



## **Pâtes — Détermination de la teneur en fer — Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10 et méthode par spectrométrie d'absorption atomique de flamme**

*Pulps — Determination of iron content — 1,10-Phenanthroline photometric and flame atomic absorption spectrometric methods*

Première édition — 1982-08-01

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

ISO 779:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/25963742-552b-412d-99f2-0ac2e6d59a05/iso-779-1982>

---

**CDU 676.1 : 543.42 / .43 : 546.72**

**Réf. n° : ISO 779-1982 (F)**

**Descripteurs** : pâte, essai, dosage, fer, 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 779 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 779:1982](#)

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	

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/25963742-552b-412d-99f2-0ac2e6d59a05/iso-779-1982>

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 779-1968, dont elle constitue une révision technique.

# Pâtes — Détermination de la teneur en fer — Méthode photométrique à la phénanthroline-1,10 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.

iTeh STANDARD PREVIEW

## 0 Introduction

Dans la Recommandation ISO/R 779, publiée en 1968, une méthode colorimétrique était spécifiée pour la détermination de la teneur en fer 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 fer de la pâte, à savoir :

- une méthode photométrique à la phénanthroline-1,10 (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 photométrique à la phénanthroline-1,10

### 3.1 Principe

Incinération de la pâte et dissolution des cendres dans l'acide chlorhydrique. Réduction du fer trivalent par le chlorure d'hydroxylammonium. Formation du complexe fer(II)-phénanthroline-1,10 en milieu tamponné, et mesurage photométrique du complexe coloré à une longueur d'onde aux environs de 510 nm.

### 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 Acétate de sodium trihydraté** ( $\text{NaCOOCH}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ), solution à 540 g/l.

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

**3.2.3 Chlorhydrate de phénanthroline-1,10 monohydraté** ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), solution à 10 g/l.

Ce réactif peut être remplacé par une quantité correspondante de phénanthroline-1,10 monohydratée ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).

Conserver la solution à l'abri de la lumière. Utiliser uniquement des solutions incolores.

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

**3.2.5 Fer**, solution étalon correspondant à 0,1 g de Fe par litre.

Dissoudre 0,100 g de fer pur dans la plus petite quantité possible d'acide chlorhydrique,  $\rho$  1,19 g/ml, 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 Fe.

**3.2.6 Fer**, solution étalon correspondant à 0,01 g de Fe par litre.

Transvaser 100 ml de la solution étalon de fer (3.2.5) 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 Fe.

Cette solution n'est pas stable.

### 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 comprise entre 500 et 520 nm et de cuves avec couvercle.

**3.3.3 pH-mètre**.

### 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 fer de l'échantillon est connue et excède 20 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.

Pour vérifier que la capsule est débarrassée de toute trace de fer, y introduire environ 2 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2.4), diluée avec environ 10 ml d'eau, puis chauffer le tout. Laisser refroidir, puis ajouter 1 ml de la solution de chlorhydrate d'hydroxylamine (3.2.2), 1 ml de la solution de chlorhydrate de phénanthroline-1,10 (3.2.3) et 10 ml de la solution d'acétate de sodium (3.2.1). Aucune coloration rouge ne doit apparaître.

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 Préparation de la courbe d'étalonnage

**3.5.5.1** Préparation des solutions témoins se rapportant à des mesurages photométriques effectués en cuves de 1 cm de longueur de la voie optique

Dans une série de cinq fioles jaugées à un trait de 50 ml, introduire les volumes de la solution étalon de fer (3.2.6) indiqués dans le tableau 1.

Tableau 1

Solution étalon de fer (3.2.6)	Masse correspondante de Fe
ml	mg
0 *	0
5,0	0,05
10,0	0,10
15,0	0,15
20,0	0,20

\* Solution de compensation.

#### 3.5.5.2 Développement de la coloration

Ajouter dans chaque fiole 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2.4), 1 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.2.2), 1 ml de la solution de chlorhydrate de phénanthroline-1,10 (3.2.3) et 15 ml de la solution d'acétate de sodium (3.2.1). Compléter au volume, homogénéiser et laisser reposer pendant 15 min.

#### 3.5.5.3 Mesurages photométriques

Effectuer les mesurages photométriques à l'aide du spectrophotomètre (3.3.1), à une longueur d'onde aux environs de 510 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 et 3.5.5.2 en omettant la solution étalon de fer (3.2.6).

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

#### 3.5.5.4 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, les masses, en milligrammes, de fer (contenues dans 50 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 et préparation de la solution d'essai

Ajouter aux cendres (3.5.3) 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2.4) 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 50 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.

##### 3.5.6.2 Développement de la coloration

Ajouter à la solution d'essai (3.5.6.1), dans l'ordre suivant, 1 ml de la solution de chlorure d'hydroxylammonium (3.2.2), 1 ml de la solution de chlorhydrate de phénanthroline-1,10 (3.2.3) et pour obtenir un pH compris entre 3 et 6, 15 ml de la solution d'acétate de sodium (3.2.1). Compléter au volume, homogénéiser, et laisser reposer pendant 15 min. Si la solution est trouble, filtrer au filtre en verre ou centrifuger.

##### 3.5.6.3 Mesurage photométrique

Effectuer le mesurage photométrique sur la solution d'essai après développement de la coloration, en suivant le mode opératoire spécifié en 3.5.5.3, après avoir réglé l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc (3.5.4).

#### 3.5.7 Expression des résultats

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

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

où

$m_1$  est la quantité de fer, en milligrammes, de la solution d'essai, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage (3.5.5.4);

$m_0$  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 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 oxyacétylénique. Mesurage de l'absorption de la raie 248,3 nm, émise par une lampe à cathode creuse au fer.

### 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 Fer**, solution étalon à 0,01 g/l, comme spécifié en 3.2.6.

### 4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**4.3.1 Spectromètre d'absorption atomique**, équipé d'un brûleur alimenté par l'acétylène et l'air.

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

### 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 50 ml, introduire 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.1), puis les volumes de la solution étalon de fer (4.2.2) indiqués dans le tableau 2. Compléter au volume et homogénéiser.

Tableau 2

Solution étalon de fer (4.2.2)	Masse correspondante de Fe
ml	mg
0 *	0
5,0	0,05
10,0	0,10
15,0	0,15
20,0	0,20

\* 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 fer (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 248,3 nm de façon à obtenir le maximum d'absorption. Régler la pression de l'acétylène et de l'air suivant les caractéristiques du brûleur. 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 fer (contenues dans 50 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

Voir 3.5.6.1.

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 fer, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

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

où

$m_2$  est la quantité de fer, 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**
  
 (standards.iteh.ai)
   
 ISO 779-1982
   
<https://standards.iteh.ai/catalog/standard/iso-779-1982-2742-552b-412d-99f2-0ac2e6d59a05/iso-779-1982>

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.

Page blanche

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

ISO 779:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/25963742-552b-412d-99f2-0ac2e6d59a05/iso-779-1982>

Page blanche

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

ISO 779:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/25963742-552b-412d-99f2-0ac2e6d59a05/iso-779-1982>