

NORME
INTERNATIONALE

ISO
10775

Première édition
1995-05-15

**Papier, carton et pâtes — Détermination
de la teneur en cadmium — Méthode par
spectrométrie d'absorption atomique**

iTeh STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)
*Paper, board and pulps — Determination of cadmium content — Atomic
absorption spectrometric method*

[ISO 10775:1995](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54001b24-ca3c-44c7-984a-1d84b1eb685f/iso-10775-1995)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54001b24-ca3c-44c7-984a-1d84b1eb685f/iso-10775-1995>

INTERNATIONAL

ISO



Numéro de référence
ISO 10775:1995(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.

La Norme internationale ISO 10775 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*.

ISO 10775:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54001b24-ea3c-44c7-984a-1d84b1eb685f/iso-10775-1995>

© ISO 1995

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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, carton et pâtes — Détermination de la teneur en cadmium — Méthode par spectrométrie d'absorption atomique

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode pour la détermination de la teneur en cadmium de tous les types de pâte, papier et carton, y compris les produits contenant des fibres recyclées, qui peuvent être incinérés par voie humide dans l'acide nitrique, comme spécifié dans la présente Norme internationale.

La limite inférieure de la détermination dépend de l'équipement utilisé et est généralement d'environ 10 µg/kg. Le cadmium présent dans les pigments et les charges insolubles dans l'acide nitrique, dans les conditions de la méthode, ne peut pas être déterminé quantitativement.

NOTE 1 Il a été prétendu que la dissolution du cadmium des pigments autres que le carbonate de calcium n'est incomplète que de quelques pour-cent.

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 186:1994, *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 638:1978, *Pâtes — Détermination de la teneur en matières sèches.*

ISO 7213:1981, *Pâtes — Échantillonnage pour essais.*

3 Principe

Une prise d'essai est traitée par l'acide nitrique en vase clos. La solution obtenue est diluée et le cadmium est déterminé par spectrométrie d'absorption atomique en utilisant la technique du four en graphite.

La combustion par voie humide en autoclave est la méthode de référence. La combustion par voie humide en four à micro-ondes est acceptable s'il a été montré expérimentalement, avec le même four et le même type d'échantillon, qu'il n'y a pas de différence significative entre les résultats.

4 Réactifs

Tous les réactifs doivent être de la plus grande pureté possible. La qualité normalement qualifiée «pro analysis» ou «réactif pour analyse» (AR), souvent, n'est pas suffisante. Utiliser de l'eau récemment distillée et déionisée ou de l'eau de qualité équivalente.

NOTE 2 On peut utiliser des solutions commerciales.

4.1 Acide nitrique concentré, $c(\text{HNO}_3) = 15 \text{ mol/l}$.

Utiliser une qualité spécialement prévue pour la détermination des traces de métaux.

4.2 Acide nitrique dilué, $c(\text{HNO}_3) = 0,15 \text{ mol/l}$.

Diluer 10 ml d'acide nitrique concentré (4.1) à 1 litre.

4.3 Nitrate de cadmium, solution étalon, $\rho(\text{Cd}) = (1,000 \pm 0,002) \text{ g/l}$. Par exemple, dissoudre 2,744 g de nitrate de cadmium tétrahydraté $[\text{Cd}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ dans 1 litre d'acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 0,5 \text{ mol/l}$.

4.4 Cadmium, solution mère pour étalonnage, $\rho(\text{Cd}) = 1,00 \text{ mg/l}$.

Prélever, à l'aide d'une pipette de précision, 1,00 ml de la solution étalon de nitrate de cadmium (4.3), l'introduire dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml, et diluer au trait repère avec de l'acide nitrique dilué (4.2). Mélanger en agitant la fiole.

La solution est stable durant plusieurs mois si elle est conservée dans une bouteille en polyéthylène.

