

---

# Norme internationale



# 3260

---

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

---

## Pâtes — Détermination de la consommation en chlore (Degré de délignification)

*Pulps — Determination of chlorine consumption (Degree of delignification)*

Deuxième édition — 1982-11-15

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

[ISO 3260:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e520c7ab-3065-4b56-bf18-a9367c063cf5/iso-3260-1982>

---

CDU 676.014.361

Réf. n° : ISO 3260-1982 (F)

Descripteurs : pâte à papier, analyse chimique, détermination, consommation, chlore, délignification.

## 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 3260 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*.

Cette deuxième édition fut soumise directement au Conseil de l'ISO, conformément au paragraphe 6.11.2 de la partie 1 des Directives pour les travaux techniques de l'ISO. Elle annule et remplace la première édition (ISO 3260-1975), qui avait été approuvée par les comités membres des pays suivants :

Afrique du Sud, Rép. d'	Finlande	Pays-Bas
Allemagne, R. F.	France	Pologne
Australie	Hongrie	Roumanie
Belgique	Inde	Suède
Bulgarie	Iran	Suisse
Canada	Israël	Tchécoslovaquie
Égypte, Rép. arabe d'	Norvège	Turquie
Espagne	Nouvelle-Zélande	URSS

Aucun comité membre n'a désapprouvé le document.

# Pâtes — Détermination de la consommation en chlore (Degré de délignification)

## 0 Introduction

La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale pour la détermination du degré de délignification de la pâte par le mesurage de sa consommation en chlore dans des conditions spécifiées est apparentée à la méthode de détermination du degré de délignification de la pâte par mesurage de la consommation en permanganate de potassium par la pâte dans des conditions spécifiées, décrite dans l'ISO 302, *Pâtes — Détermination de l'indice Kappa*. Contrairement à cette dernière, la méthode de détermination de la consommation en chlore a le mérite de ne pas être limitée aux pâtes à rendements inférieurs à 60 %.

Il a été démontré expérimentalement qu'il existe une relation linéaire entre la consommation en chlore et la teneur totale en lignine de la pâte. Cette relation est indépendante de la méthode utilisée pour la préparation de la pâte.

## 1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination du degré de délignification de la pâte par mesurage de sa consommation en chlore.

Cette méthode est applicable à tous les types de pâtes.

## 2 Référence

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

## 3 Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivante est applicable :

**consommation en chlore d'une pâte** : Quantité de chlore actif que cette pâte consomme dans les conditions spécifiées par la présente Norme internationale. Elle est exprimée en pourcentage en masse.

## 4 Principe

Traitement d'une prise d'essai de pâte, durant 15 min, à une température de  $25 \pm 1$  °C, avec du chlore produit par l'acidification d'une solution d'hypochlorite de sodium.

Dosage, par titrage iodométrique, du chlore résiduel dont la quantité doit être supérieure à 50 % de la quantité ajoutée (voir la note au chapitre 9). La consommation en chlore ainsi obtenue est ramenée à la consommation à concentration constante de chlore disponible.

## 5 Réactifs

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

**5.1 Hypochlorite de sodium** (NaClO), solution contenant environ 20 g de chlore actif par litre, et d'une alcalinité totale correspondant à un pH de  $12,0 \pm 0,5$ , mesurée avec une électrode en verre.

**5.2 Acide chlorhydrique**, solution à 4 mol/l, obtenue en ajoutant 100 ml d'acide chlorhydrique (HCl),  $\rho = 1,19$  g/ml, à 200 ml d'eau.

**5.3 Iodure de potassium**, solution à 1 mol/l, contenant 166 g d'iodure de potassium (KI) par litre.

**5.4 Thiosulfate de sodium**, solution titrée,  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0,2$  mol/l. La concentration doit être connue avec une précision de  $\pm 0,0004$  mol/l.

**5.5 Amidon**, indicateur, solution à 2 g/l.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

**6.1 Appareil à grande vitesse pour désintégration dans l'eau**, par exemple mixer de cuisine ou appareil similaire, pouvant désintégrer la pâte complètement, en faisant subir aux fibres le minimum de dommages.

