NORME INTERNATIONALE

ISO 5647

Première édition
1990-12-01

Papier et carton — Détermination de la teneur en dioxyde de titane

Paper and board — Determination of titanium dioxide content

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5647:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9a996bc-9480-4605-a51d-dcfad8063f40/iso-5647-1990

NORME ISO

Numéro de référence
ISO 5647:1990(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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

La Norme internationale ISO 5647 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*.

ISO 5647:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9a996bc-9480-4605-a51d-dcfad8063f40/iso-5647-1990

© 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

Papier et carton — Détermination de la teneur en dioxyde de titane

AVERTISSEMENT — La méthode prescrite dans la présente Norme internationale comporte l'emploi de produits chimiques dangereux et de gaz qui peuvent former des mélanges explosifs avec l'air. Des précautions doivent être prises pour s'assurer que les mesures de sécurité nécessaires sont observées.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la teneur en dioxyde de titane dans toutes les sortes de papiers et cartons, en particulier dans les produits couchés ou contenant des charges. Elle comporte deux techniques pour la détermination du titane, l'une utilisant la spectrophotométrie, l'autre la spectrophotométrie d'absorption atomique par flamme. Les limites de la détermination dépendent de la quantité d'échantillon prélevé (8.1).

NOTE 1 La méthode est prévue pour la détermination du dioxyde de titane. Le titane présent sous d'autres formes, par exemple comme composant d'un kaolin, ne perturbe pas la détermination.

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 186:1985, *Papier et carton — Échantillonnage pour déterminer la qualité moyenne.*

ISO 287:1985, *Papier et carton — Détermination de l'humidité — Méthode par séchage à l'étuve.*

ISO 2144:1987, *Papiers et cartons — Détermination des cendres.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5647:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69a9668e-9480-4605-a51d-dc8f6613280/iso-5647-1990

3 Définition

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

teneur en dioxyde de titane: Teneur en dioxyde de titane des papiers et cartons (exprimée sur la base sec à l'étuve), qui peut être déterminée après incinération de l'échantillon et dissolution des cendres selon la méthode prescrite dans la présente Norme internationale.

4 Principe

Incinération de l'échantillon, et mise en solution des cendres dans l'acide surfurique et le sulfate d'ammonium. Détermination du titane par spectrophotométrie en utilisant le peroxyde d'hydrogène, ou par spectrophotométrie d'absorption atomique par flamme après ajout de chlorure de potassium.

5 Réactifs

Aux cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau (5.1).

5.1 Eau distillée ou **eau déionisée**, d'une conductivité inférieure à 1 mS/m.

5.2 Acide sulfurique (H_2SO_4), ρ 1,84 g/ml.

5.3 Sulfate d'ammonium [$(NH_4)_2SO_4$].

5.4 Acide sulfurique dilué.

Dans un bécher contenant environ 500 ml d'eau (5.1), ajouter avec précaution 100 ml d'acide sulfurique (5.2) et 40 g de sulfate d'ammonium (5.3). Diluer à 1 litre avec de l'eau (5.1).

5.5 Dioxyde de titane, solution étalon contenant 500 mg de TiO_2 par litre.

Peser 0,500 g de dioxyde de titane (TiO_2) dans un bécher de 500 ml, ajouter 40,0 g de sulfate d'ammonium (5.3) et 100 ml d'acide sulfurique (5.2). Sous une hotte, chauffer graduellement le mélange jusqu'à ébullition et laisser bouillir de 5 min à 10 min. Couvrir le bécher et laisser refroidir la solution à la température ambiante puis, sous agitation, la verser avec précaution dans un grand bécher contenant environ 300 ml d'eau (5.1). Quand la solution est revenue à la température ambiante, la transvaser quantitativement dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Rincer les deux béchers avec de l'eau en recueillant l'eau de rinçage dans la fiole jaugée. Ajuster le volume jusqu'au trait repère avec de l'eau (5.1).

5.6 Peroxyde d'hydrogène, solution contenant 30 g de H_2O_2 par litre.

(Cette solution n'est nécessaire que pour la méthode spectrophotométrique.)

