
**Caoutchouc brut naturel et latex de
caoutchouc naturel — Dosage de
l'azote**

*Rubber, raw natural, and rubber latex, natural — Determination of
nitrogen content*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1656:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afl11dae-5667-4c21-8ae3-edd928e3819c/iso-1656-2014)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afl11dae-5667-4c21-8ae3-
edd928e3819c/iso-1656-2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afl11dae-5667-4c21-8ae3-edd928e3819c/iso-1656-2014)



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 1656:2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afl11dae-5667-4c21-8ae3-edd928e3819c/iso-1656-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afl11dae-5667-4c21-8ae3-edd928e3819c/iso-1656-2014>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2014

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Publié en Suisse

Sommaire

Page

Avant-propos.....	iv
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Macrométhode	2
4.1 Réactifs.....	2
4.2 Appareillage.....	3
4.3 Échantillonnage et préparation de la prise d'essai.....	3
4.4 Mode opératoire.....	3
4.5 Essai à blanc.....	4
4.6 Expression des résultats.....	4
5 Semi microméthode	4
5.1 Réactifs.....	4
5.2 Appareillage.....	5
5.3 Échantillonnage et préparation de la prise d'essai.....	6
5.4 Mode opératoire.....	6
5.5 Essai à blanc.....	7
5.6 Expression des résultats.....	7
6 Fidélité	7
7 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Indications pour l'utilisation des résultats de fidélité	18
Annexe B (informative) Fidélité	19

ISO 1656:2014
<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afl11dae-5667-4c21-8ae3-edd928e3819c/iso-1656-2014>

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est ISO/TC 45, *Élastomères et produits à base d'élastomères*, sous-comité SC 2, *Essais et analyses*.

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 1656:1996), dont elle constitue une révision technique.

Caoutchouc brut naturel et latex de caoutchouc naturel — Dosage de l'azote

AVERTISSEMENT — Il convient que les utilisateurs de la présente Norme internationale connaissent bien les pratiques courantes de laboratoire. La présente Norme internationale n'a pas pour but de traiter tous les problèmes de sécurité qui sont, le cas échéant, liés à son utilisation. Il incombe à l'utilisateur d'établir des pratiques appropriées en matière d'hygiène et de sécurité, et de s'assurer de la conformité à la réglementation nationale en vigueur.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une macrométhode et une semi-microméthode pour le dosage de l'azote dans le caoutchouc brut naturel et dans le latex de caoutchouc naturel, selon des variantes du procédé Kjeldahl.

NOTE Le dosage de l'azote dans le caoutchouc naturel est généralement réalisé pour obtenir un ordre de grandeur de la teneur en protéines. Cependant, certaines substances présentes en faible quantité, bien que contenant de l'azote, ne sont pas des protéines et peuvent représenter une part importante de l'azote total dans les composés obtenus à partir de latex de caoutchouc naturel.

2 Références normatives

Les documents suivants, en totalité ou en partie, sont référencés de manière normative dans le présent document et sont indispensables pour son application. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 123, *Latex de caoutchouc — Échantillonnage*

ISO 124, *Latex de caoutchouc — Détermination des matières solides totales*

ISO 1795, *Caoutchouc, naturel brut et synthétique brut — Méthodes d'échantillonnage et de préparation ultérieure*

ISO/TR 9272, *Caoutchouc et produits en caoutchouc — Évaluation de la fidélité des méthodes d'essai normalisées*

3 Principe

Une prise d'essai est attaquée par un mélange d'acide sulfurique et de sulfate de potassium en présence d'un catalyseur constitué de sulfate de cuivre et de sélénium ou de séléniate de sodium, les composés de l'azote étant ainsi transformés en hydrogénosulfate d'ammonium duquel l'ammoniac est séparé par distillation, dès que le mélange est devenu alcalin.

L'ammoniac distillé est absorbé soit dans une solution titrée d'acide sulfurique, puis l'excès d'acide est titré à l'aide d'une solution basique titrée ou dans une solution d'acide borique, puis titré à l'aide d'une solution acide titrée (étant donné que l'acide borique est un acide faible, il n'affecte pas l'indicateur utilisé pour ce titrage).

4 Macrométhode

4.1 Réactifs

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.