**6.2 Appareillage pour la détermination de la consommation en chlore**, conforme à la figure, et consistant en :

**6.2.1 Fiole conique à paroi épaisse (D)**, de 750 ml de capacité, munie d'un col rodé normalisé (C).

**6.2.2 Entonnoir de séparation (E)**, de 50 à 100 ml de capacité, muni de joints rodés normalisés (B et C) et d'un bouchon en verre (A).

**6.3 Agitateur magnétique enrobé et entraîné par un moteur**, donnant une agitation efficace quand l'aimant et la table motrice se trouvent environ à 40 mm l'un de l'autre.

**6.4 Bain-marie**, pouvant maintenir une température de  $25 \pm 1$  °C durant au moins 20 min, et équipé d'un support pour la fiole.

**6.5 Pompe à vide.**

**6.6 Chronomètre.**

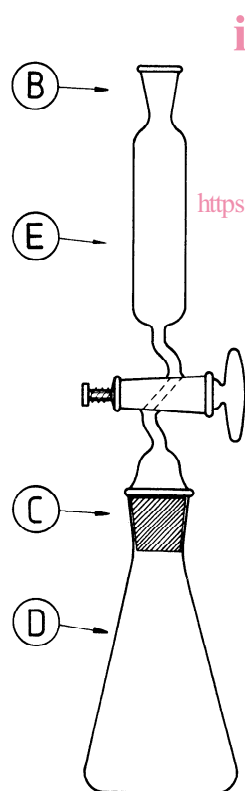


Figure — Appareillage pour la détermination de la consommation en chlore

**7.2 Pâtes en suspension classées**

Faire un gâteau de 3 à 10 g sec à l'air par filtration sur un entonnoir Büchner, en évitant les pertes de fibres. Sécher à l'air le gâteau de fibres et le déchirer en petits morceaux.

**7.3 Pâtes non classées**

Si l'échantillon de pâte vient d'une pâte non classée qui, normalement, est classée avant blanchiment ou une autre opération, on doit alors éliminer par tamisage les bûchettes et les nœuds de l'échantillon. La méthode de tamisage doit être indiquée dans le procès-verbal d'essai, et doit être choisie de façon à donner des résultats similaires à ceux obtenus par le classage industriel de la pâte. Compléter la préparation de la pâte classée comme décrit en 7.2.

**8 Mode opératoire**

**8.1 Prise d'essai**

Avant de peser les prises d'essai, conditionner les échantillons durant au moins 20 min dans l'atmosphère environnant la balance.

Peser  $500 \pm 5$  mg de la pâte. Peser en même temps une prise d'essai séparée pour la détermination de la teneur en matières sèches, conformément aux prescriptions de l'ISO 638.

**8.2 Détermination**

Désintégrer la prise d'essai dans le désintégrateur (6.1) avec 20 ml d'eau de 25 à 26 °C jusqu'à ce qu'elle soit exempte de pastilles et de gros agglomérats de fibres. Placer la prise d'essai désintégrée dans la fiole de réaction (6.2.1) en utilisant 135 ml d'eau pour rincer le désintégrateur. Placer la fiole sur son support dans le bain-marie (6.4) et mettre en marche l'agitateur (6.3).

Brancher l'entonnoir de séparation (6.2.2) et vider la fiole au moyen de la pompe à vide (6.5). Fermer le robinet d'isolement de l'entonnoir, retirer le bouchon et ajouter 10 ml de la solution d'acide chlorhydrique (5.2) dans l'entonnoir.

Laisser s'écouler l'acide sans admettre d'air et, simultanément, déclencher le chronomètre (6.5). Rincer l'entonnoir avec 10 ml d'eau et les laisser s'écouler. Mettre, à l'aide d'une pipette, 15,0 ml de la solution d'hypochlorite de sodium (5.1) dans l'entonnoir et les laisser s'écouler après exactement 2 min. Ne pas arrêter le chronomètre à ce stade. Rincer l'entonnoir avec 5 ml d'eau et les laisser s'écouler.