5.7 Chlorure de potassium, solution contenant 20 g de KCl par litre.

(Cette solution n'est nécessaire que pour la méthode par spectrophotométrie d'absorption atomique par flamme.)

5.8 Acide chlorydrique (HCl), solution à 6 mol/l.

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Creusets, en platine ou en quartz.

Nettoyer soigneusement les creusets en platine et éliminer toute trace d'impureté par récurage avec du sable fin. Tremper les creusets dans de la solution d'acide chlorhydrique (5.8) bouillante. Éviter tout contact avec des métaux autres que le platine.

Nettoyer soigneusement les creusets en quartz et les tremper dans de la solution d'acide chlorhydrique (5.8) bouillante.

6.2 Spectromètre ou **photomètre à filtre**, pour déterminer l'absorption à 410 nm. Il doit avoir des cuves de 10 mm pourvues de couvercles. (Cet appareil n'est nécessaire que pour la méthode spectrophotométrique.)

6.3 Spectrophotomètre d'absorption atomique par flamme, équipé d'un brûleur acétylène/protoxyde d'azote et d'une lampe au titane à cathode creuse. (Cet appareil n'est nécessaire que pour la méthode par spectrophotométrie d'absorption atomique par flamme.)

7 Échantillonnage

Sélectionner un échantillon représentatif conformément à l'ISO 186. Déchirer l'échantillon séché à l'air en morceaux de taille convenable. Utiliser des gants de protection en coton. Ne pas utiliser les bords coupés ou poinçonnés ou toute autre partie ayant pu être contaminée par un contact avec un métal.

8 Préparation de la solution de cendres

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5647:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9a996bc-9480-46d8-a51d-
dcfc18063f40/iso-5647-1990

8.1 Effectuer cette détermination en double. Peser, à 0,01 g près, deux échantillons de papier ou de carton d'environ 10 g et déposer chaque échantillon dans un creuset propre (6.1). Peser également un échantillon séparé pour la détermination de l'humidité conformément à l'ISO 287.

NOTE 2 Choisir la quantité d'échantillon à incinérer, en tenant compte de la teneur présumée en dioxyde de titane. Si une prise d'essai de 10 g est incinérée, les teneurs optimales en dioxyde de titane sont de 1,5 g/kg à 8 g/kg (méthode spectrophotométrique) ou de 0,8 g/kg à 3,2 g/kg (méthode par spectrophotométrie d'absorption atomique par flamme).

8.2 Incinérer l'échantillon comme prescrit dans l'ISO 2144. Laisser le creuset refroidir dans un dessiccateur. Si la quantité de cendres est d'intérêt, peser le creuset avec son contenu et calculer la quantité de cendres obtenues.

8.3 Transférer les cendres dans un bécher de 250 ml. Ajouter 4 g de sulfate d'ammonium (5.3) et 10 ml d'acide sulfurique (5.2). Bien mélanger et recouvrir le bécher avec un verre de montre. Chauffer sous une hotte jusqu'à ce que la fumée de trioxyde de soufre soit dégagée. Laisser chauffer la solution durant 30 min. La laisser refroidir à la température ambiante et, avec précaution, la verser goutte à goutte dans environ 50 ml d'eau contenue dans un autre bécher. Laisser refroidir la solution et la transvaser dans une fiole jaugée de 100 ml. Rincer les béchers avec de l'eau en recueillant l'eau de rinçage dans la fiole. Ajuster le volume jusqu'au trait repère avec de l'eau et bien mélanger.

9 Solution à blanc des réactifs

Préparer une solution à blanc des réactifs en utilisant 4 g de sulfate d'ammonium (5.3) et 10 ml d'acide sulfurique (5.2) dans un bécher en verre, comme prescrit en 8.3.

10 Méthode spectrophotométrique

10.1 Préparation de la courbe d'étalonnage

Dans l'une d'une série de six fioles jaugées de 50 ml, introduire 25,0 ml de la solution à blanc des réactifs (article 9). Dans les cinq autres fioles jaugées de 50 ml, tranférer les volumes de la solution étalon de dioxyde de titane (5.5) indiqués dans le tableau 1. Dans chaque fiole, ajouter 7,5 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (5.6) et ajuster le volume jusqu'au trait repère avec de l'acide sulfurique dilué (5.4) et bien mélanger.