4.1.1 Agent catalyseur ou solution de catalyseur

AVERTISSEMENT — Lors de l'utilisation de sélénium, éviter de respirer les vapeurs et/ou le contact avec la peau ou les vêtements. Cette utilisation ne doit avoir lieu que sous ventilation adéquate.

4.1.1.1 Mélange catalyseur

Préparer un mélange intime et finement divisé des ingrédients suivants:

- 30 parties, en masse, de sulfate anhydre de potassium (K_2SO_4);
- quatre parties, en masse, de sulfate de cuivre pentahydraté ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$);
- une partie, en masse, de poudre de sélénium, ou deux parties, en masse, de séléniate de sodium décahydraté ($Na_2SeO_4 \cdot 10H_2O$).

4.1.1.2 Solution de catalyseur

Dissoudre, en chauffant les ingrédients suivants:

- 110 g de sulfate anhydre de potassium;
- 14,7 g de sulfate de cuivre pentahydraté;
- 3,7 g de sélénium ou 7,49 g de séléniate de sodium, dans 600 cm³ d'acide sulfurique (4.1.2).

4.1.2 Acide sulfurique, $\rho = 1,84$ g/cm³.

4.1.3 Acide sulfurique, solution titrée, $c(H_2SO_4) = 0,05$ mol/dm³.

4.1.4 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(NaOH) = 0,1$ mol/dm³.

4.1.5 Hydroxyde de sodium, solution, $c(NaOH)$ approximativement 10 mol/dm³.

Dissoudre 400 g d'hydroxyde de sodium solide dans 600 cm³ d'eau et diluer à 1 000 cm³.

4.1.6 Acide borique, solution, $c(H_3BO_3)$ approximativement 0,17 mol/dm³.

Dissoudre 10,5 g d'acide borique solide dans 1 000 cm³ d'eau en chauffant si nécessaire, puis refroidir la solution à température ambiante.

4.1.7 Indicateur mixte, solution.

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle et 0,05 g de bleu de méthylène dans 100 cm³ d'éthanol à au moins 95 % (V/V).

Cet indicateur peut se détériorer en cours de stockage et doit donc être fraîchement préparé.

4.2 Appareillage

Appareil courant de laboratoire et appareil de Kjeldahl, muni d'un ballon d'attaque de 800 cm³ de capacité.

4.3 Échantillonnage et préparation de la prise d'essai

Pour le dosage de l'azote dans le caoutchouc brut, une prise d'essai doit être prélevée sur l'échantillon homogénéisé, échantillonnée et préparée conformément à l'ISO 1795.

Pour le dosage de l'azote dans le latex, une portion représentative (comme spécifié dans l'ISO 123) de latex soigneusement mélangée et homogénéisée contenant environ 2 g de matières solides totales doit être séchée jusqu'à masse constante, comme spécifié dans l'ISO 124.

4.4 Mode opératoire

4.4.1 Découper en petits morceaux environ 2 g du caoutchouc ou du latex séché, pesé à 0,5 mg près et les introduire dans le ballon d'attaque (voir 4.2). Ajouter environ 13 g du mélange catalyseur (4.1.1.1) et 60 cm³ d'acide sulfurique (4.1.2) ou, en variante, 65 cm³ de la solution du catalyseur (4.1.1.2). Agiter le ballon jusqu'à ce que le contenu soit bien mélangé et puis porter à ébullition douce jusqu'à ce que la solution devienne claire. Poursuivre l'ébullition pendant 1 h.

NOTE Les fumées acides dégagées lors de la digestion sont piégées dans une solution alcaline et neutralisées avant décharge.

Laisser refroidir le ballon d'attaque et son contenu à température ambiante, puis ajouter avec précaution 200 cm³ d'eau et mélanger en agitant le ballon.

Mettre la fiole réceptrice contenant la solution absorbante en position, relier à l'appareil de distillation, et puis verser lentement 150 cm³ de la solution d'hydroxyde de sodium (4.1.5) dans le ballon d'attaque à l'aide d'un entonnoir à robinet.

4.4.2 Procéder à l'absorption et au titrage de l'ammoniac libéré selon le mode opératoire décrit en 4.4.2.1 ou 4.4.2.2. La température de la fiole réceptrice doit être maintenue au-dessous de 30 °C pour empêcher toute perte d'ammoniac.

