
NORME INTERNATIONALE



420

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

Bromure de potassium de qualité photographique — Spécifications

Photographic grade potassium bromide — Specification

Première édition — 1976-07-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 420:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/def1449b-f405-41c9-9c28-ca8b1793d980/iso-420-1976>

CDU 771.7 : 661.832.341

Réf. n° : ISO 420-1976 (F)

Descripteurs : produit photographique, bromure de potassium, spécification de matière, analyse chimique, essai, impureté.

Prix basé sur 6 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration des Normes Internationales est confiée aux Comités Techniques 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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 42 a examiné la Recommandation ISO/R 420 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. La présente Norme Internationale remplace donc la Recommandation ISO/R 420-1965.

La Recommandation ISO/R 420 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Allemagne	Italie	Suède
Belgique	Japon	Suisse
Brésil	Nouvelle-Zélande	U. R. S. S.
Canada	Pays-Bas	U. S. A.
Chili	Roumanie	
France	Royaume-Uni	

Aucun Comité Membre n'avait désapprouvé la Recommandation.

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 420 en Norme Internationale.

Bromure de potassium de qualité photographique — Spécifications

0 INTRODUCTION

La présente Norme Internationale fait partie d'une série de spécifications concernant les produits chimiques de qualité photographique, couramment utilisés pour le traitement des surfaces photosensibles. Ces spécifications ont été conçues en vue d'établir des critères de pureté permettant de définir une qualité usuelle et économique, afin d'éviter les erreurs de traitement qui peuvent résulter de l'emploi de produits chimiques de qualité inférieure. Elles ont également pour objet de fournir aux fabricants, fournisseurs et utilisateurs, des spécifications dignes de confiance, et facilement disponibles, au sujet des produits chimiques photographiques de qualité satisfaisante.

Un produit chimique de qualité photographique est un produit conforme aux spécifications de la Norme Internationale correspondante. Ces spécifications fixent des normes de pureté, indiquent les concentrations limites, et décrivent les méthodes d'essai concernant certaines impuretés inertes ou photographiquement nuisibles, pouvant être présentes dans les produits.

À l'origine, ces spécifications étaient basées sur des données applicables aux traitements photographiques en noir et blanc, mais, de plus en plus, l'attention s'est portée sur les exigences requises par le traitement pour la couleur. L'expérience acquise à ce jour montre que les produits chimiques qui répondent aux présentes spécifications conviennent aux traitements d'usage courant pour la couleur.

0.1 Spécifications

Ces spécifications définissent les qualités chimiques et physiques requises. Bien que l'on reconnaisse que le critère idéal de la qualité d'un produit chimique à usage photographique est son succès dans un essai photographique, l'expérience montre que, du point de vue pratique, les méthodes d'essais physiques et chimiques conviennent en général. L'industrie photographique a accumulé un ensemble complet d'essais chimiques de cet ordre, concernant les impuretés. Ces essais, qui sont en corrélation avec les effets photographiques qui leur sont imputables, ont été introduits dans ces spécifications. Les essais chimiques sont en général plus sensibles, moins variables et moins coûteux que les essais photographiques.

Les exigences de pureté sont aussi peu sévères que possible, eu égard aux objectifs indiqués ici. Si, cependant la pureté

d'un produit chimique d'usage courant dépasse les besoins réels du traitement photographique, sans que son emploi entraîne d'inconvénients d'ordre économique, les critères de pureté ont été fixés de manière à profiter de la meilleure qualité du produit.

L'on s'est efforcé de réduire au minimum le nombre de spécifications concernant chaque produit. Les spécifications ne concernent, en général, que les impuretés photographiquement nuisibles qui, d'après l'expérience, peuvent être présentes. Les teneurs en impuretés inertes sont limitées par les spécifications relatives à la pureté du produit analysé.

Des méthodes de dosage ont été indiquées. Une spécification satisfaisante au sujet d'un dosage n'est pas seulement une assurance de pureté chimique, mais également un complément de valeur à l'essai d'identification. Le dosage est prévu sur des échantillons non séchés, parce que les produits chimiques destinés aux traitements photographiques sont normalement utilisés tels quels.

Des essais d'identification ont été introduits chaque fois qu'il existe une possibilité qu'un autre produit chimique ou qu'un mélange de produits chimiques puisse satisfaire aux autres essais.

