NORME INTERNATIONALE 692

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

Pâtes — Détermination de la solubilité dans les solutions d'hydroxyde de sodium

Pulps — Determination of alkali solubility

Première édition — 1974-09-15

CDU 676.014.362 **Réf. N° : ISO 692-1974 (F)**

Descripteurs : papier, pâte à papier, analyse chimique, solubilité, hydroxyde de sodium, analyse volumétrique.

Prix basé sur 4 pages

AVANT-PROPOS

L'ISO (Organisation Internationale de Normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (Comités Membres ISO). L'élaboration de 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.

Avant 1972, les résultats des travaux des Comités Techniques étaient publiés comme Recommandations ISO; maintenant, ces documents sont en cours de transformation en Normes Internationales. Compte tenu de cette procédure, le Comité Technique ISO/TC 6 a examiné la Recommandation ISO/R 692 et est d'avis qu'elle peut, du point de vue technique, être transformée en Norme Internationale. Celle-ci remplace donc la Recommandation ISO/R 692-1968.

La recommandation ISO/R 692 avait été approuvée par les Comités Membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Pologne
Allemagne	Finlande	Portugal
Argentine	France	Roumanie
Australie	Inde	Royaume-Uni
Belgique	Iran	Suède
Brésil	Irlande	Suisse
Canada	Israël	Tchécoslovaquie
Chili	Italie	Turquie
Colombie	Japon	U.S.A.
Danemark	Norvège	Yougoslavie
Egypte, Rép. arabe d'	Nouvelle-Zélande	

Le Comité Membre du pays suivant a approuvé ultérieurement cette Recommandation :

Pays-Bas

Aucun Comité Membre n'a désapprouvé la transformation de la Recommandation ISO/R 692 en Norme Internationale.

© **Organisation Internationale de Normalisation, 1974** •

Imprimé en Suisse

Pâtes — Détermination de la solubilité dans les solutions d'hydroxyde de sodium

0 INTRODUCTION

La présente Norme Internationale et l'ISO 699, *Pâtes — Détermination de la résistance aux solutions d'hydroxyde de sodium,* ont toutes deux pour objet de permettre l'étude du comportement des pâtes en présence de solutions d'hydroxyde de sodium, mais leurs domaines d'application sont différents : tandis que la présente Norme Internationale, qui décrit le dosage volumétrique des constituants de la pâte solubles dans les solutions d'hydroxyde de sodium, est applicable de préférence au contrôle des pâtes blanchies, l'ISO 699, qui décrit la détermination gravimétrique des constituants de la pâte insolubles dans les solutions d'hydroxyde de sodium, concerne toutes les catégories de pâtes.

1 OBJET

La présente Norme Internationale spécifie une méthode de détermination de la solubilité des pâtes dans les solutions d'hydroxyde de sodium froides à concentrations différentes et déterminées. Les concentrations de solution d'hydroxyde de sodium le plus souvent utilisées sont 18 et 10 % (*m/m*).

2 DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode s'applique principalement aux pâtes blanchies, mais peut cependant être également utilisée avec les pâtes écrues, par exemple, au cours des différents stades de fabrication de pâtes blanchies.

3 RÉFÉRENCE

ISO/R 638, *Pâtes — Détermination de la teneur en matières sèches.*

4 PRINCIPE

Traitement de la pâte par une solution d'hydroxyde de sodium et oxydation des matières organiques dissoutes par le dichromate de potassium. Détermination volumétrique de l'excès de dichromate de potassium et calcul de l'équivalent en cellulose du dichromate de potassium consommé.

5 DÉFINITIONS DES TERMES

5.1 valeur S : Solubilité dans les solutions d'hydroxyde de sodium; pourcentage de pâte sèche à l'étuve, dissoute dans une solution d'hydroxyde de sodium.

5.2 S_{18}, S_{10} ou S_c : Valeurs S, où les indices 18, 10 ou c correspondent à la concentration choisie, en grammes d'hydroxyde de sodium pour 100 g de solution.

6 RÉACTIFS

Tous les réactifs doivent être de qualité pour analyse.