Ajouter 20 ml de la solution d'iodure de potassium (5.3) dans l'entonnoir et les laisser s'écouler exactement 17 min après l'addition de la solution d'acide chlorhydrique. Rincer l'entonnoir avec 50 ml d'eau, les laisser s'écouler et agiter la fiole pour dissoudre le chlore gazeux. Ajouter 50 ml d'eau dans l'entonnoir, les laisser s'écouler, laisser le robinet ouvert et enlever l'entonnoir. Titrer à l'aide de la solution de thiosulfate de sodium (5.4) en utilisant la solution d'amidon (5.5) comme indicateur. Noter la consommation,  $V_1$  ml.

Effectuer un essai à blanc de la même façon et noter la consommation,  $V_2$  ml.

NOTE — Pour les pâtes ayant une faible consommation en chlore, utiliser une quantité plus faible de la solution d'hypochlorite de sodium (5.1) et augmenter le volume d'eau en proportion. Effectuer l'essai à blanc avec les mêmes volumes d'hypochlorite de sodium et d'eau. Pour le titrage, utiliser une solution titrée de thiosulfate de sodium, de plus faible concentration que celle donnée en 5.4.

Effectuer deux déterminations.

## 9 Expression des résultats

9.1 Calculer la fraction  $r$  de chlore ajouté non consommé lors de la détermination par la formule

$$r = \frac{V_1}{V_2}$$

où

$V_1$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée de thiosulfate de sodium (5.4) consommée dans le titrage de la prise d'essai;

$V_2$  est le volume, en millilitres, de la solution titrée de thiosulfate de sodium (5.4) consommée dans le titrage de l'essai à blanc.

Si on trouve que  $r$  est inférieur à 0,5, refaire l'essai en diminuant la prise d'essai. Si  $r$  est supérieur à 0,5, utiliser le facteur de correction  $f$  donné dans le tableau.

9.2 La consommation en chlore  $X$ , exprimée en pourcentage en masse, est donnée par la formule

$$X = \frac{3,546 f (V_2 - V_1) c}{m}$$

où

$c$  est la concentration, en moles par litre, de la solution titrée de thiosulfate de sodium;

$m$  est la masse, en grammes, de la prise d'essai calculée sur base absolument sèche.

NOTE — Pour calculer la consommation en chlore  $X$ , on a utilisé l'expression

$$f = \frac{1}{2} \left( 1 + \frac{V_2}{V_2 - V_1} \ln \frac{V_2}{V_1} \right)$$

Elle a été obtenue à partir de certaines hypothèses qui sont généralement acceptées dans la théorie de la chloration de la pâte. Elle a été établie expérimentalement et est valable seulement si  $r$  est supérieur à 0,5.

Noter le résultat comme la moyenne des deux déterminations, avec trois chiffres significatifs.

## 10 Procès-verbal d'essai

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

- toutes indications nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- référence de la présente Norme internationale;
- résultats, ainsi que la forme sous laquelle ils sont exprimés;
- dans le cas de pâte non classée (7.3), méthode de tamisage;
- tous détails particuliers éventuels relevés aux cours de la détermination;
- toutes opérations non spécifiées dans la présente Norme internationale ou toutes opérations facultatives susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

Tableau — Facteur  $f$  pour la correction de la consommation en chlore

$r$	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
0,5	1,193	1,187	1,181	1,175	1,170	1,164	1,159	1,154	1,148	1,143
0,6	1,139	1,134	1,129	1,124	1,120	1,115	1,111	1,107	1,103	1,098
0,7	1,094	1,091	1,087	1,083	1,079	1,075	1,072	1,068	1,065	1,061
0,8	1,058	1,055	1,051	1,048	1,045	1,042	1,039	1,036	1,033	1,030
0,9	1,027	1,024	1,021	1,018	1,016	1,013	1,010	1,008	1,005	1,003

## Bibliographie

- KYRKLUND, B., ET STRANDELL, G., *Paperi ja Puu — Papper och Trä* (Paper and Timber) **49** (1967) : 3,99.
- KYRKLUND, B., ET STRANDELL, G., *Paperi ja Puu — Papper och Trä* (Paper and Timber) **51** (1969) : 4a,299.

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

ISO 3260:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e520c7ab-3065-4b56-bf18-a9367c063cf5/iso-3260-1982>

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

ISO 3260:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e520c7ab-3065-4b56-bf18-a9367c063cf5/iso-3260-1982>

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

ISO 3260:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/e520c7ab-3065-4b56-bf18-a9367c063cf5/iso-3260-1982>