Toutes les conditions énumérées au chapitre 3 pour chaque spécification sont impératives. L'aspect physique du produit et les notes en bas de page sont donnés uniquement à titre d'information et ne font pas partie des conditions requises.

0.2 Choix des méthodes d'essai

L'on s'est efforcé d'indiquer seulement des essais pouvant être effectués dans n'importe quel laboratoire normalement équipé et d'éviter, dans la mesure du possible, les essais qui demandent un équipement ou des techniques hautement spécialisés. Des méthodes instrumentales ont été spécifiées comme variantes seulement, ou lorsqu'il n'existe aucune autre méthode satisfaisante.

Bien que les méthodes d'essai indiquées dans cette spécification soient recommandées, l'utilisation d'autres méthodes équivalentes est autorisée. En cas de désaccord dans les résultats, la méthode spécifiée fera foi. Cependant, lorsqu'une clause indique «doit satisfaire à l'essai», aucune autre méthode ne doit être utilisée.

0.3 Réactifs

Des efforts ont été faits pour réduire le nombre des réactifs utilisés dans cette série de spécifications. Les méthodes de préparation et de normalisation sont indiquées chaque fois qu'elles ont été jugées peu courantes, ou qu'une méthode normalisée est préférable.

Les détails sur la préparation et la normalisation d'un réactif figurent dans chaque spécification qui fait intervenir ce réactif, de manière que chaque spécification se suffise à elle-même.

1 OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

La présente Norme Internationale fixe les spécifications de pureté et spécifie les méthodes d'essai du bromure de potassium à usage photographique.

2 DÉFINITION DU PRODUIT

Le bromure de potassium se présente sous la forme de cristaux blancs ou d'une poudre cristalline. Sa formule chimique est KBr et sa masse moléculaire est 119,0.

3 SPÉCIFICATIONS

3.1 Titre

Le titre, déterminé selon la méthode décrite en 4.1 et exprimé en KBr, ne doit pas être inférieur à 99,0 % (*m/m*) ni supérieur à 100,3 % (*m/m*).

3.2 Aspect de la solution

Une solution aqueuse, préparée et examinée selon la méthode décrite en 4.2, doit être limpide et exempte de tout sédiment autre qu'une légère floculation.

3.3 Teneur en calcium, magnésium et autres matières insolubles dans l'hydroxyde d'ammonium

La teneur en matières insolubles dans l'hydroxyde d'ammonium, déterminée selon la méthode décrite en 4.3, ne doit pas être supérieure à 0,3 % (*m/m*).

3.4 Matières volatiles à 105 °C

La teneur en matières volatiles à 105 °C, déterminée selon la méthode décrite en 4.4, ne doit pas être supérieure à 0,3 % (*m/m*).

3.5 Alcalinité

L'alcalinité, exprimée en hydroxyde de potassium (KOH), ne doit pas être supérieure à 0,015 % (*m/m*).

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.5.

3.6 Acidité

L'acidité, exprimée en bromure d'hydrogène (HBr), ne doit pas être supérieure à 0,010 % (*m/m*).

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.6.

3.7 Teneur en chlorures

La teneur en chlorures, exprimée en chlorure de potassium (KCl), ne doit pas être supérieure à 0,5 % (*m/m*).

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.7; la turbidité obtenue dans la solution d'essai ne doit pas être supérieure à celle obtenue dans la solution témoin.

3.8 Teneur en iodures

La teneur en iodures ne doit pas être supérieure à celle permise par l'essai limite décrit en 4.8, la couche de tétrachlorure de carbone ou chloroformique ne doit pas prendre une teinte violette.

3.9 Teneur en sulfures

La teneur en sulfures, exprimée en sulfure de potassium (K₂S), ne doit pas être supérieure à 8 mg/kg.

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.9; la coloration obtenue dans la solution d'essai ne doit pas être supérieure à celle obtenue dans la solution témoin.

3.10 Teneur en substances oxydantes

La teneur en substances oxydantes ne doit pas être supérieure à celle permise par l'essai limite décrit en 4.10; la coloration obtenue dans la solution d'essai ne doit pas être supérieure à celle obtenue dans la solution témoin.

3.11 Teneur en métaux lourds

La teneur en métaux lourds, exprimée en plomb (Pb), ne doit pas être supérieure à 20 mg/kg.