6.1 Hydroxyde de sodium, solution de concentration connue contenant moins de 1 g au litre de carbonate de sodium (voir note ci-dessous), par exemple :

— solution 5,39 ± 0,03 N, contenant 18,0 ± 0,1 g de NaOH pour 100 g de solution (ρ_{20} 1,197 2 g/ml), soit 215,5 ± 1,0 g de NaOH au litre;

— solution 2,77 ± 0,03 N, contenant 10,0 ± 0,1 g de NaOH pour 100 g de solution (ρ_{20} 1,108 9 g/ml), soit 110,9 ± 1,0 g de NaOH au litre.

NOTE — La solution d'hydroxyde de sodium est préparée commodément comme suit :

Dissoudre une certaine quantité d'hydroxyde de sodium solide dans une masse égale d'eau distillée et laisser déposer le carbonate de sodium en suspension. Décanter le liquide surnageant, puis diluer à la concentration voulue avec de l'eau distillée exempte de gaz carbonique. Contrôler la concentration avec une solution titrée d'acide.

6.2 Acide sulfurique, concentré à au moins 94 % (*V/V*) d'acide sulfurique (ρ_{20} 1,84 g/ml).

NOTE — Si la concentration de l'acide sulfurique est inférieure à 94 %, la température n'atteindra pas la valeur voulue de 125 à 130 °C au cours de l'oxydation.

6.3 Dichromate de potassium, solution environ 0,067 M (= 0,4 N) dans l'acide sulfurique 2,7 M.

20 g au litre de dichromate de potassium ($K_2Cr_2O_7$) et 150 ml au litre d'acide sulfurique (ρ_{20} 1,84 g/ml).

6.4 Sulfate d'ammonium-fer(II), solution 0,1 N environ. (Normalité connue à ± 0,000 2 près.)

40 à 41 g au litre de sulfate d'ammonium et de fer(II) $[FeSO_4(NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O]$ et 10 ml au litre d'acide sulfurique (ρ_{20} 1,84 g/ml). Cette solution n'est pas stable et sa normalité doit être vérifiée chaque jour.

NOTE — Pour rétablir la normalité initiale de la solution de sulfate d'ammonium-fer(II), on peut placer un réducteur entre le flacon d'alimentation et la burette

Préparation du réducteur : prendre du cadmium métallique passé au tamis de 8 à 12 mailles par centimètre. Éliminer les particules fines par lavage à l'eau. Traiter le métal durant 5 min environ par une solution à 2 % de nitrate de mercure(II) $[Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O]$ ou de chlorure de mercure(II) ($HgCl_2$), contenant 5 ml d'acide nitrique concentré au litre, puis laver le métal amalgamé. On peut titrer la solution de sulfate d'ammonium-fer(II) avec du dichromate de potassium (étalon primaire).

Le titre de la solution de sulfate d'ammonium-fer(II) reste constant quand, à une bouteille de 10 l, sont ajoutés 5 g de copeaux d'aluminium de pureté supérieure à 99,99 %.

6.5 Acide phosphorique, 85 % (*V*/*V*) (ρ_{20} 1,70 g/ml).

6.6 Ferroïne, solution à 15 g au litre de monohydrate de phénanthroline-1 : 10 ($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$) ou 16 g au litre de chlorhydrate de phénanthroline 1 : 10 ($C_{12}H_8N_2 \cdot HCl.H_2O$) et à 7 g au litre de sulfate de fer(II) ($FeSO_4 \cdot 7H_2O$), ou

6.7 Diphénylamine sulfonate de sodium, solution à 0,1 g de diphénylamine sulfonate de sodium ($C_{12}H_{10}NSO_3Na$) pour 100 ml d'eau.

7 APPAREILLAGE

7.1 Agitateur à hélice, en acier inoxydable ou autre matériau résistant à la corrosion. L'inclinaison des pales doit être réglée de manière à ne pas introduire d'air dans la suspension de pâte pendant l'agitation.

NOTE — La figure ci-après représente un appareillage approprié. On peut employer un moteur de 1/50 CV tournant entre 1 700 et 1 450 tr/min.