4.5 Solution modificatrice de la matrice

Plusieurs solutions modificatrices de la matrice sont recommandées dans la littérature. Les trois solutions décrites de 4.5.1 à 4.5.3 sont d'un usage courant. Le choix entre elles dépend des résultats obtenus dans chaque laboratoire. Le résultat est estimé en effectuant un essai à blanc.

4.5.1 Nitrate de palladium, solution à 0,2 g/l.

Dissoudre 2,0 g de $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ dans 10 ml d'acide nitrique concentré (4.1) et diluer à 500 ml dans une fiole jaugée à un trait. (Comme alternative, la masse équivalente, soit 0,924 g, de palladium métallique est dissoute dans l'acide nitrique.) Préparer une solution de travail en diluant 5 ml de la solution obtenue à 100 ml.

ou

4.5.2 Dihydrogénophosphate d'ammonium, solution à 20 g/l.

Dissoudre 2 g de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dans de l'eau et diluer à 100 ml,

ou

4.5.3 Nitrate de magnésium, solution à 5 g/l.

Dissoudre 0,5 g de $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ dans de l'eau et diluer à 100 ml.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

5.1 Équipement pour combustion par voie humide, soit:

5.1.1 Autoclave, avec récipient intérieur en polytétrafluoroéthylène (PTFE) d'une capacité de 250 ml, pourvu d'un couvercle en PTFE, et bloc chauffant permettant de maintenir la température de l'autoclave à $(160 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$.

Le bloc doit être équipé d'un interrupteur de sécurité supplémentaire pour éviter toute surchauffe.

NOTES

3. Les récipients en PTFE peuvent être protégés extérieurement contre la corrosion par l'application d'un film de graisse de silicone sur toutes les surfaces extérieures. Le film est éliminé et renouvelé après chaque période de chauffage. Les autoclaves traités de cette façon ne peuvent être utilisés quand le silicium est à déterminer.

4. L'utilisation d'une étuve au lieu d'un bloc chauffant n'est pas recommandée à cause des risques que représente l'extraction des autoclaves chauds d'une étuve à la fin de la période de chauffage.

ou soit:

5.1.2 Four à micro-ondes de laboratoire, avec possibilité de programmation, spécialement prévu pour combustion par voie humide, avec des récipients de réaction en PTFE d'une capacité minimale de 120 ml, ayant des soupapes de sûreté relâchant des pressions supérieures à 830 kPa.

5.2 Spectromètre d'absorption atomique, équipé pour la technique four graphite avec plate-forme «L'vov» et d'une lampe pour la détermination du cadmium.

De préférence, l'appareil doit corriger le bruit de fond.

6 Échantillonnage et préparation des échantillons

S'assurer que l'échantillon prélevé est représentatif du lot à analyser. Suivre les prescriptions de l'ISO 186 ou de l'ISO 7213, selon le cas.

Afin d'éviter toute contamination, conserver les échantillons dans une feuille d'aluminium jusqu'à l'emploi.

Déchirer l'échantillon en morceaux d'environ 10 mm × 10 mm en quantité suffisante pour l'analyse, prélever une quantité approximativement équivalente sur chaque feuille-échantillon. Ne pas utiliser de couteau ou de tout autre instrument en métal. (Des instruments en plastique ou en céramique peuvent être utilisés.) Dédoubler les feuilles de pâte ou de carton pour en réduire l'épaisseur.

Placer l'échantillon près de la balance pour l'équilibrer en humidité pendant au moins 20 min. Prélever un échantillon pour la détermination de la teneur en matières sèches conformément à l'ISO 287 ou à l'ISO 638, selon le cas.

7 Combustion par voie humide

Effectuer la combustion par voie humide en double. Effectuer également un essai à blanc (voir article 8).

7.1 Préparation de la prise d'essai

Peser une prise d'essai de 1 g à 1,0 mg près, et la transférer dans le récipient en PTFE (voir 5.1.1 ou 5.1.2, selon le cas). Ajouter 10 ml d'acide nitrique concentré (4.1), fermer le récipient avec son couvercle et le placer dans l'autoclave (5.1.1) ou dans le four à micro-ondes (5.1.2), selon le cas.