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.11; la coloration obtenue dans la solution d'essai ne doit pas être supérieure à celle obtenue dans la solution témoin.

3.12 Teneur en fer

La teneur en fer, exprimée en fer (Fe), ne doit pas être supérieure à 20 mg/kg.

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.12; la coloration obtenue dans la solution d'essai ne doit pas être supérieure à celle obtenue dans la solution témoin.

4 MÉTHODES D'ESSAI

Les réactifs utilisés pour les essais doivent être des produits chimiques de qualité reconnue pour réactifs normalement utilisés dans les travaux d'analyse fine. Dans toutes les instructions, les acides et l'hydroxyde d'ammonium cités doivent être utilisés à la concentration maximale, à moins

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 420:1976
Hard copy for sale at the following URL:
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/9-0-2019-0119/iso-420-1976>

qu'une dilution déterminée ne soit spécifiée. La dilution est exprimée en concentration molaire (molarité)¹⁾ lorsque le titrage du réactif est exigé. Lorsque la dilution est indiquée sous la forme (1 + x), cela signifie qu'un volume du réactif ou de la solution concentrée est ajouté à x volumes d'eau distillée.

Lorsque l'utilisation d'eau est spécifiée, il s'agit d'eau distillée ou d'une eau de pureté au moins équivalente obtenue selon d'autres moyens.

4.1 Détermination du titre

4.1.1 Réactifs

4.1.1.1 Acide nitrique, solution diluée (1 + 9).

4.1.1.2 Sulfate double d'ammonium et de fer(III), solution à 50 g/l.

4.1.1.3 Nitrate d'argent, solution titrée 0,1 M.

4.1.1.4 Thiocyanate d'ammonium, solution titrée 0,1 M.

4.1.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.1.2.1 Burette, de capacité 50 ml, conforme à l'ISO/R 385, classe A.

4.1.2.2 Pipette, de capacité 50 ml, conforme à l'ISO/R 648, classe A.

4.1.3 Mode opératoire

Peser, à 0,001 g près, 0,4 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 50 ml d'eau. Ajouter 5 ml de la solution d'acide nitrique (4.1.1.1), puis 50,00 ml de la solution titrée de nitrate d'argent (4.1.1.3) à l'aide de la pipette (4.1.2.2). Agiter soigneusement, ajouter 2 ml de la solution de sulfate double d'ammonium et de fer(III) (4.1.1.2) et titrer l'excès de nitrate d'argent avec la solution titrée de thiocyanate d'ammonium (4.1.1.4) jusqu'au premier virage.

4.1.4 Expression des résultats

Le titre, exprimé en pourcentage en masse de bromure de potassium (KBr), est donné par la formule

$$\frac{11,90 (50 T_1 - V T_2)}{m}$$

où

V est le volume, en millilitres, de la solution de thiocyanate d'ammonium (4.1.1.4) utilisé pour le titrage;

T₁ est la molarité exacte de la solution de nitrate d'argent (4.1.1.3);

T₂ est la molarité exacte de la solution de thiocyanate d'ammonium (4.1.1.4);

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

NOTE — Les limites du titre sont basées sur le matériau tel qu'il est reçu et ne sont pas corrigées pour la teneur en chlorure de potassium. La présence de chlorure de potassium augmentera la valeur du titre. 1 g de chlorure de potassium est équivalent à 1,6 g de bromure de potassium.

4.2 Contrôle de l'aspect de la solution

Préparer une solution aqueuse à 200 g/l de l'échantillon pour laboratoire et contrôler la limpidité et l'absence de sédiments.

4.3 Détermination de la teneur en calcium, magnésium et autres matières insolubles dans l'hydroxyde d'ammonium

4.3.1 Réactifs

4.3.1.1 Oxalate d'ammonium, solution à 40 g/l.

4.3.1.2 Monohydrogéo-orthophosphate d'ammonium, solution à 100 g/l.

4.3.1.3 Hydroxyde d'ammonium, solution diluée (1 + 9).

4.3.1.4 Hydroxyde d'ammonium, solution diluée (1 + 39).

4.3.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.3.2.1 Creuset en platine.