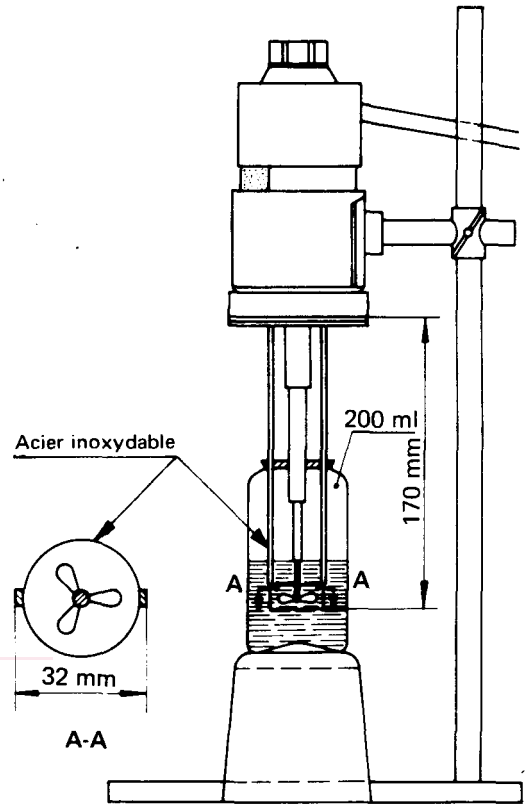
7.2 Bain à température constante, permettant de maintenir une température de 20 ± 0,2 °C.

7.3 Creusets ou entonnoirs filtrants de 50 ml, en matière résistant à l'hydroxyde de sodium, avec un disque en verre fritté de diamètre des pores de 15×10^{-4} cm à 40×10^{-4} cm (G 3).

7.4 Fioles à vide, pour les creusets ou entonnoirs.

7.5 Balance, précise à 1 mg.

7.6 Vase à réaction, forme haute, de 200 ml de capacité.



8 PRÉPARATION DE L'ÉCHANTILLON POUR ESSAI

Si la pâte est en feuilles, la déchirer en morceaux de 5 mm × 5 mm environ. Si elle est liquide, éliminer l'eau par essorage, presser entre deux buvards et sécher à 60 °C maximum. Avant de peser, conditionner l'échantillon durant 20 min au moins dans l'atmosphère entourant la balance.

9 MODE OPÉRATOIRE

Peser, à 0,005 g près, une quantité de pâte correspondant à 1,5 g environ de pâte sèche à l'étuve. Peser immédiatement après deux prises d'essai en vue de la détermination de la teneur en matières sèches suivant l'ISO/R 638.

Introduire, à l'aide d'une pipette, 100,0 ± 0,2 ml de la solution d'hydroxyde de sodium choisie (6.1) dans le vase à réaction (7.6). Régler la température à 20 ± 0,2 °C (voir note 1), en plaçant le vase dans le bain thermostatique (7.2).

Placer la prise d'essai dans la solution d'hydroxyde de sodium et la laisser gonfler durant 2 min. Agiter dans le récipient à réaction durant 3 min ou jusqu'à désintégration complète de la pâte (voir note 2). Sortir l'agitateur du récipient à réaction. Il peut rester des fibres et de l'hydroxyde de sodium sur l'agitateur, mais la perte est négligeable, étant donné la faible concentration. Maintenir le mélange à 20 ± 0,2 °C durant 60 min à partir du moment où la pâte est entrée en contact avec la solution d'hydroxyde de sodium.

Au bout de 60 min, agiter le mélange à l'aide d'une baguette de verre et filtrer avec une faible aspiration sur un creuset ou entonnoir[1)] à fond de verre fritté et en évitant le passage de l'air à travers le résidu. Jeter les 10 à 20 premiers ml du filtrat; recueillir les 40 à 50 ml suivants dans une fiole propre pour l'essai.

Avec une pipette, transvaser 10,0 ml (voir note 3) du filtrat dans une fiole conique de 250 ml. Ajouter avec une pipette 10,0 ml de solution de dichromate de potassium (6.3), puis ajouter avec précaution, en agitant circulairement la fiole, 30 ml d'acide sulfurique concentré (6.2). S'assurer que la température est comprise entre 125 et 130 °C.

