

# NORME INTERNATIONALE

**ISO**  
**9668**

Première édition  
1990-02-01

---

---

## **Pâtes — Détermination de la teneur en magnésium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme**

**iTeh STANDARD PREVIEW**

*Pulps — Determination of magnesium content — Flame atomic  
absorption spectrometric method*

ISO 9668:1990

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69815e20-2dc1-411b-b4e4-  
b74ae19a8a13/iso-9668-1990](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69815e20-2dc1-411b-b4e4-b74ae19a8a13/iso-9668-1990)



Numéro de référence  
ISO 9668:1990(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 approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9668 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*.

ISO 9668:1990  
<http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69815e20-2dc1-411b-b4e4-b74ae19a8a13/iso-9668-1990>

# Pâtes — Détermination de la teneur en magnésium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme

**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.

lène/monoxyde de diazote ou acétylène/air, après addition d'ions lanthane pour éliminer certaines interférences. Mesurage de l'absorbance de la raie 285,2 nm émise par une lampe à cathode creuse au magnésium.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode par spectrométrie d'absorption atomique dans une flamme pour la détermination de la teneur en magnésium d'une pâte. La méthode s'applique à tous les types de pâtes, à l'exception des pâtes contenant du talc.

## 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 638:1978, *Pâtes — Détermination de la teneur en matières sèches.*

ISO 1762:1974, *Pâtes — Détermination des cendres.*

## 3 Principe

Incineration de la pâte et mise en solution des cendres dans l'acide chlorhydrique. Aspiration de la solution des cendres dans une flamme acéty-

## 4 Réactifs

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

**4.1 Acide chlorhydrique** (HCl), solution à environ 6 mol/l.

**4.2 Chlorure de lanthane** (LaCl<sub>3</sub>), solution contenant 20 g de La<sup>3+</sup> par litre.

Dans une fiole jaugée de 1000 ml, introduire 24 g d'oxyde de lanthane (La<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) de qualité pour spectrométrie d'absorption atomique et, lentement et avec précaution, ajouter 50 ml d'acide chlorhydrique concentré ( $\rho = 1,18$  g/ml), en remuant pour dissoudre l'oxyde de lanthane. Diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau.

**4.3 Magnésium**, solution étalon mère contenant 500 mg de Mg<sup>2+</sup> par litre.

Dissoudre 500 mg de magnésium métallique en ruban dans 50 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1), diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau dans une fiole jaugée de 1000 ml et mélanger.

1 ml de cette solution contient 0,500 mg de Mg<sup>2+</sup>.

NOTE 1 Les solutions étalons du commerce pour spectrométrie d'absorption atomique peuvent être utilisées.

**4.4 Magnésium**, solution étalon contenant 10 mg de  $Mg^{2+}$  par litre.

Transvaser 20 ml de la solution étalon mère de magnésium (4.3) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger.

1 ml de cette solution étalon contient 0,010 mg de  $Mg^{2+}$ .

NOTE 2 Cette solution n'est pas stable et il convient de la préparer fraîchement chaque jour.

## 5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**Spectromètre d'absorption atomique**, équipé d'un brûleur acétylène/monoxyde de diazote ( $N_2O$ ) ou d'un brûleur acétylène/air et d'une lampe à cathode creuse au magnésium.

## 6 Préparation de l'échantillon

Déchirer au moins 40 g de l'échantillon de pâte, séché à l'air, en morceaux de taille convenable. Utiliser des gants de protection en coton. Ne pas utiliser des bords coupés ou perforés ou d'autres pièces où une contamination métallique aurait pu survenir.

NOTE 3 Les pâtes à faible teneur en magnésium (par exemple les pâtes solubles) pourraient exiger de plus grandes prises d'essai.

## 7 Mode opératoire

### 7.1 Prises d'essai

Peser deux prises d'essai de la pâte à analyser, d'environ 10 g chacune, à 0,01 g près et effectuer la détermination en double. Peser deux autres prises d'essai d'environ 10 g chacune, à 0,001 g près, pour la détermination de la teneur en matières sèches conformément à l'ISO 638.

### 7.2 Incinération de la prise d'essai

Nettoyer soigneusement une capsule en silice fondue ou en platine. Éliminer toute trace d'impureté dans les capsules en platine par récurage avec du sable fin. Incinérer la prise d'essai conformément à l'ISO 1762.

### 7.3 Mise en solution des cendres

Aux cendres obtenues en 7.2, ajouter 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et évaporer jusqu'à siccité sur un bain d'eau bouillante. Recommencer l'opération en traitant le résidu avec une nouvelle portion de 5 ml de la solution d'acide

chlorhydrique et chauffer 5 min sur le bain d'eau bouillante. Transférer le contenu de la capsule dans une fiole jaugée de 100 ml en lavant la paroi intérieure de la capsule avec de l'eau. Pour assurer une dissolution et un transfert complets, ajouter à nouveau 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique au résidu dans la capsule et chauffer sur le bain d'eau bouillante. Ajouter cette dernière portion au contenu de la fiole jaugée en lavant à nouveau la paroi intérieure de la capsule avec de l'eau, diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger.

### 7.4 Préparation de la solution d'essai

Sélectionner un volume,  $V$ , de la solution préparée en 7.3, de sorte que, après dilution à 50 ml, il contienne entre 0,01 mg et 0,10 mg de magnésium par 100 ml, comme prescrit dans le tableau 1. Si la teneur en magnésium n'est pas connue, effectuer un essai préliminaire.