4.3.2.2 Four à moufle, réglable à 600 ± 50 °C.

4.3.3 Mode opératoire

Peser, à 0,5 g près, 10 g environ de l'échantillon pour laboratoire et diluer cette prise d'essai avec 75 ml d'eau. Ajouter 5 ml de la solution d'oxalate d'ammonium (4.3.1.1), 2 ml de la solution de monohydrogéo-orthophosphate d'ammonium (4.3.1.2), puis 10 ml de la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.3.1.3). Laisser reposer 1 nuit. Si un précipité s'est formé, le filtrer à travers un papier filtre sans cendre et le laver avec la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.3.1.4). Transférer le papier filtre et le précipité dans le creuset (4.3.2.1) préalablement taré, sécher et calciner le résidu dans le four (4.3.2.2), maintenu à 600 ± 50 °C, durant 4 h. Laisser refroidir dans un dessiccateur et peser le creuset et son contenu à 1 mg près.

1) 1 mol/l = 1 kmol/m³ = 1 mol/dm³ = 1 M

4.3.4 Expression des résultats

La teneur en matières insolubles dans l'hydroxyde d'ammonium, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{100 (m_2 - m_1)}{m_0}$$

où

- m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai;
- m_1 est la masse, en grammes, du creuset;
- m_2 est la masse, en grammes, du creuset et du résidu.

4.4 Détermination des matières volatiles à 105 °C

4.4.1 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.4.1.1 Étuve, réglable à 105 ± 5 °C.

4.4.2 Mode opératoire

Peser, à 0,001 g près, 5 g environ de l'échantillon pour laboratoire dans un vase à peser de forme basse, préalablement taré et muni d'un couvercle en verre. Retirer le couvercle et chauffer dans l'étuve (4.4.1.1), réglée à 105 ± 5 °C, durant 4 h. Laisser refroidir dans un dessiccateur, remettre le couvercle et peser à 1 mg près.

4.4.3 Expression des résultats

La teneur en matières volatiles à 105 °C, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$\frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

où

- m_1 est la masse, en grammes, du vase à peser;
- m_2 est la masse, en grammes, du vase et de la prise d'essai avant chauffage;
- m_3 est la masse, en grammes, du vase et de la prise d'essai après chauffage.

4.5 Contrôle de l'alcalinité limite

4.5.1 Réactifs

4.5.1.1 Acide chlorhydrique, solution titrée 0,01 M.

4.5.1.2 Phénolphtaléine (indicateur), solution éthanolique aqueuse à 5 g/l.

Dissoudre 5 g de phénolphtaléine dans 500 ml d'éthanol et ajouter 500 ml d'eau, en agitant constamment. Filtrer si nécessaire.

4.5.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.5.2.1 Burette, de capacité 10 ml, conforme à l'ISO/R 385, classe A.

4.5.3 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 4 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 60 ml d'eau fraîchement bouillie, dans une fiole conique bouchée de 125 ml. Ajouter 3 gouttes de la solution de phénolphtaléine (4.5.1.2) et homogénéiser. Si la solution présente une teinte rose, titrer avec la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.5.1.1) jusqu'à disparition de la coloration. (Si aucune teinte rose n'apparaît, poursuivre selon 4.6 en utilisant la même solution.)

4.5.4 Expression des résultats

L'alcalinité, exprimée en pourcentage en masse d'hydroxyde de potassium (KOH), est donnée par la formule

$$\frac{5,6 V T}{m}$$

où

- V est le volume, en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (4.5.1.1) utilisé pour le titrage;
- T est la molarité exacte de la solution d'acide chlorhydrique (4.5.1.1);
- m est la masse, en grammes, de la prise d'essai.

4.6 Contrôle de l'acidité limite

4.6.1 Réactif

4.6.1.1 Hydroxyde de sodium, solution titrée 0,01 M.

4.6.2 Mode opératoire

Si la solution préparée en 4.5.3 n'est pas rose, titrer avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium (4.6.1.1) jusqu'à l'obtention d'une faible teinte rose persistant durant 30 s.

4.6.3 Expression des résultats

L'acidité, exprimée en pourcentage en masse de bromure d'hydrogène (HBr), est donnée par la formule

$$\frac{8,1 V T}{m}$$

où

- V est le volume, en millilitres, de la solution d'hydroxyde de sodium (4.6.1.1) utilisé pour le titrage;
- T est la molarité exacte de la solution d'hydroxyde de sodium (4.6.1.1);
- m est la masse, en grammes, de la prise d'essai prélevée en 4.5.3.

