

---

# Norme internationale



# 777

---

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

---

## **Pâtes — Détermination de la teneur en calcium — Méthode titrimétrique à l'edta et méthode par spectrométrie d'absorption atomique de flamme**

*Pulps — Determination of calcium content — edta Titrimetric and flame atomic absorption spectrometric methods*

Première édition — 1982-08-01

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

[ISO 777:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab3dcc30-c457-43a1-82f4-c9bba9ede6c1/iso-777-1982)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab3dcc30-c457-43a1-82f4-c9bba9ede6c1/iso-777-1982>

---

**CDU 676.1 : 543.24 : 546.41**

**Réf. n° : ISO 777-1982 (F)**

**Descripteurs :** pâte, essai, dosage, calcium, méthode volumétrique, méthode spectroscopique d'absorption atomique.

## 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 confiée aux comités techniques de l'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 777 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*, et a été soumise aux comités membres en mars 1981.

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

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée : [ISO 777:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab3dcc30-c457-43a1-82f4-c9bba9010000/iso-777-1982>

Allemagne, R. F.	Espagne	Pologne
Afrique du Sud, Rép. d'	Finlande	Roumanie
Australie	France	Royaume-Uni
Autriche	Hongrie	Suède
Belgique	Inde	Suisse
Brésil	Iran	Tchécoslovaquie
Canada	Italie	Turquie
Chine	Kenya	URSS
Corée, Rép. de	Norvège	USA
Corée, Rép. dém. p. de	Nouvelle-Zélande	Venezuela
Égypte, Rép. arabe d'	Pays-Bas	

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 777-1968, dont elle constitue une révision technique.

# Pâtes — Détermination de la teneur en calcium — Méthode titrimétrique à l'edta et méthode par spectrométrie d'absorption atomique de flamme

**AVERTISSEMENT** — Les méthodes spécifiées dans la présente Norme internationale prévoient l'emploi de produits chimiques dangereux et de gaz qui peuvent former des mélanges explosifs avec l'air. S'assurer que les mesures de sécurité nécessaires ont été prises.

## 0 Introduction

Dans la Recommandation ISO/R 777, publiée en 1968, une méthode titrimétrique était spécifiée pour la détermination de la teneur en calcium de la pâte. Cependant, en pratique, de telles déterminations sont fréquemment effectuées par application d'un mode opératoire par absorption atomique, lorsque l'on dispose de l'équipement approprié. Étant donné que des essais comparatifs ont montré que des résultats semblables étaient obtenus par les deux méthodes, la présente Norme internationale fournit les indications sur l'utilisation d'un appareillage spectrométrique d'absorption atomique de flamme comme second mode opératoire possible.

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de détermination de la teneur en calcium de la pâte, à savoir :

- une méthode titrimétrique à l'edta (méthode A);
- une méthode par spectrométrie d'absorption atomique de flamme (méthode B).

Ces deux méthodes sont applicables à toutes les sortes de pâtes.

## 2 Références

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

ISO 1762, *Pâtes — Détermination des cendres.*

## 3 Méthode A : Méthode titrimétrique à l'edta

### 3.1 Principe

Incinération de la pâte et dissolution des cendres dans l'acide chlorhydrique. Titration de la solution d'essai avec une solution titrée de  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{edta}$ , à un pH supérieur à 12, en présence d'un indicateur approprié, les ions interférants étant masqués par la triéthanolamine.

### 3.2 Réactifs

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

**3.2.1 Acide chlorhydrique**, solution à 6 mol/l environ.

**3.2.2 Acide chlorhydrique**, solution à 1 mol/l environ.

**3.2.3 Hydroxyde de potassium**, solution à 8 mol/l environ.

Conservé la solution dans une bouteille en polyéthylène.

**3.2.4 Nitrilotriéthanol-2,2',2''** [Triéthanolamine]  $[\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3]$ , solution à 100 g/l.

**3.2.5 Chlorure d'hydroxylammonium** [Chlorhydrate d'hydroxylamine]  $(\text{HONH}_2\text{Cl})$ , solution à 20 g/l.

**3.2.6 Calcium**, solution étalon de référence à 0,01 mol/l.

Peser  $1,00 \pm 0,01$  g de carbonate de calcium ( $\text{CaCO}_3$ ), préalablement séché à une température n'excédant pas  $200^\circ\text{C}$ , dans un bécher de 500 ml. Ajouter 100 ml d'eau et, à l'aide d'une burette, ajouter goutte à goutte la quantité juste nécessaire (environ 20 ml) de la solution d'acide chlorhydrique (3.2.2) pour dissoudre le carbonate de calcium. Faire bouillir pour éliminer le gaz carbonique, refroidir et, en rinçant avec de l'eau, transvaser toute la solution dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

Conservé la solution dans une bouteille en polyéthylène.

