

62

NORME INTERNATIONALE 3623

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

Carbonate de potassium anhydre de qualité photographique — Spécifications

Photographic grade potassium carbonate, anhydrous — Specification

Première édition — 1976-05-01

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3623:1976

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ef4b256a-a0f8-43be-940a-0c26940b8260/iso-3623-1976>

CDU 771.7 : 661.832.622.004.11

Réf. n° : ISO 3623-1976 (F)

Descripteurs : produit photographique, carbonate de potassium, spécification de matière, essai.

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.

La Norme Internationale ISO 3623 a été établie par le Comité Technique ISO/TC 42, *Photographie*, et soumise aux Comités Membres en septembre 1974.

Elle a été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Suède
Allemagne	France	Turquie
Australie	Italie	U.R.S.S.
Autriche	Japon	U.S.A.
Belgique	Mexique	Yougoslavie
Bulgarie	Roumanie	
Canada	Royaume-Uni	

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé le document.

Carbonate de potassium anhydre 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 carbonate de potassium anhydre à usage photographique.

2 DÉFINITION DU PRODUIT

Le carbonate de potassium anhydre se présente sous la forme d'une poudre ou de granules de couleur blanche. Sa formule chimique est K_2CO_3 et sa masse moléculaire est 69,1.

3 SPÉCIFICATIONS

3.1 Titre

Le titre, déterminé selon la méthode décrite en 4.1 et exprimé en K_2CO_3 , doit être supérieur ou égal à 97,0 % (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 et magnésium

La teneur en calcium et magnésium, déterminée selon la méthode décrite en 4.3 et exprimée en magnésium (Mg), ne doit pas être supérieure à 0,015 % (m/m).

3.4 Matières volatiles à 150 °C

La teneur en matières volatiles à 150 °C, déterminée selon la méthode décrite en 4.4, ne doit pas être supérieure à 2,0 % (m/m).

3.5 Alcalinité libre

L'alcalinité libre, exprimée en hydroxyde de potassium (KOH), ne doit pas être supérieure à 1,0 % (m/m).

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.5; la quantité de solution d'acide chlorhydrique 0,1 M nécessaire pour faire disparaître la couleur de la solution d'essai ne doit pas dépasser 8,9 ml.

3.6 Teneur en halogénures

La teneur globale en halogénures, exprimée en chlorure de potassium (KCl), ne doit pas être supérieure à 0,2 % (m/m).

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.6; la turbidité obtenue dans la solution d'essai ne doit pas être supérieure à celle obtenue dans la solution témoin.

3.7 Teneur en hydrogénocarbonates

La teneur en hydrogénocarbonates, exprimée en hydrogéné-carbonate de potassium ($KHCO_3$), ne doit pas être supérieure à 0,4 % (m/m).

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.7; la quantité de solution d'hydroxyde de sodium 0,1 M nécessaire pour faire apparaître dans la solution d'essai une faible teinte rose persistant durant 30 s ne doit pas dépasser 2,0 ml.

3.8 Teneur en métaux lourds

La teneur en métaux lourds, exprimée en plomb (Pb), ne doit pas être supérieure à 10 mg/kg.

La conformité à cette spécification doit être contrôlée par l'essai limite décrit en 4.8; la coloration obtenue dans la solution d'essai ne doit pas être supérieure à celle obtenue dans la solution témoin.

3.9 Teneur en fer

La teneur en fer, exprimée en fer (Fe), ne doit pas être supérieure à 10 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 Réaction au nitrate d'argent en solution ammoniacale

La coloration ou la turbidité produite dans la solution d'essai par la solution ammoniacale de nitrate d'argent, examinée selon la méthode décrite en 4.10, ne doit pas être supérieure à celle produite dans la solution témoin par la solution d'hydroxyde d'ammonium.

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 en concentration maximale, à moins qu'une dilution déterminée ne soit spécifiée. La dilution est exprimée en concentration molaire (molarité)¹⁾ lorsque le

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

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 chlorhydrique**, solution titrée 1 M.

4.1.1.2 **Méthylorange** (indicateur), solution à 0,4 g/l.

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.

4.1.3 Mode opératoire

Peser, à 0,001 g près, 2,5 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 50 ml d'eau. Ajouter 2 gouttes de la solution de méthylorange (4.1.1.2) et titrer avec la solution d'acide chlorhydrique (4.1.1.1) jusqu'à virage du rouge au jaune.

4.1.4 Expression des résultats

Le titre, exprimé en pourcentage en masse de carbonate de potassium (K_2CO_3), est donné par la formule

$$\frac{6,91 VT}{m}$$

où

V est le volume en millilitres, de la solution d'acide chlorhydrique (4.1.1.1) utilisé pour le titrage;

T est la molarité exacte de la solution d'acide chlorhydrique (4.1.1.1);

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

4.2 Contrôle de l'aspect de la solution

Dissoudre 200 g de l'échantillon pour laboratoire dans 1 000 ml d'eau et contrôler la limpidité et l'absence de sédiments.

4.3 Détermination de la teneur en calcium et magnésium

4.3.1 Réactifs

4.3.1.1 **Acide chlorhydrique**, solution ρ 1,18 g/ml environ.