4.7 Contrôle de la teneur limite en chlorures

4.7.1 Réactifs

4.7.1.1 **Acide nitrique**, solution diluée (1 + 2).

4.7.1.2 **Peroxyde d'hydrogène**, solution à 167 g/l environ.

Diluer à (1 + 1) une «solution de peroxyde d'hydrogène à 30 %».

4.7.1.3 **Chlorure**, solution étalon.

Dissoudre 20 mg de chlorure de potassium dans 1 000 ml d'eau.

4.7.1.4 **Nitrate d'argent**, solution à 100 g/l.

4.7.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.7.2.1 **Deux tubes de Nessler**, identiques, de capacité 50 ml.

4.7.3 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 1 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 15 ml de la solution d'acide nitrique (4.7.1.1), dans une fiole conique. Ajouter 6 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (4.7.1.2) et porter sur un bain de vapeur en laissant l'attaque se poursuivre jusqu'à décoloration de la solution. Laver la paroi de la fiole avec de l'eau, laisser l'attaque se poursuivre durant encore 15 min, refroidir, filtrer et diluer à 250 ml avec de l'eau.

Introduire des parties aliquotes de 10 ml de cette solution d'essai et de la solution étalon de chlorure (4.7.1.3) dans chacun des deux tubes de Nessler (4.7.2.1) et traiter chaque solution de la manière suivante. Ajouter 1 ml de la solution d'acide nitrique (4.7.1.1), diluer à 50 ml, puis ajouter 0,5 ml de la solution de nitrate d'argent (4.7.1.4) et homogénéiser.

Comparer, dans les tubes de Nessler, les turbidités obtenues, après 5 min, dans la solution d'essai et dans la solution témoin.

4.8 Contrôle de la teneur limite en iodures

4.8.1 Réactifs

4.8.1.1 **Tétrachlorure de carbone** (CCl_4), ou **chloroforme** (CHCl_3).

4.8.1.2 **Acide sulfurique**, solution diluée (1 + 9).

4.8.1.3 **Chlorure de fer(III)**, solution à 100 g/l.

Dissoudre 100 g de chlorure de fer(III) hexahydraté ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) dans 800 ml d'eau et diluer à 1 000 ml.

4.8.2 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 10 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 25 ml d'eau. Ajouter 1 ml de la solution d'acide sulfurique (4.8.1.2), 0,5 ml de la solution de chlorure de fer(III) (4.8.1.3) et 1 ml du tétrachlorure de carbone ou du chloroforme (4.8.1.1). Secouer énergiquement le mélange et laisser les couches se séparer. Observer toute coloration dans la couche de tétrachlorure de carbone ou chloroformique.

4.9 Contrôle de la teneur limite en sulfures

4.9.1 Réactifs

4.9.1.1 **Plomb**, solution alcaline.

Préparer une solution d'acétate de plomb trihydraté [$\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$] à 100 g/l et ajouter une quantité suffisante d'une solution d'hydroxyde de sodium à 100 g/l pour dissoudre le précipité et pour donner un léger excès d'hydroxyde de sodium.

4.9.1.2 **Sulfure**, solution étalon.

Immédiatement avant l'emploi, dissoudre 6,1 g de sulfure de sodium nonahydraté ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) dans 1 000 ml d'eau bouillie puis refroidie. Diluer à (1 + 999) 1 ml de cette solution avec de l'eau bouillie puis refroidie.

1 ml de cette solution est équivalent à 0,002 8 mg de sulfure de potassium (K_2S).

NOTE – Certains expérimentateurs ont trouvé les solutions de sulfures alcalino-terreux plus stables que les solutions de sulfure de sodium.

4.9.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.9.2.1 **Deux tubes de Nessler**, identiques, de capacité 50 ml.

4.9.3 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 3,5 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 18 ml d'eau. Traiter cette solution et 10 ml de la solution étalon de sulfure (4.9.1.2) fraîchement préparée dans chacun des deux tubes de Nessler (4.9.2.1) de la manière suivante. Ajouter 0,5 ml de la solution alcaline de plomb (4.9.1.1) à chaque solution, diluer à 50 ml et homogénéiser.

Comparer, dans les tubes de Nessler, les colorations obtenues dans la solution d'essai et dans la solution témoin.

