ISO 5796-1:1984, à laquelle a été ajoutée une annexe concernant la classification et les propriétés physico-chimiques caractéristiques du carbonate de calcium naturel.

L'annexe A de la présente Norme internationale est donnée uniquement à titre d'information.

© ISO 1990

Droits de reproduction réservés. 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'éditeur.

Organisation internationale de normalisation  
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

# Ingrédients de mélange du caoutchouc — Carbonate de calcium naturel — Méthodes d'essai

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit des méthodes pour l'évaluation du carbonate de calcium naturel (craie ou calcite) réduit en poudre sèche pour emploi dans l'industrie du caoutchouc.

NOTE 1 La classification du carbonate de calcium naturel suivant la finesse et la pureté chimique, ainsi que les propriétés physico-chimiques caractéristiques pour le carbonate de calcium naturel utilisé dans l'industrie du caoutchouc, sont présentées dans l'annexe informative A.

## 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 Norme internationale. 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 Norme internationale 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 565:1990, *Tamis de contrôle — Tissus métalliques, tôles métalliques perforées et feuilles électroformées — Dimensions nominales des ouvertures.*

ISO 787-2:1981, *Méthodes générales d'essai des pigments et matières de charge — Partie 2: Détermination des matières volatiles à 105 °C.*

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.*

ISO 4793:1980, *Filtres frittés de laboratoire — Échelle de porosité — Classification et désignation.*

## 3 Échantillonnage

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

## 4 Méthodes d'essai

**AVERTISSEMENT** — Toutes les précautions relatives à la santé et à la sécurité doivent être observées au cours de ces essais.

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

### 4.1 Refus sur tamis

Déterminer le refus sur tamis conformément à l'ISO 3262:1975, article 8, en utilisant des tamis de contrôle de 45 µm et 125 µm d'ouvertures conformes aux prescriptions de l'ISO 565.

### 4.2 Carbonate de calcium (sur échantillon sec)

Déterminer la teneur en carbonate de calcium conformément à l'ISO 3262:1975, article 16.

### 4.3 Perte à la chaleur à 105 °C

Déterminer la perte à la chaleur à 105 °C conformément à l'ISO 787-2.

#### 4.4 Perte au feu à 1 000 °C (sur échantillon sec)

Déterminer la perte au feu à 1 000 °C conformément à l'ISO 3262:1975, article 11.

#### 4.5 Matières insolubles dans l'acide chlorhydrique

##### 4.5.1 Réactif

##### 4.5.1.1 Acide chlorhydrique, solution à 73 g/dm<sup>3</sup>.

Diluer 170 cm<sup>3</sup> d'acide chlorhydrique concentré ( $\rho = 1,18 \text{ g/cm}^3$ ) à 1 dm<sup>3</sup> avec de l'eau et homogénéiser.

##### 4.5.2 Appareillage

**4.5.2.1 Bêcher**, de 250 cm<sup>3</sup> de capacité, **verre de montre**, adéquat pour couvrir le bêcher, et **baguette de verre** appropriée pour agiter.

**4.5.2.2 Balance analytique**, précise à 1 mg.

**4.5.2.3 Creusets en verre fritté**, classe de porosité P 40 conforme aux prescriptions de l'ISO 4793.

**4.5.2.4 Étuve**, pouvant maintenir une température de  $105 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ .

**4.5.2.5 Dessiccateur**.

##### 4.5.3 Mode opératoire

**4.5.3.1** Peser, à 1 mg près, environ 2 g d'échantillon dans le bêcher (4.5.2.1).

**4.5.3.2** Verser dans le bêcher 100 cm<sup>3</sup> de la solution d'acide chlorhydrique (4.5.1.1) et couvrir avec le verre de montre.

**4.5.3.3** Agiter doucement le mélange à température ambiante, en évitant la formation de mousse, porter à ébullition douce ce mélange et maintenir celle-ci durant 5 min à 10 min, puis laisser refroidir 30 min à 60 min en remuant de temps à autre.

**4.5.3.4** Filtrer les matières insolubles dans le creuset (4.5.2.3) préalablement lavé à l'eau, séché à 105 °C et pesé. Laver à l'eau jusqu'à ce que les eaux de lavage soient exemptes de chlorure. Rejeter le filtrat et les eaux de lavage.

**4.5.3.5** Sécher jusqu'à masse constante le creuset contenant le résidu insoluble dans l'étuve (4.5.2.4) réglée à  $105 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ , c'est-à-dire jusqu'à ce que la variation de masse soit inférieure à 1 mg après séchage à l'étuve, refroidissement et pesée ultérieurs.

