
Norme internationale



778

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

Pâtes — Détermination de la teneur en cuivre — Méthode par extraction et photométrie et méthode par spectrométrie d'absorption atomique de flamme

Pulps — Determination of copper content — Extraction-photometric and flame atomic absorption spectrometric methods

Première édition — 1982-08-15

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 778:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7427456-2990-469f-8a8c-23b42c650f26/iso-778-1982>

CDU 676.1 : 543.42/.43 : 546.56

Réf. n° : ISO 778-1982 (F)

Descripteurs : pâte, essai, dosage, cuivre, méthode colorimétrique, 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 778 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 :

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7427456-2990-469f-8a8c-23b42c69129/iso-778-1982>

Afrique du Sud, Rép. d'	Espagne	Pologne
Allemagne, R. F.	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 778-1968, dont elle constitue une révision technique.

Pâtes — Détermination de la teneur en cuivre — Méthode par extraction et photométrie 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 778, publiée en 1968, une méthode colorimétrique était spécifiée pour la détermination de la teneur en cuivre 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 cuivre de la pâte, à savoir :

- une méthode par extraction et photométrie (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 par extraction et photométrie

3.1 Principe

Incinération de la pâte et dissolution des cendres dans l'acide chlorhydrique. Extraction du cuivre par le diéthylthiocarbamate de sodium dans le tétrachlorure de carbone, suivie d'un mesurage photométrique à 435 nm, les ions interférants étant masqués par $\text{Na}_2\text{H}_2\text{edta}$.

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.

NOTE — La teneur en cuivre de l'eau distillée doit être plus faible que 0,01 mg/kg. Si l'absorption de la solution de l'essai à blanc (3.5.4) comparée à celle du tétrachlorure de carbone (3.2.1) excède 0,05, la qualité de l'eau ou de l'un ou plusieurs des réactifs peut être suspectée.

3.2.1 Tétrachlorure de carbone (CCl_4).

3.2.2 Ammoniaque, solution concentrée, ρ 0,91 g/ml.

3.2.3 (Éthylène dinitrilo)dihydrogénéotétraacétate disodique ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{edta}$), solution à 50 g/l.

Dissoudre 50 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.

Conserver la solution dans une bouteille en polyéthylène.

3.2.4 Diéthylthiocarbamate de sodium trihydraté, solution à 1 g/l environ.

Dissoudre 0,1 g de diéthylthiocarbamate de sodium [$(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{N}.\text{CSSNa}.\text{3H}_2\text{O}$] dans 100 ml d'eau. Séparer par filtration toute matière insoluble.

Conserver la solution dans une bouteille de coloration foncée. Cette solution peut être conservée intacte pendant environ 1 semaine.

3.2.5 Acide chlorhydrique, solution à 6 mol/l environ.

3.2.6 Cuivre, solution étalon correspondant à 0,1 g de Cu par litre.

Dissoudre 0,100 g de cuivre électrolytique pur dans la plus petite quantité possible d'acide nitrique, ρ 1,4 g/ml. Faire bouillir pour chasser les vapeurs nitreuses, puis laisser refroidir. Transvaser toute la solution dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,1 mg de cuivre.

3.2.7 Cuivre, solution étalon correspondant à 0,01 g de Cu par litre.

Transvaser 100 ml de la solution étalon de cuivre (3.2.6) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

1 ml de cette solution étalon contient 0,01 mg de Cu.

Cette solution n'est pas stable.

3.2.8 Phénolphthaléine, solution d'indicateur.

Dissoudre 50 mg de phénolphthaléine (C₂₀H₁₄O₄) dans 50 ml d'éthanol (C₂H₅OH) et diluer avec 50 ml d'eau.

3.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

3.3.1 Spectrophotomètre, ou

3.3.2 Photocolorimètre, muni de filtres présentant un maximum de transmission à une longueur d'onde aux environs de 435 nm et de cuves avec couvercle.

3.4 Préparation de l'échantillon

Déchirer l'échantillon séché à l'air en morceaux de dimensions convenables. Ne pas utiliser de morceaux coupés ou découpés à l'emporte-pièce ou d'autres parties qui peuvent avoir subi une contamination métallique.

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 teneur en cuivre de l'échantillon est connue et excède 10 mg/kg, prélever une prise d'essai de 5 g.

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.

Les brûleurs en laiton ou en autre matériau contenant du cuivre ne doivent pas être utilisés.

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 Préparation de la courbe d'étalonnage

3.5.5.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de cinq ampoules à décanter de 250 ml, introduire 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2.5), 10 ml de la solution d'edta (3.2.3), 5 gouttes de la solution éthanolique de phénolphthaléine (3.2.8) et les volumes de la solution étalon de cuivre (3.2.7) indiqués dans le tableau 1.

Tableau 1

Solution étalon de cuivre (3.2.7)	Masse correspondante de Cu
ml	mg
0 *	0
2,0	0,02
5,0	0,05
7,0	0,07
10,0	0,10

* Solution de compensation.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

Neutraliser la solution dans chaque ampoule à décanter avec la solution d'ammoniaque (3.2.2), jusqu'à l'obtention d'une coloration rose pâle, puis laisser refroidir à la température ambiante. Ajouter 5 ml de la solution de diéthylthiocarbamate de sodium (3.2.4) et, à l'aide d'une pipette, 20,0 ml du tétrachlorure de carbone (3.2.1). Agiter vigoureusement les ampoules pendant au moins 3 min et laisser alors les phases se séparer. Filtrer dans une cuve (3.3.2) la phase organique (phase inférieure) à travers un tampon de coton inséré dans la sortie de l'ampoule à décanter, en rejetant les 5 premiers millilitres. Mettre le couvercle sur la cuve et effectuer immédiatement les mesurages photométriques.