4.10 Contrôle de la teneur limite en substances oxydantes

4.10.1 Réactifs

4.10.1.1 **Tétrachlorure de carbone** (CCl_4), ou **chloroforme** (CHCl_3).

4.10.1.2 Iodure de potassium (KI).

4.10.1.3 Acide sulfurique, solution diluée (1 + 9).

4.10.2 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 10 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 10 ml d'eau, dans un tube à essais. Traiter cette solution et 10 ml d'eau dans un second tube à essais de la manière suivante. Ajouter 0,5 g de l'iodure de potassium (4.10.1.2), 1 ml de la solution d'acide sulfurique (4.10.1.3) et 1 ml du tétrachlorure de carbone ou du chloroforme (4.10.1.1). Secouer énergiquement le mélange et laisser les couches se séparer.

Comparer, dans les tubes à essais, les colorations obtenues dans la couche de tétrachlorure de carbone ou chloroformique de la solution d'essai et de la solution témoin.

4.11 Contrôle de la teneur limite en métaux lourds

4.11.1 Réactifs

4.11.1.1 Acide chlorhydrique, solution diluée (1 + 99).

4.11.1.2 Hydroxyde d'ammonium, solution diluée (1 + 9).

4.11.1.3 Métaux lourds, solution étalon.

Dissoudre un sel soluble de plomb dans l'eau afin d'obtenir une solution contenant 10 mg de plomb par 1 000 ml.

4.11.1.4 Eau saturée de sulfure d'hydrogène à la température ambiante.

4.11.1.5 p-Nitrophénol (indicateur), solution à 2,5 g/l.

4.11.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.11.2.1 Deux tubes de Nessler, identiques, de capacité 50 ml.

4.11.3 Mode opératoire

Peser, à 0,05 g près, 2 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 20 ml d'eau, dans l'un des tubes de Nessler (4.11.2.1). Introduire 4 ml de la solution étalon de métaux lourds (4.11.1.3) dans l'autre tube de Nessler. Ajouter 1 goutte de la solution de p-nitrophénol (4.11.1.5) à chaque solution, puis, goutte à

goutte, la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.11.1.2) jusqu'à ce que les solutions virent au jaune. Ajouter, goutte à goutte, la solution d'acide chlorhydrique (4.11.1.1) jusqu'à ce que les solutions deviennent incolores, puis en ajouter un excès de 0,5 ml. Enfin, ajouter 5 ml de l'eau saturée de sulfure d'hydrogène (4.11.1.4), diluer à 50 ml et homogénéiser.

Comparer, dans les tubes de Nessler, les colorations obtenues dans la solution d'essai et dans la solution témoin.

4.12 Contrôle de la teneur limite en fer

4.12.1 Réactifs

4.12.1.1 Solution tampon acétique, de pH 5,0.

Dissoudre 23 g d'acétate de sodium anhydre dans 58 ml d'une solution d'acide acétique 2 M et diluer à 1 000 ml avec de l'eau. Ajuster le pH final de la solution à la valeur $5,0 \pm 0,1$ par addition d'acide acétique cristallisable ou d'une solution d'hydroxyde de sodium à 100 g/l.

4.12.1.2 Fer, solution étalon.

Dissoudre un sel soluble de fer(III) dans l'eau afin d'obtenir une solution contenant 10 mg de fer(III) par 1 000 ml.

4.12.1.3 Phénanthroline-1,10, solution réactive.

Mélanger soigneusement des volumes égaux d'une solution aqueuse de phénanthroline-1,10 à 1 g/l, d'une solution aqueuse de chlorure d'hydroxylammonium à 100 g/l et de la solution tampon acétique (4.12.1.1).

4.12.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.12.2.1 Deux tubes de Nessler, identiques, de capacité 50 ml.

4.12.3 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 2 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 20 ml d'eau, dans l'un des tubes de Nessler (4.12.2.1). Introduire 4 ml de la solution étalon de fer (4.12.1.2) dans l'autre tube de Nessler. Ajouter 5 ml de la solution réactive de phénanthroline-1,10 (4.12.1.3) à chaque solution, agiter et laisser reposer 10 min. Diluer à 50 ml le contenu de chaque tube et homogénéiser.

Comparer, dans les tubes de Nessler, les colorations obtenues dans la solution d'essai et dans la solution témoin.