NOTE S'assurer de la bonne élimination des déchets contenant du sélénium dans le ballon de distillation.

4.4.2.1 Dans la fiole réceptrice de l'appareil à distiller, verser 75 cm³ d'eau et, à l'aide d'une pipette, 25 cm³ de la solution d'acide sulfurique (4.1.3), et ajouter deux gouttes de la solution d'indicateur mixte (4.1.7). Placer la fiole réceptrice de façon que l'extrémité du tube de sortie du réfrigérant soit en dessous de la surface de la solution absorbante. Tout en maintenant le bouchon du ballon d'attaque en place, remuer son contenu pour bien le mélanger. Commencer aussitôt la distillation et la poursuivre à régime stable jusqu'à ce que l'on ait recueilli 200 cm³ de distillat. Si la couleur de l'indicateur vient à changer, cela indique l'alcalinité de la solution absorbante. Interrompre le dosage et répéter le mode opératoire en utilisant davantage d'acide sulfurique ou une prise d'essai plus petite.

Lorsque la distillation est terminée (habituellement, lorsque le volume de la solution dans la fiole réceptrice atteint 300 cm³), titrer le contenu de la fiole avec de la solution d'hydroxyde de sodium (4.1.4), en lisant la burette à 0,02 cm³ près.

4.4.2.2 Introduire 100 cm³ de la solution d'acide borique (4.1.6) dans la fiole réceptrice de l'appareil à distiller et deux gouttes de la solution d'indicateur mixte (4.1.7). Procéder à la distillation comme décrit en 4.4.2.1 et titrer le distillat avec de la solution d'acide sulfurique (4.1.3), en lisant la burette à 0,02 cm³ près.

NOTE Si les solutions titrées utilisées n'ont pas exactement les concentrations prévues dans la liste des réactifs, des corrections appropriées sont à appliquer.

4.5 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en utilisant les mêmes quantités de réactifs dans les mêmes conditions opératoires mais en omettant la prise d'essai.

4.6 Expression des résultats

4.6.1 Lorsque l'acide sulfurique est utilisé comme solution absorbante comme spécifié en [4.4.2.1](#), la teneur en azote du caoutchouc, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la Formule (1):

$$\frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0,014}{m} \times 100 \quad (1)$$

où

V_1 est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'hydroxyde de sodium ([4.1.4](#)) utilisé pour le titrage;

V_2 est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'hydroxyde de sodium ([4.1.4](#)) utilisé pour le titrage dans l'essai à blanc;

c est la concentration d'hydroxyde de sodium;

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

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Exprimer le résultat à 0,01 % près.

4.6.2 Lorsque l'acide borique est utilisé comme solution absorbante, comme spécifié en [4.4.2.2](#), la teneur en azote du caoutchouc, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la Formule (2):

$$\frac{(V_3 - V_4) \times c \times 0,028}{m} \times 100 \quad (2)$$

où

V_3 est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'acide sulfurique ([4.1.3](#)) utilisé pour le titrage;

V_4 est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'acide sulfurique ([4.1.3](#)) utilisé pour le titrage dans l'essai à blanc;

c est la concentration d'acide sulfurique;

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

Exprimer le résultat à 0,01 % près.

5 Semi microméthode

5.1 Réactifs

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

5.1.1 Mélange catalyseur

AVERTISSEMENT — Lors de l'utilisation de sélénium, éviter de respirer les vapeurs et/ou le contact avec la peau ou les vêtements. Travailler uniquement sous ventilation adéquate.

Préparer un mélange intime et finement divisé des ingrédients suivants:

- 30 parties, en masse, de sulfate anhydre de potassium (K_2SO_4);
- quatre parties, en masse, de sulfate de cuivre pentahydraté ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$);
- une partie, en masse, de poudre de sélénium, ou deux parties, en masse, de séléniate de sodium décahydraté ($Na_2 SeO_4 \cdot 10H_2O$).

5.1.2 Acide sulfurique, $\rho = 1,84 \text{ g/cm}^3$.

5.1.3 Acide sulfurique, solution titrée, $c(H_2SO_4) 0,01 \text{ mol/dm}^3$.

5.1.4 Hydroxyde de sodium, solution, $c(NaOH)$ approximativement 10 mol/dm^3 .

Dissoudre 400 g d'hydroxyde de sodium solide dans 600 cm^3 d'eau et diluer à $1\,000 \text{ cm}^3$.