3.5.5.2 Mesurages photométriques

Effectuer les mesurages photométriques à l'aide du spectrophotomètre (3.3.1), à la longueur d'onde d'absorption maximale (environ 435 nm), ou à l'aide du photocolorimètre (3.3.2) muni de filtres appropriés, après avoir dans chaque cas réglé l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation telle que préparée en 3.5.5.1 en omettant la solution étalon de cuivre (3.2.7).

NOTE — Éviter l'exposition directe à la lumière solaire des solutions colorées de tétrachlorure de carbone.

3.5.5.3 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, les masses, en milligrammes, de cuivre (contenues dans 20 ml de solution témoin) sur l'axe des abscisses, et les valeurs correspondantes des absorbances sur l'axe des ordonnées.

3.5.6 Détermination

3.5.6.1 Dissolution des cendres

Ajouter aux cendres (3.5.3) 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2.5) 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 ampoule à décanter. 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 l'ampoule à décanter.

3.5.6.2 Extraction

Ajouter, à la solution se trouvant dans l'ampoule à décanter, 10 ml de la solution d'edta (3.2.3) et 5 gouttes de la solution éthanolique de phénolphthaléine (3.2.8). Neutraliser la solution en ajoutant la solution d'ammoniaque (3.2.2) jusqu'à l'obtention d'une coloration rose pâle persistante, puis laisser refroidir à la température ambiante. Ajouter 5 ml de la solution de diéthylthiocarbamate de sodium (3.2.4) et, à l'aide d'une pipette à boule ou d'une pipette de sécurité, 20,0 ml du tétrachlorure de carbone (3.2.1). Agiter vigoureusement l'ampoule pendant au moins 3 min et laisser alors les phases se séparer. Filtrer dans une cuve (3.3.2) la phase organique (phase inférieure) à travers un tampon de coton inséré dans la sortie de l'ampoule à décanter, en rejetant les 5 premiers millilitres.

3.5.6.3 Mesurage photométrique

Mettre le couvercle sur la cuve et effectuer immédiatement le mesurage photométrique sur la solution d'essai comme spécifié en 3.5.5.2, après avoir réglé l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc (3.5.4).

NOTE — Éviter l'exposition directe à la lumière solaire de la solution colorée de tétrachlorure de carbone.

3.5.7 Expression des résultats

La teneur en cuivre, exprimée en milligramme par kilogramme, est donnée par la formule

$$1\,000 \times \frac{m_1}{m_0}$$

où

m_1 est la quantité de cuivre, en milligrammes, de la solution d'essai, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage (3.5.5.3);

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 le résultat comme la moyenne des deux déterminations, à la première décimale près.

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-monoxyle de diazote ou d'une flamme oxyacétylénique. Mesurage de l'absorption de la raie 324,7 nm, émise par une lampe à cathode creuse au cuivre.

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.

NOTE — La teneur en cuivre de l'eau distillée doit être plus faible que 0,01 mg/kg.

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

4.2.2 Cuivre, solution étalon à 0,1 g/l, comme spécifié en 3.2.6.

4.2.3 Cuivre, solution étalon à 0,01 g/l, comme spécifié en 3.2.7.

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 monoxyle de diazote, soit par l'acétylène et l'air.

4.3.2 Lampe à cathode creuse au cuivre.

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

Voir 3.5.2.

4.5.3 Incinération de la prise d'essai

Voir 3.5.3.

4.5.4 Essai à blanc

Voir 3.5.4.

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 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.1), puis les volumes de la solution étalon de cuivre (4.2.3) indiqués dans le tableau 2. Compléter au volume et homogénéiser.

Tableau 2

Solution étalon de cuivre (4.2.3)	Masse correspondante de Cu
ml	mg
0 *	0
2,0	0,02
5,0	0,05
7,0	0,07
10,0	0,10

* 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 cuivre (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 324,7 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 cuivre (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

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.

Si la solution contient des matières en suspension, la laisser décanter. Utiliser la solution claire pour les mesurages spectrométriques.

4.5.6.2 Mesurage spectrométrique

Effectuer le mesurage spectrométrique sur la solution d'essai 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 cuivre, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$1\ 000 \times \frac{m_2}{m_0}$$

ou m_2 est la quantité de cuivre, en milligrammes, de la solution d'essai, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage (4.5.5.4);

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 le résultat comme la moyenne des deux déterminations, à la première décimale près.

5 Procès-verbal d'essai

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

- toutes indications nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- référence de la présente Norme internationale et à la méthode utilisée (A ou B);
- nombre de déterminations, s'il est supérieur à 2;
- variantes par rapport au mode opératoire spécifiée, si elles ont été utilisées;
- résultats, exprimés exclusivement comme valeur numérique;
- tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- 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 778:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7427456-2990-469f-8a8c-23b42c650f26/iso-778-1982>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 778:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7427456-2990-469f-8a8c-23b42c650f26/iso-778-1982>