**3.2.7 (Éthylène dinitrilo)dihydrogénéotétraacétate disodique** ( $\text{Na}_2\text{H}_2\text{edta}$ ), solution titrée à 0,01 mol/l.

**3.2.7.1 Préparation de la solution d'edta**

Dissoudre 3,80 g de  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{edta}$  dans de l'eau, dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

Conservé la solution dans une bouteille en polyéthylène.

**3.2.7.2** Étalonnage de la solution

Dans une fiole conique, introduire 20,0 ml de la solution étalon de référence de calcium (3.2.6), 40 ml d'eau, 5 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (3.2.3), 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.2.5) et environ 100 mg de l'indicateur (3.2.8). Titrer avec la solution d'edta (3.2.7.1) jusqu'à ce que la coloration vire de lie-de-vin à bleu franc.

**3.2.7.3** Essai à blanc

Effectuer, parallèlement à l'étalonnage et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour l'étalonnage, mais en remplaçant la solution étalon de référence de calcium par un volume égal d'eau.

**3.2.7.4** Calcul de la concentration

La concentration équivalente, exprimée en moles par litre, de la solution d'edta est donnée par la formule

$$c_1 = \frac{0,01 V_1}{V_2 - V_3}$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution étalon de référence de calcium (3.2.6), utilisé pour l'étalonnage (3.2.7.2);

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution d'edta (3.2.7.1), utilisé pour l'étalonnage (3.2.7.2);

$V_3$  est le volume, en millilitres, de la solution d'edta (3.2.7.1), utilisé pour l'essai à blanc (3.2.7.3).

NOTE — Si la solution étalon de référence employée n'a pas exactement la concentration prévue dans la liste des réactifs, une correction appropriée doit être appliquée.

**3.2.8** Indicateur.

Triturer, dans un mortier, 100 mg d'acide hydroxy-3[(hydroxy-2 sulfo-4 naphthyl-1)azo]-4 naphthoïque-2 (disponible dans le commerce, par exemple, sous le nom de «cal-red») avec 10 g de sulfate de sodium ( $Na_2SO_4$ ) pour former un mélange homogène.

Conserver dans une bouteille foncée.

NOTE — Lorsque l'échantillon contient plus de 0,03 mg de cuivre, l'indicateur est bloqué. Dans ce cas, utiliser de la calcéine comme indicateur ou masquer le cuivre présent par addition de 5 ml d'une solution à 1 g/l de cyanure de potassium.

**3.3** Appareillage

Matériel courant de laboratoire.

**3.4** Préparation de l'échantillon

Déchirer l'échantillon séché à l'air en morceaux de dimensions convenables.

**3.5** Mode opératoire

**3.5.1** Nombre de déterminations et détermination de la teneur en matières sèches

La détermination doit être effectuée en double.

En même temps que la détermination, deux prises d'essai de 10 g doivent être prélevées pour déterminer la teneur en matières sèches conformément à l'ISO 638.

**3.5.2** Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, environ 10 g de l'échantillon pour essai.

NOTE — Si la méthode A (méthode titrimétrique à l'edta) est appliquée à des pâtes dont la teneur en calcium est supérieure à 500 mg/kg, peser une prise d'essai correspondant à un maximum de 5 mg de calcium ou remplacer la solution d'edta spécifiée en 3.2.7 par une solution titrée d'edta à 0,05 mol/l.

**3.5.3** Incinération de la prise d'essai

Nettoyer soigneusement une capsule en quartz ou en platine. Éliminer toute tache dans la capsule en platine avec du sable fin.

Incinérer la prise d'essai dans la capsule comme spécifié dans l'ISO 1762.

**3.5.4** Essai à blanc

Effectuer, parallèlement à la détermination et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour la détermination, mais en omettant la prise d'essai.

**3.5.5** Détermination

Rincer la paroi intérieure de la capsule et ajouter environ 10 ml d'eau au résidu de cendres (3.5.3). Ajouter ensuite 3 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2.1). Chauffer la capsule au bain de vapeur pendant 5 à 10 min. Si un précipité brunâtre de dioxyde de manganèse se forme, filtrer le contenu de la capsule à travers un papier filtre dans une fiole conique de 300 ml, puis laver à l'eau. Si aucun résidu insoluble n'est visible, ou si celui-ci est incolore, il n'est pas nécessaire de filtrer. Dans ce cas, rincer à l'eau le contenu de la capsule directement dans une fiole conique de 300 ml et compléter le volume jusqu'à 50 à 100 ml.