5.1.5 Hydroxyde de sodium, solution titrée, $c(NaOH) = 0,02 \text{ mol/dm}^3$, exempte de carbonate.

5.1.6 Acide borique, solution, $c(H_3BO_3)$ approximativement $0,17 \text{ mol/dm}^3$.

Dissoudre 10,5 g d'acide borique solide dans 200 cm^3 d'eau en chauffant si nécessaire, et diluer à $1\,000 \text{ cm}^3$, puis refroidir la solution à température ambiante.

5.1.7 Indicateur mixte, solution.

Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle et 0,05 g de bleu de méthylène dans 100 cm^3 d'éthanol à au moins 95 % (V/V).

Cet indicateur peut se détériorer en cours de stockage et doit donc être fraîchement préparé.

5.2 Appareillage

L'appareillage courant de laboratoire, et les appareils suivant sont à utiliser.

5.2.1 Appareil semi-micro Kjeldahl

5.2.1.1 Ballons d'attaque de 30 cm^3 et 10 cm^3 de capacité (pour des exemples d'appareillage type, voir la [Figure 1](#), la [Figure 2](#) et la [Figure 3](#)).

5.2.1.2 Bloc de digestion automatisé (pour un exemple d'appareillage type, voir la [Figure 10](#)).

5.2.2 Appareil à distiller semi-micro Kjeldahl, muni d'un tube réfrigérant en argent, en verre borosilicaté ou en étain (pour un exemple voir la [Figure 4](#) à la [Figure 9](#)).

5.2.3 Semi-microburette, de 5 cm^3 à 10 cm^3 de capacité, graduées en division de $0,02 \text{ cm}^3$.

5.3 Échantillonnage et préparation de la prise d'essai

Pour le dosage de l'azote dans le caoutchouc brut, une prise d'essai doit être prélevée sur l'échantillon homogénéisé, échantillonné et préparé conformément à l'ISO 1795.

Pour le dosage de l'azote dans le latex, une portion représentative doit être prélevée (comme spécifié dans l'ISO 123) de latex soigneusement mélangée et homogénéisée, contenant environ 0,1 g de matières solides totales, et la sécher jusqu'à masse constante selon le mode opératoire spécifié dans l'ISO 124.

5.4 Mode opératoire

5.4.1 Peser, à 0,1 mg près, 0,1 g à 0,2 g du caoutchouc ou du latex séché que l'on introduit dans un ballon d'attaque (voir 5.2.1.1). Ajouter environ 0,65 g du mélange catalyseur (5.1.1) et 3,0 cm³ d'acide sulfurique (5.1.2) et chauffer le contenu avec précaution jusqu'à ébullition. Laisser bouillir durant environ 30 min dès que le mélange a acquis une coloration claire et verte sans trace de teinte jaune.

NOTE Les fumées acides dégagées lors de la digestion sont piégées dans une solution alcaline et neutralisées avant décharge.

Éviter une ébullition excessive, qui se traduirait par une tendance à la solidification au cours du refroidissement, et qui risquerait d'entraîner une perte d'azote.

Porter à ébullition l'eau contenue dans le générateur de vapeur de l'appareil à distiller et laisser passer la vapeur à travers l'appareil à distiller semi-micro Kjeldahl (5.2.2), et à travers la fiole réceptrice, pendant au moins 2 min. Pendant toute cette opération, la chemise du réfrigérant doit être vide d'eau. En même temps, refroidir le ballon d'attaque à température ambiante ou à une température inférieure, ajouter 10 cm³ d'eau, et transvaser immédiatement le contenu dans le ballon à distiller dès la fin de l'opération précédente. Compléter le transvasement en rinçant trois fois avec 3 cm³ d'eau et bien agiter le ballon à distiller après chaque transvasement.

ISO 1656:2014

5.4.2 Enlever tout le condensat qui a été obtenu dans la fiole réceptrice, et procéder à la distillation et au titrage de l'ammoniac selon le mode opératoire spécifié en 5.4.2.1 ou 5.4.2.2. La température de la fiole réceptrice doit être maintenue au-dessous de 30 °C pour empêcher toute perte d'ammoniac.