7.2 Mode de combustion

7.2.1 Utilisation d'un autoclave

Si l'on utilise un autoclave, le fermer comme indiqué par le constructeur et le placer sur le bloc chauffant (voir 5.1.1). Chauffer à (160 ± 5) °C pendant 16 h \pm 1 h. Laisser le bloc et l'autoclave refroidir, ouvrir avec précaution l'autoclave sous une hotte. Continuer conformément à 7.3.

7.2.2 Utilisation d'un four à micro-ondes

Si l'on utilise un four à micro-ondes, l'importance de la prise d'essai doit être adaptée à la capacité du récipient de réaction utilisé. Si celle-ci est de 120 ml, la masse maximale de la prise d'essai est de 0,3 g. Si une plus grande quantité d'échantillon est utilisée, la soupape de sûreté du récipient s'ouvrira.

Mettre le régulateur de puissance à la valeur prédéterminée et chauffer le récipient de réaction (voir 5.1.2), avec son contenu durant 60 min. Laisser re-

froidir le récipient et l'ouvrir avec précaution sous une hotte.

La position correcte du régulateur de puissance doit être déterminée séparément pour chaque four. Un réglage courant est 40 % de la puissance maximale. (Voir aussi 5.1.2.)

7.3 Dilution

Laisser les vapeurs nitreuses s'échapper du récipient et diluer la solution restante à un volume connu. Ce volume dépend de l'équipement utilisé. Il doit être aussi faible que possible.

La dilution peut être faite dans un récipient jetable gradué en plastique. L'utilisation de fioles jaugées à un trait n'est pas recommandée à cause du risque de contamination.

Comme alternative, la solution restante peut être diluée directement dans le récipient de réaction, en ajoutant le volume d'eau nécessaire à l'aide d'une pipette graduée. Dans ce cas, le volume de l'acide nitrique résiduel doit être déterminé par une analyse à part.

Laisser sédimenter tout solide en suspension.

8 Essai à blanc

Suivre les instructions de l'article 7, mais en omettant la prise d'essai.

9 Préparation des solutions d'étalonnage

Préparer la solution d'étalonnage quotidiennement en diluant la solution mère pour étalonnage (4.4) avec de l'acide nitrique dilué (4.2). La teneur en cadmium choisie pour la solution finale d'étalonnage dépend de l'appareil utilisé. En général, une solution d'étalonnage contenant 10 µg de cadmium par litre (soit 0,01 µgCd/ml) convient.

10 Détermination du cadmium

10.1 Le mode opératoire pour la détermination spectrométrique de la teneur en cadmium de la solution analysée dépend de la conception du spectromètre d'absorption atomique (5.2) et de celle du four en graphite. On doit suivre les instructions du constructeur pour utiliser l'appareil.

En général, la technique des ajouts dosés (voir 10.2) doit être utilisée. Habituellement, le mode normal d'étalonnage basé sur une courbe d'étalonnage peut

être utilisé à condition qu'il n'y ait pas d'interférence de la matrice. Cela peut être vérifié par l'analyse de matériaux de référence adaptés.

Avant d'utiliser le mode normal d'étalonnage, vérifier qu'il n'y a pas d'effet de matrice en analysant le même type d'échantillon par la méthode des ajouts dosés. En particulier, les différences de concentrations d'acide entre l'étalon et la solution de dosage influent sur les résultats. La concentration d'acide dans la solution étalon doit être ajustée sur celle de la solution de dosage en remplaçant une partie de l'acide nitrique dilué (4.2) par de l'acide nitrique concentré (4.1).

10.2 Pour la technique des ajouts dosés, les instructions suivantes sont données à titre de guide.

Préparer les solutions à doser directement dans le tube en graphite à l'aide d'un échantillonneur. Les solutions et les volumes indiqués dans le tableau 1 sont donnés à titre d'exemples.