**4.5.3.6** Mettre à refroidir dans le dessiccateur (4.5.2.5).

**4.5.3.7** Peser à 1 mg près.

##### 4.5.4 Expression des résultats

Les matières insolubles dans l'acide chlorhydrique, exprimées en pourcentage en masse, sont données par la formule

$$\frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100$$

où

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_1$  est la masse, en grammes, du creuset vide;

$m_2$  est la masse, en grammes, du creuset contenant les matières insolubles.

Exprimer le résultat à 0,1 % ( $m/m$ ) près.

#### 4.6 Alcalinité

##### 4.6.1 Réactifs

**4.6.1.1 Eau distillée**, bouillie pour en éliminer le dioxyde de carbone.

**4.6.1.2 Phénolphthaléine**, solution à 0,5 % ( $m/m$ ) dans de l'éthanol à 95 % ( $V/V$ ).

**4.6.1.3 Acide chlorhydrique**, solution titrée,  $c(\text{HCl}) = 0,01 \text{ mol/dm}^3$ .

##### 4.6.2 Appareillage

**4.6.2.1 Balance analytique**, précise à 1 mg.

**4.6.2.2 Fiole conique à col étroit**, de 250 cm<sup>3</sup> de capacité.

**4.6.2.3 Papier filtre**, à texture serrée.

**4.6.2.4 Burette**, précise à 0,1 cm<sup>3</sup>.

##### 4.6.3 Mode opératoire

**4.6.3.1** Peser, à 1 mg près, environ 10 g d'échantillon et placer cette prise d'essai dans la fiole conique (4.6.2.2). Ajouter 150 cm<sup>3</sup> d'eau distillée (4.6.1.1). Laisser en contact 1 h en agitant de temps à autre.

**4.6.3.2** Filtrer le mélange sur le papier filtre (4.6.2.3) en retenant tout le résidu sur le filtre. Rincer trois fois avec un minimum d'eau distillée en ajoutant les eaux de lavage au filtrat.

**4.6.3.3** Ajouter quelques gouttes de la solution de phénolphthaléine (4.6.1.2) comme indicateur dans le filtrat et titrer avec la solution d'acide chlorhydrique (4.6.1.3) jusqu'à décoloration. Lire le volume utilisé pour le titrage à 0,1 cm<sup>3</sup> près.

#### 4.6.4 Expression des résultats

L'alcalinité, exprimée en grammes de carbonate de sodium (Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) pour 100 g d'échantillon, est donnée par la formule

$$\frac{V_c \times 0,00053}{m} \times 100$$

où

*V* est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'acide chlorhydrique (4.6.1.3) utilisé pour le titrage;

*c* est la concentration réelle, exprimée en moles de HCl par décimètre cube, de la solution d'acide chlorhydrique (4.6.1.3);

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

0,00053 est la masse, en grammes, de carbonate de sodium correspondant à 1,00 cm<sup>3</sup> de solution d'acide chlorhydrique, *c*(HCl) = 0,010 mol/dm<sup>3</sup>.

**4.7.1.2.2** **Fiole jaugée**, de 250 cm<sup>3</sup> de capacité.

**4.7.1.2.3** **Creuset en platine**, de 20 cm<sup>3</sup> de capacité.

**4.7.1.2.4** **Four à moufle**.

**4.7.1.2.5** **Hotte à fumées**.

**4.7.1.2.6** **Triangle de quartz**.

**4.7.1.2.7** **Balance analytique**, précise à 1 mg.

#### 4.7.1.3 Mode opératoire

**4.7.1.3.1** Peser, à 1 mg près, environ 5 g d'échantillon dans le bécher (4.7.1.2.1). Dissoudre la prise d'essai avec précaution dans 25 cm<sup>3</sup> d'eau et 15 cm<sup>3</sup> d'acide nitrique (4.7.1.1.1), et porter à ébullition. Si une mousse tend à se former lors de la dissolution de la prise d'essai, la casser en ajoutant quelques gouttes d'alcool octylique (4.7.1.1.4).

**4.7.1.3.2** Filtrer sur papier filtre à texture moyenne, laver le filtre avec de l'eau chaude, et laisser refroidir l'ensemble filtrat + eaux de lavage. Transvaser la solution dans la fiole jaugée (4.7.1.2.2) et conserver pour l'étape 4.7.1.3.7.