À l'aide d'une pipette, transférer ce volume de la solution des cendres dans une fiole jaugée de 50 ml.

Ajouter 10 ml de la solution de chlorure de lanthane (4.2), 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et diluer jusqu'au trait repère avec de l'eau. Si la solution contient alors des matières en suspension, laisser sédimenter. Utiliser la partie claire de la solution pour effectuer le mesurage spectrométrique.

## 7.5 Étalonnage

### 7.5.1 Préparation de la gamme d'étalonnage

Dans chacune d'une série de cinq fioles jaugées de 100 ml, introduire 20 ml de la solution de chlorure de lanthane (4.2), 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.1) et le volume respectif de la solution étalon de magnésium (4.4) indiqué dans le tableau 1. Diluer le contenu de chaque fiole jusqu'au trait repère avec de l'eau et mélanger.

Tableau 1 — Gamme des solutions d'étalonnage

Solution étalon de magnésium (4.4)	Masse de $Mg^{2+}$
ml	mg
0 <sup>1)</sup>	0
1,0	0,01
2,0	0,02
5,0	0,05
10,0	0,10

1) Essai à blanc des réactifs pour la courbe d'étalonnage.

### 7.5.2 Mesurages spectrométriques

Utiliser le spectromètre d'absorption atomique (article 5) pour le dosage du magnésium conformément aux instructions du constructeur de l'appareil.

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

Effectuer un essai à blanc en suivant le mode opératoire spectrométrique prescrit et en employant les quantités de réactifs prescrites en 7.5.1, mais en omettant la solution étalon de magnésium (4.4) (tableau 1, terme zéro). Ajuster l'instrument au zéro d'absorbance par rapport à la solution d'essai à blanc.

Aspirer successivement les solutions d'étalonnage (7.5.1) dans la flamme et mesurer l'absorbance de chacune d'elles. Avoir soin 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.

### 7.5.3 Tracé de la courbe d'étalonnage

Tracer une courbe en portant, par exemple, la masse, en milligrammes, de  $Mg^{2+}$  contenue dans 100 ml de chacune des solutions d'étalonnage en abscisse et les valeurs correspondantes des absorbances mesurées en ordonnée.

NOTE 4 Certains appareils sont équipés d'un système pour l'interprétation automatique des données. Avec de tels appareils, il n'y a pas lieu de tenir compte des instructions données ci-dessus.

## 7.6 Détermination

### 7.6.1 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc conformément aux instructions de 7.5.2 en suivant le même mode opératoire et en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées dans la solution d'essai, mais en omettant la solution obtenue en 7.3. Ajuster l'instrument au zéro d'absorbance par rapport à la solution d'essai à blanc.

### 7.6.2 Mesurage spectrométrique

Effectuer le mesurage spectrométrique de la solution d'essai (7.4) conformément aux instructions de 7.5.2.

## 8 Expression des résultats

8.1 Au moyen de la courbe d'étalonnage (7.5.3), déterminer la masse, en milligrammes, de  $Mg^{2+}$  correspondant à la valeur de l'absorbance mesurée sur la solution d'essai en 7.6.2.

Calculer la teneur en magnésium, exprimée en milligrammes de Mg par kilogramme, de l'échantillon sec à l'étuve à l'aide de la formule

$$5 \times 10^4 \times \frac{m_1}{V \cdot m_2}$$

où

$m_1$  est la masse, en milligrammes, de  $Mg^{2+}$  contenue dans 100 ml de la solution d'essai (7.4) obtenue à partir de la courbe d'étalonnage (7.5.3);

$m_2$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (7.1) après séchage à l'étuve conformément à l'ISO 638;

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution des cendres (7.3) utilisé pour préparer la solution d'essai (7.4).

8.2 Prendre comme résultat la moyenne des valeurs obtenues lors des deux déterminations parallèles et l'arrondir comme prescrit dans le tableau 2.

Tableau 2 — Règle d'arrondissement de la moyenne

Moyenne des valeurs obtenues	Dans le rapport d'essai, arrondir au plus proche
mg/kg	mg/kg
< 100	1
> 100	5

## 9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes:

- toutes les informations nécessaires pour l'identification exacte de l'échantillon;
- la référence à la présente Norme internationale;
- tout écart par rapport au mode opératoire prescrit s'il y en a eu;
- la teneur en magnésium, en milligrammes par kilogramme de pâte à sec absolu;

e) toute anomalie observée au cours de l'exécution de l'essai;

f) toute opération non prévue dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence qui peut avoir eu une influence sur les résultats.

---

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

ISO 9668:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69815e20-2dc1-411b-b4e4-b74ae19a8a13/iso-9668-1990>

Page blanche

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

ISO 9668:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69815e20-2dc1-411b-b4e4-b74ae19a8a13/iso-9668-1990>

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

ISO 9668:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/69815e20-2dc1-411b-b4e4-b74ae19a8a13/iso-9668-1990>

---

---

**CDU 676.1:543.422:546.46**

**Descripteurs:** papier, pâte à papier, analyse chimique, dosage, magnésium, méthode par spectrométrie d'absorption atomique.

Prix basé sur 3 pages

---

---