10.3 Préparer une courbe sur un papier millimétré. Utiliser comme valeurs de y celles lues sur le spectromètre (aire des pics ou valeurs d'absorbance corrigées par la valeur obtenue pour l'essai à blanc) et comme valeur de x , la quantité (en unités de masse) de cadmium additionnée aux solutions 1, 2 et 3. La valeur obtenue pour la solution de l'échantillon est portée sur l'axe des y .

Tracer la ligne droite passant par les quatre points tracés sur le diagramme. Cette ligne coupe l'axe des X dans sa zone négative. Le point d'intersection représente la teneur en cadmium de la solution d'essai.

NOTE 5 Si les quatre points ne tombent pas sur la même ligne droite, on peut utiliser la ligne la mieux adaptée. S'il est évident, d'après le diagramme, que la précision des ré-

sultats est mauvaise, il convient de répéter l'analyse. Si les points sont encore largement dispersés, soit il y a une erreur grave, soit le niveau des résultats est plus faible que la limite inférieure de la détection. Il y a alors lieu que le laboratoire rapporte qu'il n'est pas possible de déterminer quantitativement la teneur en cadmium.

11 Expression des résultats

Calculer la teneur en cadmium de l'échantillon d'origine en tenant compte de la quantité utilisée pour l'analyse, de sa teneur en matières sèches et de la valeur de l'essai à blanc.

NOTE 6 Comme contrôle indépendant de la méthode, il est recommandé d'analyser des échantillons dont la teneur en cadmium est connue et ayant une composition globale similaire, parallèlement avec les échantillons inconnus.

12 Fidélité

Étant donné que la fidélité d'une méthode analytique pour les traces d'un constituant dépend de l'aptitude de l'échantillon à être incinéré, de la matrice et de l'homogénéité de la substance analysée en ce qui concerne les traces, aucun chiffre valable d'une façon générale ne peut être indiqué en ce qui concerne la fidélité. La répétabilité est considérée comme satisfaisante si les résultats de déterminations parallèles ne s'écartent que de $\pm 10\%$ de leur moyenne.

Dans une analyse de traces de métaux, les résultats de déterminations parallèles peuvent être dispersés à cause de l'hétérogénéité inhérente au matériau échantillonné.

Les analyses interlaboratoires indiquent que les résultats obtenus par différents laboratoires sont acceptables avec une marge de 30 %. Près de la limite inférieure de la détection, cette étroitesse d'accord est rarement atteinte.

Tableau 1 — Exemple de méthode des ajouts dosés

Volumes en microlitres

Solution de dosage	Solution d'étalonnage	Solution d'essai	Blanc	Solution modificatrice de la matrice (4.5)
Blanc	0	0	20	5
Solution 1	2	10	8	5
Solution 2	4	10	6	5
Solution 3	6	10	4	5
Solution d'essai	0	10	10	5

13 Rapport d'essai

Le rapport doit contenir les indications suivantes:

- a) référence à la présente Norme internationale;
- b) date et lieu de l'analyse;
- c) tous renseignements nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- d) méthode de combustion par voie humide utilisée (autoclave ou four à micro-ondes);
- e) méthode d'étalonnage (ajouts dosés ou mode normal d'étalonnage);
- f) moyenne arithmétique des deux déterminations, exprimée en microgrammes par kilogramme avec deux chiffres significatifs; s'il a été effectué plus de deux déterminations, cela doit être indiqué;
- g) tout écart par rapport au mode opératoire prescrit et toutes autres circonstances susceptibles d'avoir eu une répercussion sur les résultats de l'analyse.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10775:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54001b24-ea3c-44c7-984a-1d84b1eb685f/iso-10775-1995>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 10775:1995

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/54001b24-ea3c-44c7-984a-1d84b1eb685f/iso-10775-1995>

ICS 85.040; 85.060

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

Prix basé sur 4 pages