**4.7.1.3.3** Retirer le papier filtre, le plier soigneusement pour englober la totalité du résidu, et le placer dans le creuset en platine (4.7.1.2.3). Chauffer doucement jusqu'à siccité, puis augmenter le chauffage pour carboniser le papier. Placer ensuite le creuset dans le four à moufle (4.7.1.2.4) réglé à 1 000 °C ± 50 °C et l'y maintenir durant 30 min pour oxyder et consumer totalement le culot de carbonisation.

**4.7.1.3.4** Refroidir le creuset et y ajouter 2 cm<sup>3</sup> de la solution d'acide fluorhydrique (4.7.1.1.2) goutte à goutte de façon que tout le contenu du creuset soit mouillé. Ajouter alors goutte à goutte 0,5 cm<sup>3</sup> de la solution d'acide sulfurique (4.7.1.1.3).

Placer le creuset sur une plaque chauffante sous la hotte à fumées (4.7.1.2.5), et évaporer jusqu'à siccité en évitant les surchauffes et les possibles projections et bouillonnements. Poursuivre le chauffage jusqu'à l'apparition de fumées blanches.

**4.7.1.3.5** Transférer le creuset encore sous la hotte à fumées sur le triangle de quartz (4.7.1.2.6), et chauffer jusqu'au rouge sombre et jusqu'à disparition des fumées blanches.

**4.7.1.3.6** Laisser refroidir le creuset. Y ajouter 5 cm<sup>3</sup> d'eau et 1 cm<sup>3</sup> d'acide nitrique (4.7.1.1.1), et chauffer sur une plaque chauffante. Agiter avec une baguette de verre pour dissoudre tous les sels.

## 4.7 Teneur totale en cuivre, manganèse et fer

### 4.7.1 Préparation de la solution mère d'essai

#### 4.7.1.1 Réactifs

**4.7.1.1.1** **Acide nitrique**,  $\rho = 1,42$  g/cm<sup>3</sup>.

**4.7.1.1.2** **Acide fluorhydrique**, solution à 40 % (*m/m*).

**4.7.1.1.3** **Acide sulfurique**, solution à 50 % (*V/V*).

**4.7.1.1.4** **Alcool octylique (Octan-1-ol)**.

**4.7.1.1.5** **Acide chlorhydrique**,  $\rho = 1,18$  g/cm<sup>3</sup>.

#### 4.7.1.2 Appareillage

**4.7.1.2.1** **Bécher**, de 250 cm<sup>3</sup> de capacité.

**4.7.1.3.7** Refroidir et transvaser la solution quantitativement dans la fiole jaugée (voir 4.7.1.3.2) contenant la fraction originale soluble dans l'acide, en rinçant complètement le creuset à l'eau, les eaux de rinçage étant recueillies dans la fiole jaugée.

**4.7.1.3.8** Diluer au trait repère avec de l'eau.

La fiole contient maintenant la solution mère d'essai dont les parties aliquotes seront nécessaires à la détermination de la teneur totale en cuivre, en manganèse et en fer.

## 4.7.2 Cuivre (total)

### 4.7.2.1 Réactifs

**4.7.2.1.1 Biquinolyle**, solution.

Dissoudre 0,03 g de 2,2'-biquinolyle dans 100 cm<sup>3</sup> d'alcool *n*-hexylique (4.7.2.1.8) fraîchement distillé en présence d'hydroxyde de sodium solide.

**4.7.2.1.2 Chlorure d'hydroxylammonium**, solution.

Dissoudre 25 g de chlorure d'hydroxylammonium dans environ 80 cm<sup>3</sup> d'eau, filtrer si nécessaire, et diluer à 100 cm<sup>3</sup>.

S'il se trouve une quantité appréciable de cuivre dans la solution, extraire avec des portions successives de 10 cm<sup>3</sup> d'une solution de dithizone à 0,1 % (*m/m*) dans du tétrachlorure de carbone jusqu'à disparition de la coloration violette due au cuivre, d'où aucun changement dans la couleur verte de la solution de dithizone. Ensuite, extraire la solution avec du tétrachlorure jusqu'à disparition, dans la solution aqueuse, de toute coloration.

**4.7.2.1.3 Acétate de sodium**, solution tampon.

Dissoudre 136 g d'acétate de sodium trihydraté dans de l'eau et diluer à 1 dm<sup>3</sup>. Si le réactif contient plus qu'une simple trace de cuivre, purifier cette solution par extraction avec la solution de dithizone à 0,1 % (*m/m*) dans du tétrachlorure de carbone comme il a été fait avec la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.7.2.1.2).