4.3.1.2 **Solution tampon**, de pH 9,5 à 10,0.

Dissoudre 54 g de chlorure d'ammonium dans 200 ml d'eau, ajouter 350 ml de solution d'hydroxyde d'ammonium, ρ 0,910 g/ml environ, et diluer à 1 000 ml.

4.3.1.3 **Magnésium**, solution étalon.

Dissoudre 10,140 g de sulfate de magnésium heptahydraté ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) dans de l'eau contenant 1 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.3.1.1) et contenue dans la fiole jaugée de 1 000 ml (4.3.2.1). Compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution contient 1 mg de magnésium.

4.3.1.4 **Zinc**, solution titrée 0,5 M.

4.3.1.5 **Acide (éthylène dinitrilo) tétraacétique (EDTA, sel disodique dihydraté)**, solution titrée 0,01 M.

Dissoudre 18,6 g de sel disodique dihydraté d'EDTA dans l'eau et diluer à 1 000 ml. Étalonner la solution par rapport à la solution titrée de zinc (4.3.1.4) dans 5 ml de la solution tampon (4.3.1.2) et 70 ml d'eau, en utilisant 0,1 g de l'indicateur au noir à mordants 11 (4.3.1.6). Le point final est marqué par le virage du rouge-violet au bleu. En utilisant le titre de la solution titrée de zinc (4.3.1.4), diluer la solution de sel disodique d'EDTA à exactement 0,01 M avec de l'eau.

4.3.1.6 **C.I. 14645, C.I. Noir à mordants 11** (indicateur).¹⁾

Broyer et mélanger dans un mortier 0,25 g de noir à mordants 11 et 25 g de chlorure de sodium.

4.3.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.3.2.1 **Fiole jaugée à un trait**, de capacité 1 000 ml, conforme à l'ISO 1042, classe A.

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

4.3.3 Mode opératoire

Peser, à 0,01 g près, 2,5 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 90 ml d'eau. Neutraliser avec la solution d'acide chlorhydrique (4.3.1.1) en utilisant un papier au tournesol, faire bouillir durant 5 min et refroidir. Diluer à $(1 + 9)$ une partie de la solution

1) Désigné dans le «Colour Index» par C.I. 14645. Les noms commerciaux sont «Chrome Fast Black CAT, KIT & TC», noirs d'ériochrome DW, T et TDW, «Potting Black C», etc.

étalon de magnésium (4.3.1.3) et ajouter 1 ml de la solution obtenue, puis 5 ml de la solution tampon (4.3.1.2) et 0,1 g de l'indicateur au noir à mordants 11 (4.3.1.6). Titrer avec la solution titrée de sel disodique d'EDTA (4.3.1.5) jusqu'à virage du rouge-violet au bleu. Effectuer un titrage identique sur une solution à blanc contenant les mêmes quantités de tous les réactifs, à l'exception de la prise d'essai.

4.3.4 Expression des résultats

La teneur en calcium et magnésium, exprimée en pourcentage en masse de magnésium (Mg), est donnée par la formule

$$\frac{0,0243 (V_1 - V_2)}{m}$$

où

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de sel disodique d'EDTA (4.3.1.5) utilisé pour le titrage de la solution d'essai;

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de sel disodique d'EDTA (4.3.1.5) utilisé pour le titrage de la solution à blanc;

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

4.4 Détermination des matières volatiles à 150 °C

4.4.1 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.4.1.1 Étuve, réglable à 150 ± 5 °C.

4.4.2 Mode opératoire

Peser, à 0,1 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 150 ± 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 150 °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 libre

4.5.1 Réactifs

4.5.1.1 Chlorure de baryum, solution neutre.

Dissoudre 243 g de chlorure de baryum dihydraté ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) dans 1 000 ml d'eau exempte de dioxyde de carbone. Vérifier que la solution est neutre à la phénolphtaléine (4.5.1.4). Si tel n'est pas le cas, la neutraliser avec quelques gouttes de la solution d'hydroxyde de sodium (4.5.1.3).

4.5.1.2 Acide chlorhydrique, solution titrée 0,1 M.

4.5.1.3 Hydroxyde de sodium, solution titrée 0,1 M.

4.5.1.4 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 Pipette, de capacité 25 ml, conforme à l'ISO/R 648, classe A.

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

4.5.3 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 5 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 30 ml d'eau fraîchement bouillie dans une fiole conique bouchée de 125 ml. Ajouter 25 ml de la solution neutre de chlorure de baryum (4.5.1.1) et 10 gouttes de la solution de phénolphtaléine (4.5.1.4), et homogénéiser. Si la solution présente une teinte rose, titrer avec la solution titrée d'acide chlorhydrique (4.5.1.2) jusqu'à disparition de la coloration. (Si aucune teinte rose n'apparaît, poursuivre selon 4.7 en utilisant la même solution.)

4.6 Contrôle de la teneur limite en halogénures

4.6.1 Réactifs

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

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

4.6.1.3 Chlorure, solution étalon.

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

4.6.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.6.2.1 Fiole jaugée à un trait, de capacité 100 ml conforme à l'ISO 1042, classe A.