Tableau 1 — Gamme des solutions d'étalonnage

Solution étalon de dioxyde de titane (5.5) ml	Concentration correspondante de TiO_2 mg/l
Blanc des réactifs (article 9)	0
5,0	50,0
10,0	100,0
15,0	150,0
20,0	200,0
25,0	250,0

Pour chaque solution, mesurer, dans l'heure qui suit la préparation, l'absorbance à 410 nm en utilisant les cuves de 10 mm. Utiliser de l'acide sulfurique dilué (5.4) dans la cuve de référence.

Tracer la courbe d'étalonnage en reportant les valeurs d'absorbance mesurées en fonction des concentrations correspondantes de dioxyde de titane.

10.2 Préparation de la solution d'essai

Si la solution de cendres (8.3) contient un résidu insoluble, la filtrer à travers un filtre résistant sans cendres. Ne pas laver le filtre.

À l'aide d'une pipette, transférer 25,0 ml de solution filtrée dans une fiole jaugée de 50 ml. Ajouter 15 ml d'acide sulfurique dilué (5.4) et 7,5 ml de la solution de peroxyde d'hydrogène (5.6). Ajuster le volume jusqu'au trait repère avec de l'acide sulfurique dilué (5.4) et bien mélanger.

10.3 Détermination spectrophotométrique

Si la solution d'essai (10.2) est trouble ou colorée, préparer une solution de référence en transférant 25 ml de solution filtrée dans une fiole jaugée de 50 ml et en ajustant le volume jusqu'au trait repère avec de l'acide sulfurique dilué (5.4).

Si la solution d'essai est claire et incolore, utiliser de l'acide sulfurique dilué (5.4) dans la cuve de référence.

En moins de 1 h, mesurer l'absorbance à 410 nm dans les cuves de 10 mm. Soustraire la valeur obtenue pour la solution à blanc des réactifs (article 9) et relever la concentration de dioxyde de titane sur la courbe d'étalonnage.

Passer à l'article 12.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5647:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9a996bc-9480-4605-a51d-dcfad8063f40/iso-5647-1990

11 Méthode par spectrophotométrie d'absorption atomique par flamme

11.1 Préparation de la courbe d'étalonnage

11.1.1 Préparation des solutions d'étalonnage

Dans l'une d'une série de cinq fioles jaugées de 50 ml, introduire 25,0 ml de la solution à blanc des réactifs (article 9) et ajouter 2,5 ml de la solution de chlorure de potassium (5.7). Dans les quatre autres fioles jaugées de 50 ml, transférer 2,5 ml de la solution de chlorure de potassium (5.7) et ajouter les volumes de la solution étalon de dioxyde de titane (5.5) indiqués dans le tableau 2. Pour chaque fiole, ajuster le volume jusqu'au trait repère avec de l'acide sulfurique dilué (5.4) et bien mélanger.

Tableau 2 — Gamme des solutions d'étalonnage

Solution étalon de dioxyde de titane (5.5) ml	Concentration correspondante de TiO_2 mg/l
Blanc des réactifs (article 9)	0
5,0	50,0
10,0	100,0
15,0	150,0
20,0	200,0

11.1.2 Réglage de l'appareil

Préparer le spectrophotomètre (6.3) pour les déterminations du titane conformément aux instructions du constructeur en utilisant une longueur d'onde de 364,3 nm.

ATTENTION — Pour éviter les explosions, il est nécessaire d'allumer le brûleur avec un mélange air/acétylène avant de passer au mélange acétylène/protoxyde d'azote.

11.1.3 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc sur le blanc des réactifs (tableau 2, terme 0), en suivant le même mode opératoire et en utilisant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles prescrites en 11.1.1, mais en omettant la solution étalon de dioxyde de titane (5.5). Aspirer cette solution dans la flamme et régler l'appareil à l'absorbance zéro pour la solution d'essai à blanc.