**4.7.2.1.4 Hydroquinone**, solution.

Dissoudre 1 g d'hydroquinone dans 100 cm<sup>3</sup> d'éthanol bidistillé.

**4.7.2.1.5 Cuivre**, solution étalon mère.

Dissoudre exactement 0,1 g de cuivre pur dans 3 cm<sup>3</sup> d'acide nitrique (4.7.1.1.1), ajouter 1 cm<sup>3</sup> de la solution d'acide sulfurique (4.7.1.1.3) et évaporer sous la hotte à fumées jusqu'à l'apparition de fu-

mées blanches. Laisser refroidir, dissoudre le résidu dans de l'eau et diluer à 500 cm<sup>3</sup>.

1 cm<sup>3</sup> de cette solution contient 200 µg de Cu.

**4.7.2.1.6 Cuivre**, solution étalon à 4 µg/cm<sup>3</sup>.

Diluer exactement 5 cm<sup>3</sup> de la solution étalon mère de cuivre (4.7.2.1.5) à 250 cm<sup>3</sup> avec de l'eau.

1 cm<sup>3</sup> de cette solution contient 4 µg de Cu. Cette solution sera utilisée pour l'étalonnage des cuves de 1 cm du spectromètre.

**4.7.2.1.7 Cuivre**, solution étalon à 1 µg/cm<sup>3</sup>.

Pour l'étalonnage des cuves de 4 cm, diluer exactement 5 cm<sup>3</sup> de la solution étalon mère de cuivre (4.7.2.1.5) à 1 000 cm<sup>3</sup> avec de l'eau de façon à obtenir une solution contenant 1 µg de Cu par centimètre cube.

**4.7.2.1.8 Alcool *n*-hexylique (Hexan-1-ol)**.

### 4.7.2.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**4.7.2.2.1 Balance**, précise à 0,1 mg.

**4.7.2.2.2 Spectromètre**, apte à fonctionner à 540 nm, équipé de cuves de 1 cm et 4 cm d'épaisseur respective.

**4.7.2.2.3 Ampoules à décanter**, de 250 cm<sup>3</sup> de capacité.

**4.7.2.2.4 Fiole jaugée**, de 10 cm<sup>3</sup> de capacité.

### 4.7.2.3 Mode opératoire

**4.7.2.3.1** Transvaser une partie aliquote de 100 cm<sup>3</sup> de la solution mère d'essai (4.7.1) dans une ampoule à décanter (4.7.2.2.3), et ajouter 2,5 cm<sup>3</sup> de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.7.2.1.2) et 25 cm<sup>3</sup> de la solution tampon d'acétate de sodium (4.7.2.1.3).

**4.7.2.3.2** Agiter avec 6 cm<sup>3</sup> de la solution de biquinolyle (4.7.2.2.1) durant 5 min et laisser décanter.

**4.7.2.3.3** Transvaser la phase aqueuse inférieure dans une seconde ampoule à décanter, ajouter 2 cm<sup>3</sup> de la solution de chlorure d'hydroxylammonium et extraire à nouveau avec 2,5 cm<sup>3</sup> de la solution de biquinolyle.

**4.7.2.3.4** Séparer les phases et extraire à nouveau la phase aqueuse avec 2 cm<sup>3</sup> de la solution de biquinolyle.



**4.7.2.3.5** Combiner les trois extraits organiques dans la fiole jaugée (4.7.2.2.4), contenant 0,5 cm<sup>3</sup> de la solution d'hydroquinone (4.7.2.1.4), et diluer au trait repère avec de l'alcool *n*-hexylique (4.7.2.1.8).

**4.7.2.3.6** Mesurer l'absorbance de la solution dans des cuves de 1 cm ou 4 cm à l'aide du spectromètre (4.7.2.2.2) réglé à une longueur d'onde de 540 nm.

**4.7.2.3.7** Mesurer également l'absorbance (à la même longueur d'onde) d'une solution à blanc préparée de la même manière que la solution d'essai, mais ne contenant pas d'échantillon. Soustraire l'absorbance de cette solution à blanc de l'absorbance trouvée en 4.7.2.3.6.

**4.7.2.3.8** Obtenir la quantité de cuivre présente dans la partie aliquote (4.7.2.3.1) au moyen de la courbe d'étalonnage (4.7.2.4.3).

#### 4.7.2.4 Étalonnage

Utiliser la solution étalon de cuivre (4.7.2.1.6) pour étalonner la cuve de 1 cm et la solution étalon de cuivre (4.7.2.1.7) pour la cuve de 4 cm.