Ajouter 5 ml de la solution d'hydroxyde de potassium (3.2.3) et après 5 min, en agitant de temps en temps la fiole conique, ajouter 5 ml de la solution de triéthanolamine (3.2.4), 2 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.2.5) et environ 100 mg de l'indicateur (3.2.8). Titrer avec la solution d'edta (3.2.7) jusqu'à ce que la coloration vire de lie-de-vin à bleu franc.

Lorsque de nouveaux réactifs sont utilisés, vérifier qu'ils ne contiennent pas de calcium par titrage d'une solution à blanc contenant tous les réactifs, la solution d'essai étant remplacée par un volume égal d'eau.



### 3.6 Expression des résultats

La teneur en calcium, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$\frac{(V_4 - V_5) \times c_1 \times 40,08 \times 10^3}{m_0}$$

où

$V_4$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'edta (3.2.7), utilisé pour la détermination (3.5.5);

$V_5$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée d'edta (3.2.7), utilisé pour l'essai à blanc (3.5.4);

$c_1$  est la concentration, en moles par litre, de la solution titrée d'edta (3.2.7), calculée conformément à 3.2.7.4;

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (3.5.2), calculée sur la base sèche à l'étuve conformément à l'ISO 638.

Noter la teneur en calcium comme la moyenne des résultats des deux déterminations, arrondie comme spécifié dans le tableau 1.

Tableau 1

Moyenne des résultats	Unité approchée du rapport
mg/kg	mg/kg
< 100	1
100 à 500	10
> 500	10

## 4 Méthode B : Méthode par spectrométrie d'absorption atomique de flamme

### 4.1 Principe

Incinération de la pâte et dissolution des cendres dans l'acide chlorhydrique. Pulvérisation de la solution d'essai au sein d'une flamme acétylène-monoxyde de diazote ou d'une flamme oxyacétylénique, après ajout d'ions lanthane pour supprimer certaines interférences. Mesurage de l'absorption de la raie 422,7 nm, émise par une lampe à cathode creuse au calcium.

### 4.2 Réactifs

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

**4.2.1 Acide chlorhydrique**, solution à 6 mol/l environ.

**4.2.2 Lanthane**, solution à 50 g/l environ.

Humidifier 59 g d'oxyde de lanthane ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ) avec de l'eau. Lentement et avec précaution, ajouter 250 ml d'acide chlorhydrique,  $\rho$  1,19 g/ml, pour dissoudre l'oxyde de lanthane. Compléter au volume dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml et homogénéiser.

**4.2.3 Calcium**, solution étalon correspondant à 500 mg de Ca par litre.

Peser  $1,249 \pm 0,001$  g de carbonate de calcium, préalablement séché à une température n'excédant pas 200 °C, dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Ajouter 50 ml d'eau. Ajouter goutte à goutte le volume minimal d'acide chlorhydrique (environ 10 ml) nécessaire pour dissoudre complètement le carbonate de calcium. Compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,500 mg de Ca.

**4.2.4 Calcium**, solution étalon correspondant à 50 mg de Ca par litre.

Transvaser 100 ml de la solution étalon de calcium (4.2.3) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,050 mg de Ca.

### 4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**4.3.1 Spectromètre d'absorption atomique**, équipé d'un brûleur alimenté soit par l'acétylène et le monoxyde de diazote, soit par l'acétylène et l'air.

**4.3.2 Lampe à cathode creuse au calcium.**

### 4.4 Préparation de l'échantillon

Voir 3.4.

### 4.5 Mode opératoire

**4.5.1 Nombre de déterminations et détermination de la teneur en matières sèches**

Voir 3.5.1.

**4.5.2 Prise d'essai**

Peser, à 0,01 g près, environ 10 g de l'échantillon pour essai.

**4.5.3 Incinération de la prise d'essai**

Voir 3.5.3.

**4.5.4 Essai à blanc**

Effectuer, parallèlement à la détermination et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour la détermination, mais en omettant la prise d'essai.

## 4.5.5 Préparation de la courbe d'étalonnage

### 4.5.5.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de cinq fioles jaugées à un trait de 100 ml, introduire 20 ml de la solution de lanthane (4.2.2) et 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.1), puis les volumes de la solution étalon de calcium (4.2.4) indiqués dans le tableau 2. Compléter au volume et homogénéiser.

Tableau 2

Solution étalon de calcium (4.2.4)	Masse correspondante de Ca
ml	mg
0 *	0
1,0	0,05
2,0	0,10
5,0	0,25
10,0	0,50

\* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

### 4.5.5.2 Réglage de l'appareil

Équiper l'appareil (4.3.1) de la lampe à cathode creuse au calcium (4.3.2), le mettre sous tension et le laisser se stabiliser. Régler le courant d'alimentation, ainsi que la sensibilité et l'ouverture de la fente, suivant les caractéristiques de l'appareil. Régler la longueur d'onde aux environs de 422,7 nm de façon à obtenir le maximum d'absorption. Régler la pression de l'acétylène, de l'air, et du monoxyde de diazote suivant les caractéristiques du brûleur. Pour éviter une explosion, il est important d'allumer le brûleur avec un mélange d'air et d'acétylène avant de charger au monoxyde de diazote.