NOTE S'assurer de la bonne élimination des déchets contenant du sélénium dans le ballon de distillation.

5.4.2.1 Dans la fiole réceptrice de l'appareil à distiller, verser, à l'aide de la semi-microburette (5.2.3), un volume mesuré de la solution d'acide sulfurique (5.1.3) en utilisant au moins 5 cm³ (le volume exact dépend de la quantité présumée d'azote), ajouter deux gouttes de la solution d'indicateur mixte (5.1.7) et environ 5 cm³ d'eau. Placer la fiole réceptrice de façon que l'extrémité du tube de sortie du réfrigérant soit en dessous de la surface de l'acide. Pour avoir une plus grande profondeur, on peut avantageusement incliner légèrement la fiole réceptrice.

Ajouter environ 15 cm³ de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.4) dans le ballon à distiller à l'aide d'une éprouvette graduée et faire passer la vapeur provenant du générateur de vapeur par le ballon à distiller pendant 10 min à 12 min à un débit tel que le volume final du liquide dans la fiole réceptrice soit d'environ 70 cm³. Si la couleur de l'indicateur vient à changer, indiquant l'alcalinité de la solution absorbante, interrompre le dosage et répéter le mode opératoire en utilisant davantage d'acide sulfurique ou une prise d'essai plus petite.

Lorsque la distillation est terminée, abaisser la fiole réceptrice de manière que l'extrémité du réfrigérant soit au-dessus du niveau de l'acide, poursuivre la distillation durant 1 min et rincer ensuite l'extrémité du réfrigérant avec quelques centimètres cubes d'eau, qui doivent être ajoutés au distillat. Titrer immédiatement le contenu de la fiole avec de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1.5), en lisant la burette à 0,02 cm³ près.

5.4.2.2 Introduire environ 10 cm³ de la solution d'acide borique (5.1.6) dans la fiole réceptrice de l'appareil à distiller et deux gouttes de la solution d'indicateur mixte (5.1.7). Procéder à la distillation

comme décrit en [5.4.2.1](#), mais noter qu'en présence d'acide borique, la couleur de l'indicateur change dès que la distillation de l'ammoniac commence. Titrer le distillat avec de la solution d'acide sulfurique ([5.1.3](#)), en lisant la burette à 0,02 cm³ près.

5.5 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement au dosage, un essai à blanc en utilisant les mêmes quantités de réactifs dans les mêmes conditions opératoires, mais en omettant la prise d'essai.

5.6 Expression des résultats

5.6.1 Lorsque l'acide sulfurique est utilisé comme solution absorbante, comme spécifié en [5.4.2.1](#), la teneur en azote du caoutchouc, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la Formule (3):

$$\frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0,014}{m} \times 100 \quad (3)$$

où

V_1 est le volume, en centimètres cubes, de la *solution* d'hydroxyde de sodium ([5.1.5](#)) utilisé pour le titrage;

V_2 est le volume, en centimètres cubes, de la *solution* d'hydroxyde de sodium ([5.1.5](#)) utilisé pour le titrage dans l'essai à blanc;

c est concentration d'hydroxyde de sodium;

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

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afl11dae-5667-4c21-8ae3-edd928e3819c/iso-1656-2014>

Exprimer le résultat à 0,01 % près. <https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afl11dae-5667-4c21-8ae3-edd928e3819c/iso-1656-2014>

5.6.2 Lorsque l'acide borique est utilisé comme solution absorbante, comme spécifié en [5.4.2.2](#), la teneur en azote du caoutchouc, exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la Formule (4):

$$\frac{(V_3 - V_4) \times c \times 0,028}{m} \times 100 \quad (4)$$

où

V_3 est le volume, en centimètres cubes, de la solution d'acide sulfurique ([5.1.3](#)) utilisé pour le titrage;

V_4 le volume, en centimètres cubes, de la solution d'acide sulfurique ([5.1.3](#)) utilisé pour le titrage dans l'essai à blanc;

c est la concentration d'acide sulfurique;

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

Exprimer le résultat à 0,01 % près.

6 Fidélité

Voir l'[Annexe B](#).