**4.7.2.4.1** Transvaser des parties aliquotes de 0 à 25 cm<sup>3</sup> dans des ampoules à décanter (4.7.2.2.3), ajouter 1,5 cm<sup>3</sup> d'acide chlorhydrique concentré et diluer chaque solution à 100 cm<sup>3</sup> avec de l'eau.

**4.7.2.4.2** Ajouter la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.7.2.1.2) et la solution tampon (4.7.2.1.3), extraire le cuivre avec la solution de biquinolyle (4.7.2.1.1), puis mesurer les absorbances comme prescrit en 4.7.2.3.6.

**4.7.2.4.3** Porter sur un graphique la relation absorbance-concentration de cuivre pour la gamme 0 à 25 µg de Cu (cuves de 4 cm) de façon à obtenir la courbe d'étalonnage.

**NOTE 2** Une solution contenant 25 µg de Cu dans 10 cm<sup>3</sup> d'extrait organique devrait avoir une absorbance d'environ 0,984 dans les cuves de 4 cm, ou d'environ 0,246 dans celles de 1 cm.

#### 4.7.2.5 Expression des résultats

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

$$\frac{2,5m_2}{m_1}$$

$m_1$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_2$  est la masse, en microgrammes, de cuivre trouvée dans la partie aliquote.

#### 4.7.3 Manganèse (total)

##### 4.7.3.1 Réactifs

###### 4.7.3.1.1 Acide phosphorique, solution.

À 700 cm<sup>3</sup> d'eau, ajouter 200 cm<sup>3</sup> d'acide orthophosphorique ( $\rho = 1,75$  g/cm<sup>3</sup>). Refroidir et diluer à 1 dm<sup>3</sup>.

###### 4.7.3.1.2 Manganèse, solution étalon.

Dissoudre 0,143 6 g de permanganate de potassium dans 250 cm<sup>3</sup> d'eau, réduire avec un très léger excès de dioxyde de soufre gazeux dissous dans de l'eau et diluer à 500 cm<sup>3</sup>.

1 cm<sup>3</sup> de cette solution contient 100 µg de Mn.

###### 4.7.3.1.3 Periodate de potassium.

##### 4.7.3.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

###### 4.7.3.2.1 Balance, précise à 0,1 mg.

**4.7.3.2.2 Spectromètre**, apte à fonctionner entre 520 nm et 525 nm, équipé de cuves de 4 cm d'épaisseur.

###### 4.7.3.2.3 Fiole jaugée, de 100 cm<sup>3</sup> de capacité.

###### 4.7.3.2.4 Bêchers, de 250 cm<sup>3</sup> de capacité.

##### 4.7.3.3 Mode opératoire

**4.7.3.3.1** Transvaser une partie aliquote de 50 cm<sup>3</sup> de la solution mère d'essai (4.7.1) dans un bécher de 250 cm<sup>3</sup> (4.7.3.2.4), et ajouter 25 cm<sup>3</sup> de la solution d'acide phosphorique (4.7.3.1.1) et 0,5 g de periodate de potassium (4.7.3.1.3).

**4.7.3.3.2** Porter à ébullition et agiter doucement jusqu'à ce qu'apparaisse la coloration rose du permanganate.

**4.7.3.3.3** Faire bouillir doucement la solution durant 3 min à 4 min, refroidir et diluer à 100 cm<sup>3</sup> dans la fiole jaugée (4.7.3.2.3).

Remplir une cuve du spectromètre (4.7.3.2.2) avec cette solution.

**4.7.3.3.4** Mesurer l'absorbance de la solution dans la cuve à une longueur d'onde comprise entre 520 nm et 525 nm.

**4.7.3.3.5** Mesurer de façon analogue la solution à blanc et soustraire cette valeur de l'absorbance de la solution d'essai.

4.7.3.3.6 Lire la masse de manganèse, en microgrammes, sur la courbe d'étalonnage (4.7.3.4).

#### 4.7.3.4 Étalonnage

Dans une série de béchers de 250 cm<sup>3</sup> (4.7.3.2.4), introduire des volumes mesurés avec précision de la solution étalon de manganèse (4.7.3.1.2) couvrant une gamme comprise entre 0 et 30 cm<sup>3</sup>. Traiter le contenu de chaque bécher comme prescrit en 4.7.3.3 et tracer la courbe d'étalonnage en portant sur un graphique la masse de manganèse, en microgrammes, en fonction de l'absorbance.