11.1.4 Mesurages spectrophotométriques

Aspirer successivement les solutions d'étalonnage contenant du titane (11.1.1) dans la flamme et mesurer l'absorbance de chacune. Prendre la précaution de maintenir constante la vitesse d'aspiration au cours de l'établissement de la courbe d'étalonnage. Pulvériser de l'eau à travers le brûleur entre chaque mesurage.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 5647:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9a996bc-9480-4605-a51d-dcfad8063f40/iso-5647-1990

11.1.5 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer une courbe avec en abscisse, la concentration de dioxyde de titane, exprimée en milligrammes par litre, et, en ordonnée, les valeurs mesurées d'absorbance correspondantes.

NOTE 3 Si l'on utilise un appareil équipé d'un système pour le calcul automatique des résultats, les instructions de l'alinéa ci-dessus peuvent être négligées.

11.2 Détermination

11.2.1 Préparation de la solution d'essai

Utiliser la solution de cendres (8.3). Si la solution contient des substances en suspension, laisser décanter. À l'aide d'une pipette, transférer 25,0 ml de la solution dans une fiole jaugée de 50 ml. Ajouter 2,5 ml de la solution de chlorure de potassium (5.7), ajuster le volume jusqu'au trait repère avec de l'acide sulfurique dilué (5.4) et bien mélanger.

11.2.2 Mesurage spectrophotométrique

Effectuer le mesurage spectrophotométrique sur la solution d'essai préparée en 11.2.1, comme prescrit en 11.1.4, après avoir réglé le zéro de l'appareil sur la solution d'essai à blanc (11.1.3). Relever la concentration de dioxyde de titane sur la courbe d'étalonnage.

NOTE 4 Si le résultat obtenu pour la solution d'essai n'entre pas dans les limites des solutions d'étalonnage, diluer la solution d'essai avant le mesurage avec de l'acide sulfurique dilué (5.4). Ajouter le volume approprié de solution de chlorure de potassium (5.7) pour conserver la concentration de potassium à la même valeur que pour les solutions d'étalonnage.

12 Expression des résultats

Calculer la teneur en dioxyde de titane $w(TiO_2)$, exprimée en grammes par kilogramme sur la base sec à l'étuve, à l'aide de l'équation

$$w(TiO_2) = \frac{\rho(TiO_2) \cdot V_1 \cdot V_3}{10^3 V_2 \cdot m}$$

où

$\rho(TiO_2)$ est la concentration de dioxyde de titane, en milligrammes par litre, dans la solution d'essai (10.2 pour la méthode spectrophotométrique ou 11.2.1 pour la méthode par spectrophotométrie d'absorption atomique par flamme), lue sur la courbe d'étalonnage;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution d'essai (10.2 pour la méthode spectrophotométrique ou 11.2.1 pour la méthode par spectrophotométrie d'absorption atomique par flamme) préparé pour le mesurage spectrophotométrique (normalement 50 ml);

V_2 est le volume, en millilitres, de la solution de cendres (8.3) prélevé pour préparer la solution d'essai (normalement 25 ml);

V_3 est le volume total, en millilitres, de la solution de cendres (8.3) (normalement 100 ml);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai sur la base sec à l'étuve.

NOTE 5 Si les volumes normaux sont utilisés, l'équation se réduit à

$$w(TiO_2) = \frac{0{,}2\rho(TiO_2)}{m}$$

13 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

a) date et lieu de l'essai;

b) référence à la présente Norme internationale;

c) méthode utilisée (spectrophotométrie ou spectrophotométrie d'absorption atomique par flamme);

d) identification de l'échantillon soumis à l'essai;

e) moyenne des résultats des deux déterminations à 0,1 g/kg près;

f) tout écart par rapport à la méthode normalisée et toute circonstance pouvant avoir influencé les résultats de l'essai.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5647:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9a996bc-9480-4605-a51d-dcfad8063f40/iso-5647-1990

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 5647:1990
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a9a996bc-9480-4605-a51d-dcfad8063f40/iso-5647-1990

CDU 676.2:543.42:546.824-31

Descripteurs: papier, carton, analyse chimique, dosage, anhydride titanique.

Prix basé sur 4 pages