4.6.2.2 Pipette, de capacité 2 ml, conforme à l'ISO/R 648, classe A.

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

4.6.3 Mode opératoire

Peser, à 0,01 g près, 1 g environ de l'échantillon pour laboratoire, dissoudre cette prise d'essai dans l'eau dans la fiole jaugée (4.6.2.1) et compléter au volume. À l'aide de la pipette (4.6.2.2), introduire des parties aliquotes de 2 ml de cette solution et de la solution étalon de chlorure (4.6.1.3) dans chacun des deux tubes de Nessler (4.6.2.3). Ajouter alors à chaque solution 10 ml de la solution d'acide nitrique (4.6.1.1) et 1 ml de la solution de nitrate d'argent (4.6.1.2). Diluer à 50 ml et homogénéiser.

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

4.7 Contrôle de la teneur limite en hydrogencarbonates

4.7.1 Réactifs

Réactifs spécifiés en 4.5.1.

4.7.2 Appareillage

Appareillage spécifié en 4.5.2.

4.7.3 Mode opératoire

Si la solution préparée en 4.5.3 n'est pas rose, titrer avec la solution d'hydroxyde de sodium (4.5.1.3) jusqu'à l'obtention d'une faible teinte rose persistant durant 30 s.

4.8 Contrôle de la teneur limite en métaux lourds

4.8.1 Réactifs

4.8.1.1 Acide chlorhydrique, solution ρ 1,18 g/ml environ.

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

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

4.8.1.4 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.

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

4.8.1.6 *p*-Nitrophénol (indicateur), solution aqueuse à 2,5 g/l.

4.8.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

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

4.8.3 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 5 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 15 ml d'eau. Prélever, d'autre part, 5 ml de la solution étalon de métaux lourds (4.8.1.4) et traiter les deux solutions de la manière suivante. Ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.8.1.1) et évaporer à siccité sur un bain de vapeur. Reprendre les résidus par 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.8.1.2) et ajouter 25 ml d'eau. Ajouter à chaque solution 1 goutte de la solution de *p*-nitrophénol (4.8.1.6), puis, goutte à goutte, la solution d'hydroxyde d'ammonium (4.8.1.3) jusqu'à ce que les solutions virent au jaune. Ajouter, goutte à goutte, la solution d'acide chlorhydrique (4.8.1.2) jusqu'à ce que les solutions deviennent incolores, puis en ajouter un excès de 0,5 ml. Diluer à 50 ml chaque solution avec de l'eau.

Traiter des parties aliquotes de 20 ml de chaque solution dans les tubes de Nessler (4.8.2.1), en conservant le reste de la solution d'essai pour l'essai de contrôle de la teneur en fer (4.9.3). Ajouter à chaque solution 5 ml de l'eau saturée de sulfure d'hydrogène (4.8.1.5), 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.

4.9 Contrôle de la teneur limite en fer

4.9.1 Réactifs

Réactifs spécifiés en 4.8.1, et

4.9.1.1 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.

4.9.1.2 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.

4.9.1.3 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 (4.9.1.1).

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

Introduire 5 ml de la solution étalon de fer (4.9.1.2) et les traiter de la même manière que les 5 ml de la solution étalon de métaux lourds (4.8.1.4) (voir 4.8.3) jusqu'à l'opération de dilution à 50 ml.

Introduire une partie aliquote de 20 ml de cette solution étalon de fer traitée dans l'un des tubes de Nessler (4.9.2.1) et 20 ml du reste de la solution d'essai traitée en 4.8.3 dans l'autre tube de Nessler. Ajouter à chaque solution 5 ml de la solution réactive de phénanthroline-1,10 (4.9.1.3), 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.

4.10 Essai de réaction au nitrate d'argent en solution ammoniacale

4.10.1 Réactifs

4.10.1.1 Nitrate d'argent, solution ammoniacale.

Immédiatement avant l'emploi, mélanger des volumes égaux d'une solution d'hydroxyde d'ammonium, ρ 0,910 g/ml

environ, et d'une solution aqueuse de nitrate d'argent à 100 g/l.

4.10.2 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

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

4.10.3 Mode opératoire

Peser, à 0,1 g près, 2 g environ de l'échantillon pour laboratoire et dissoudre cette prise d'essai dans 40 ml d'eau. Diviser ce volume en deux volumes égaux et les introduire dans chacun des deux tubes de Nessler (4.10.2.1). Dans l'un, contenant la solution d'essai, ajouter 10 ml de la solution ammoniacale de nitrate d'argent (4.10.1.1) fraîchement préparée et homogénéiser. Dans l'autre, contenant la solution témoin, ajouter 5 ml d'une solution d'hydroxyde d'ammonium, ρ 0,910 g/ml environ, et 5 ml d'eau, et homogénéiser. Laisser chaque solution reposer 2 min.

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 3623: ATTENTION — Évacuer toutes les solutions d'essai et rincer immédiatement l'appareillage utilisé. Des composés explosifs peuvent se former au repos.