Régler le débit de pulvérisation entre 2 et 4 ml/min.

### 4.5.5.3 Mesurages spectrométriques

Pulvériser successivement les solutions témoins (4.5.5.1) au sein de la flamme et mesurer l'absorbance de chacune d'elles. Prendre soin de maintenir constant le débit de solution pulvérisée pendant toute la durée de la préparation de la courbe d'étalonnage. Faire passer de l'eau à travers le brûleur après chaque mesurage.

### 4.5.5.4 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, les masses, en milligrammes, de  $\text{Ca}^{2+}$  (contenues dans 100 ml de solution témoin) sur l'axe des abscisses, et les valeurs correspondantes des absorbances mesurées, diminuées de la valeur mesurée lors de l'essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage (tableau 2, terme 0), sur l'axe des ordonnées.

## 4.5.6 Détermination

### 4.5.6.1 Dissolution des cendres et préparation de la solution d'essai de base

Ajouter aux cendres (4.5.3) 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.1) et évaporer à sec au bain de vapeur. Répéter

une fois cette opération, puis traiter le résidu avec une nouvelle portion de 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique et chauffer pendant 5 min au bain de vapeur.

À l'aide d'eau, transvaser le contenu de la capsule dans une fiole jaugée à un trait de 100 ml. Afin d'assurer une extraction complète, ajouter à nouveau 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique au résidu dans la capsule et chauffer au bain de vapeur. À l'aide d'eau, transvaser cette dernière portion dans la partie principale se trouvant dans la fiole, compléter au volume et homogénéiser.

### 4.5.6.2 Choix du rapport de dilution

Si la teneur en calcium est approximativement connue, choisir un volume de 1,0 ml, 2,0 ml ou 5,0 ml de la solution d'essai de base pour la diluer de telle façon que la concentration en calcium de la solution d'essai, préparée comme décrit en 4.5.6.3, se situe dans l'intervalle spécifié dans le tableau 2.

Si la teneur approximative en calcium n'est pas connue, introduire, à l'aide d'une pipette, un volume de 2,0 ml de la solution d'essai de base dans une fiole jaugée à un trait de 50 ml et effectuer l'essai comme spécifié en 4.5.6.3. Si la concentration en calcium ainsi obtenue ne se situe pas dans l'intervalle spécifié dans le tableau 2, effectuer l'essai en choisissant le volume convenable en fonction de la valeur de la concentration en calcium ainsi trouvée.

### 4.5.6.3 Mesurage spectrométrique

À l'aide d'une pipette, introduire le volume choisi de la solution d'essai de base (4.5.6.1) dans une fiole jaugée à un trait de 50 ml. Ajouter 10 ml de la solution de lanthane (4.2.2), 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.1), puis compléter au volume avec de l'eau. Si la solution contient des matières en suspension, la laisser décanter. Utiliser la solution claire pour effectuer le mesurage spectrométrique comme spécifié en 4.5.5.3, après avoir réglé l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc (4.5.4).

## 4.5.7 Expression des résultats

La teneur en calcium, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$50\,000 \times \frac{m_1}{V_6 \times m_2}$$

où

$m_1$  est la quantité de calcium, en milligrammes, de la solution d'essai, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage (4.5.5.4);

$V_6$  est le volume, en millilitres, de la solution d'essai de base (4.5.6.1), utilisé pour la détermination;

$m_0$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai (4.5.2), calculée sur la base sèche à l'étuve conformément à l'ISO 638.

Noter la teneur en calcium comme la moyenne des résultats des deux déterminations, arrondie comme spécifié dans le tableau 3.

**Tableau 3**

Moyenne des résultats	Unité approchée du rapport
mg/kg	mg/kg
< 100	1
100 à 500	5
> 500	10

## 5 Procès-verbal d'essai

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

a) toutes indications nécessaires à l'identification de l'échantillon;

b) référence de la présente Norme internationale et à la méthode utilisée (A ou B);

c) nombre de déterminations, s'il est supérieur à 2;

d) variantes par rapport au mode opératoire spécifié, si elles ont été utilisées;

e) résultats, exprimés exclusivement comme valeur numérique;

f) tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;

g) toutes opérations non spécifiées dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou considérées comme facultatives, susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

# iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 777:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab3dcc30-c457-43a1-82f4-c9bba9ede6c1/iso-777-1982>

Page blanche

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

ISO 777:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ab3dcc30-c457-43a1-82f4-c9bba9ede6c1/iso-777-1982>