Maintenir la solution chaude durant 10 min au-dessus de 120 °C, pour permettre l'oxydation complète, puis laisser refroidir la fiole à la température ambiante

Suivant le cas, procéder comme suit :

a) Ajouter 50 ml d'eau distillée à la solution refroidie. Refroidir à nouveau, ajouter 2 gouttes de la solution de ferroïne (6.6) et doser avec la solution fraîchement étalonnée de sulfate d'ammonium-fer(II) (6.4) jusqu'à virage au violet.

b) Diluer la solution froide avec de l'eau jusqu'à un volume de 100 ml environ et ajouter 5 ml d'acide phosphorique (6.5). Refroidir à nouveau et doser rapidement avec la solution fraîchement étalonnée de sulfate d'ammonium-fer(II) (6.4) jusqu'à ce qu'environ 90 % de la quantité exigée ait été ajoutée. Puis ajouter, avec une pipette, 1 ml de la solution de diphénylamine sulfonate de sodium (6.7) et poursuivre sans délai le dosage jusqu'au virage du brun foncé au vert clair, en passant par le violet (voir note 4).

Faire un essai à blanc en remplaçant le filtrat par 10 ml de la solution d'hydroxyde de sodium choisie et en effectuant le dosage à peu près à la même température et dans le même temps (voir note 5).

Effectuer deux déterminations sur chaque échantillon.

NOTES

1 La solubilité dans la solution d'hydroxyde de sodium à 18 % n'est pas affectée par une variation de température de quelques degrés. A cette concentration, la température peut être maintenue à 20 ± 2 °C.

La solubilité dans une solution d'hydroxyde de sodium plus diluée (à 10 % par exemple) est beaucoup plus sensible aux variations de température. À cette concentration plus faible, la température du mélange doit être maintenue à 20 ± 0,2 °C.

2 Une augmentation de la durée d'agitation n'a pas d'effet significatif sur la solubilité dans les solutions d'hydroxyde de sodium, mais on obtient des valeurs trop basses si la désintégration n'est pas complète. Il faut donc poursuivre l'agitation jusqu'à ce que l'échantillon soit entièrement désintégré.

3 On peut prendre 10 ml de filtrat pour l'essai des pâtes pour transformations chimiques ordinaires. Si la solubilité dans la solution d'hydroxyde de sodium est supérieure à 16 %, réduire la prise à 5 ml et la quantité d'acide sulfurique à 25 ml. Si la solubilité est inférieure à 5 %, prendre 20 ml de filtrat et 45 ml d'acide sulfurique.

Dans l'essai à blanc, prendre les mêmes volumes de solution d'hydroxyde de sodium et d'acide sulfurique.

4 Dans une solution acide de dichromate de potassium en excès, l'indicateur est partiellement oxydé, ce qui n'a pas seulement pour résultat une consommation en dichromate de potassium, mais également une modification des caractéristiques de teinte originales. Comme l'oxydation dépend de facteurs tels que quantités et concentrations relatives de dichromate de potassium et d'indicateur, le dichromate de potassium en excès devra être réduit aussi rapidement que possible, ce qui peut être fait de la façon la plus efficace en ajoutant l'indicateur aussitôt après la «neutralisation» des 90 % environ de l'excès de dichromate de potassium. Lorsque le dosage est terminé rapidement, l'erreur due à l'indicateur est jugée négligeable.

5 On peut aussi faire un dosage iodométrique. Dans ce cas, il doit en être fait mention dans le procès-verbal d'essai.

Verser la solution froide, après oxydation, dans une fiole conique de 1 000 ml, en ajoutant 500 ml d'eau distillée. Ajouter 2 g d'iodure de potassium (KI), en maintenant la température au-dessous de 10 °C, agiter circulairement la fiole pour dissoudre et mélanger, puis laisser reposer durant 5 min. Titrer avec une solution normalisée de thiosulfate de sodium ($Na_2S_2O_3$ 0,1 N), en ajoutant de l'amidon en poudre de qualité «pour analyse» quand la couleur jaune de l'iode a presque disparu. Le virage se fait du bleu foncé au vert clair. Faire un essai à blanc en remplaçant le filtrat par 10 ml de solution d'hydroxyde de sodium. Faire les calculs selon la méthode décrite en 10.1, V_1 et V_2 étant les volumes correspondants de thiosulfate de sodium et N sa normalité.