#### 4.7.3.5 Expression des résultats

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

$$\frac{5m_3}{m_1}$$

où

$m_1$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_3$  est la masse, en microgrammes, de manganèse trouvée dans la partie aliquote.

4.7.4.1.5 **Chlorure d'hydroxylammonium**, solution aqueuse à 5 g/100 cm<sup>3</sup>.

#### 4.7.4.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.7.4.2.1 **Balance**, précise à 0,1 mg.

4.7.4.2.2 **Spectromètre**, apte à fonctionner à 520 nm, équipé de cuves de 1 cm d'épaisseur.

4.7.4.2.3 **Fioles jaugées**, de 50 cm<sup>3</sup> et 1 000 cm<sup>3</sup> de capacité respective.

4.7.4.2.4 **pH-mètre** ou **papier indicateur de pH**, sensible à 0,1 unité de pH.

#### 4.7.4.3 Mode opératoire

4.7.4.3.1 Transvaser une partie aliquote de 10 cm<sup>3</sup> de la solution mère d'essai (4.7.1) dans un bécher de 100 cm<sup>3</sup>, et ajouter de la solution tampon d'acétate de sodium (4.7.4.1.2) jusqu'à pH 4,8 à 5,0.

4.7.4.3.2 Ajouter 1 cm<sup>3</sup> de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (4.7.4.1.5) et 5 cm<sup>3</sup> de la solution de bipyridyle (4.7.4.1.1). Transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 50 cm<sup>3</sup> (4.7.4.2.3) et diluer au trait repère avec de l'eau.

4.7.4.3.3 Mesurer l'absorbance de la solution dans des cuves de 1 cm à l'aide du spectromètre (4.7.4.2.2) réglé à une longueur d'onde de 520 nm.

4.7.4.3.4 Mesurer également l'absorbance (à la même longueur d'onde et dans une cuve de même parcours optique) d'une solution à blanc préparée de la même manière que la solution d'essai, mais ne contenant pas d'échantillon. Soustraire l'absorbance de cette solution à blanc de l'absorbance trouvée en 4.7.4.3.3.

Lire la masse de fer, en microgrammes, sur la courbe d'étalonnage (4.7.4.4).

#### 4.7.4.4 Étalonnage

Dans une série de fioles jaugées de 50 cm<sup>3</sup> (4.7.4.2.3), introduire des volumes mesurés avec précision de la solution étalon de fer (4.7.4.1.4) couvrant une gamme comprise entre 0 et 10 cm<sup>3</sup>. Traiter le contenu de chaque fiole comme prescrit en 4.7.4.3 et tracer la courbe d'étalonnage en portant sur un graphique la masse de fer, en microgrammes, en fonction de l'absorbance.

#### 4.7.4 Fer (total)

##### 4.7.4.1 Réactifs

##### 4.7.4.1.1 Bipyridyle, solution.

Dissoudre 0,2 g de 2,2'-bipyridyle dans 100 cm<sup>3</sup> de solution d'acide chlorhydrique à 7,3 g/dm<sup>3</sup>.

##### 4.7.4.1.2 Acétate de sodium, solution tampon.

Dissoudre 136 g d'acétate de sodium trihydraté dans de l'eau et diluer à 1 dm<sup>3</sup>.

##### 4.7.4.1.3 Fer, solution étalon mère.

Dissoudre exactement 0,5 g de fer pur dans 15 cm<sup>3</sup> de solution d'acide chlorhydrique à 73 g/dm<sup>3</sup> (4.5.1.1), transvaser dans une fiole jaugée de 1000 cm<sup>3</sup> et diluer au trait repère avec de l'eau.

##### 4.7.4.1.4 Fer, solution étalon.

Diluer exactement 25 cm<sup>3</sup> de la solution étalon mère de fer (4.7.4.1.3) à 250 cm<sup>3</sup> avec de l'eau.

1 cm<sup>3</sup> de cette solution contient 50 µg de Fe.



#### 4.7.4.5 Expression des résultats

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

$$\frac{25m_4}{m_1}$$

où

$m_1$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai;

$m_4$  est la masse, en microgrammes, de fer trouvée dans la partie aliquote.

## 5 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) identification complète de l'échantillon;
- c) conditions d'essai;
- d) masse de la prise d'essai;
- e) résultats obtenus;
- f) tout changement apporté à la présente Norme internationale qui pourrait avoir affecté les résultats d'essai.

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

ISO 5796:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a1ba277a-a726-4368-ad7c-610eaf44d3c1/iso-5796-1990>