10 EXPRESSION DES RÉSULTATS

10.1 Mode de calcul et formules

Calculer la solubilité dans la solution d'hydroxyde de sodium, S_c, en pourcentage, à l'aide de la formule

$$\frac{6{,}85\ (V_2 - V_1)\ N \times 100 \times 100}{1\ 000 \times mV} = \frac{68{,}5\ (V_2 - V_1)\ N}{mV}$$

où

V est le volume, en millilitres, du filtrat soumis à l'oxydation;

1) Les filtres utilisés doivent être lavés avec un mélange sulfochromique, c'est-à-dire une solution de dichromate de potassium dans l'acide sulfurique.

V_1 est le volume, en millilitres, de solution de sulfate d'ammonium-fer(II) consommé pour le dosage de l'échantillon;

V_2 est le volume, en millilitres, de solution de sulfate d'ammonium-fer(II) consommé pour l'essai à blanc;

N est la normalité de la solution de sulfate d'ammonium-fer(II);

m est la masse, en grammes, de l'éprouvette, calculée sur la base de la pâte sèche à l'étuve;

6,85 est le facteur empirique égal à la quantité de cellulose, en milligrammes, correspondant à un milliéquivalent de dichromate de potassium (voir note ci-dessous).

NOTE — Théoriquement, 1 milliéquivalent de bichromate de potassium correspond à 6,75 mg de cellulose ou d'autres hexosanes, et à 6,60 mg de pentosanes. Les constituants solubles dans la pâte consomment généralement moins d'oxydant que la quantité théorique, parce qu'ils contiennent des oxycelluloses, d'où l'emploi d'un chiffre plus élevé (6,85 mg).

10.2 Précision du dosage et expression des résultats

Les résultats des deux dosages doivent concorder à moins de 0,3 %.

Exprimer la solubilité moyenne dans les solutions d'hydroxyde de sodium avec une décimale. Utiliser les symboles S_{10}, S_{18}, etc., correspondant respectivement à la concentration de 10 g, 18 g, etc., d'hydroxyde de sodium pour 100 g de solution (voir aussi note 5 du chapitre 9).

NOTE — En exprimant les résultats sous la forme $100\text{-}S_c$, on obtient, pour certaines pâtes contenant moins de 0,1 % de cendres et d'impuretés autres que les hydrates de carbone, un chiffre R_c qui se rapproche de celui qui est trouvé par la méthode de la résistance aux solutions d'hydroxyde de sodium décrite dans l'ISO 699.

11 PROCÈS-VERBAL D'ESSAI

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

a) référence de la méthode utilisée;

b) résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;

c) compte rendu de tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;

d) compte rendu de toutes opérations non prévues dans la présente Norme Internationale, ou facultatives.

ANNEXE

EXEMPLE DE CALCUL

Masse de l'éprouvette, sèche à l'air	1,735 g
Teneur en matières sèches, déterminée sur un échantillon à part	92,4 %
Masse de l'éprouvette, calculée sur la base de la pâte sèche à l'étuve (m)	1,604 g
Volume de solution de sulfate d'ammonium-fer(II) consommé dans l'essai à blanc (V_2)	41,1 ml
Volume de solution de sulfate d'ammonium-fer(II) consommé pour le dosage de l'échantillon (V_1)	15,5 ml
Normalité de la solution de sulfate d'ammonium-fer(II) (N)	0,100 5
Volume du filtrat soumis à l'oxydation (V)	10 ml

Solubilité dans la solution d'hydroxyde de sodium (S_c) =

$$\frac{68{,}5\ (41{,}1 - 15{,}5)\ 0{,}100\ 5}{1{,}604 \times 10} = 11{,}0\ \%$$

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 692:1974
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/204e4494-866a-4882-9b72-435f630102e7/iso-692-1974