

NORME INTERNATIONALE

**ISO
9197-1**

Première édition
1989-07-15

Papiers, cartons et pâtes — Détermination des chlorures solubles dans l'eau —

Partie 1 : Méthode générale

*Paper, board and pulps — Determination of water-soluble chlorides —
Part 1 : General method*



Numéro de référence
ISO 9197-1 : 1989 (F)

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 en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

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. Les Normes internationales sont approuvées conformément aux procédures de l'ISO qui requièrent l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9197-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*.

L'ISO 9197 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Papiers, cartons et pâtes — Détermination des chlorures solubles dans l'eau*:

- *Partie 1: Méthode générale*
- *Partie 2: Méthode pour les produits de grande pureté*

Papiers, cartons et pâtes — Détermination des chlorures solubles dans l'eau —

Partie 1 : Méthode générale

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 9197 prescrit une méthode générale pour la détermination des chlorures solubles dans l'eau et contenus dans les papiers, les cartons et les pâtes.

Pour les pâtes et papiers de qualité électrique, la méthode 2 prescrite dans la section 14 de la CEI 554-2 : 1977, *Spécification pour papiers cellulosiques à usages électriques — Partie 2: Méthodes d'essai*, est recommandée. Pour les produits très purs, autres que les qualités électriques, une méthode sera prescrite dans l'ISO 9197-2.

2 Références normatives

Les normes suivantes contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 9197. Au moment de la publication, les éditions indiquées étaient en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 9197 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des normes indiquées ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 287 : 1985, *Papier et carton — Détermination de l'humidité — Méthode par séchage à l'étuve*.

ISO 638 : 1978, *Pâtes — Détermination de la teneur en matières sèches*.

3 Définition

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 9197, la définition suivante s'applique.

chlorures solubles dans l'eau (contenus dans les papiers, les cartons et les pâtes) : Quantité d'ions chlorure qui est extraite et déterminée dans les conditions prescrites dans la présente partie de ISO 9197.

4 Principe

Des morceaux (au moins 4 g) de l'échantillon sont extraits avec de l'eau chaude (100 ml) durant 1 h. L'extrait est filtré et ses

ions chlorure sont déterminés par titrage potentiométrique avec une solution de nitrate d'argent en présence d'acétone. De l'acétate de cuivre(II) est ajouté pour réduire l'interférence éventuelle d'hydrates de carbone réducteurs.

5 Réactifs

Au cours de l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau (5.1).

5.1 Eau distillée ou eau déionisée, d'une conductivité inférieure à 0,5 mS/m.

5.2 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) \approx 1,5 \text{ mol/l}$.

Diluer 100 ml d'acide nitrique, $\rho 1,40 \text{ g/ml}$, à 1 litre avec de l'eau (5.1).

5.3 Acétone (CH_3COCH_3), exempte de chlorures.

5.4 Acétate de cuivre(II), solution saturée.

Dissoudre 13 g d'acétate de cuivre(II) monohydraté $[(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Cu} \cdot \text{H}_2\text{O}]$ dans 200 ml d'une solution d'acide acétique à 1 % (m/m). Chauffer légèrement pour faciliter la dissolution.

La solution reste stable au moins 1 mois.

5.5 Nitrate d'argent, solution titrée, $c(\text{AgNO}_3) = 2 \text{ mmol/l}$.

Peser avec précision environ 1,70 g de nitrate d'argent (AgNO_3), dissoudre dans de l'eau (5.1) dans une fiole jaugée de 100 ml et diluer jusqu'au trait. Prélever, à l'aide d'une pipette, 20,0 ml de cette solution mère et diluer à 1 000 ml en fiole jaugée. Calculer la concentration réelle c , de ce réactif, exprimée en millimoles de AgNO_3 par litre, à l'aide de la formule

$$c = \frac{2m}{1,70}$$

où m est la masse exacte, en grammes, de nitrate d'argent utilisé pour préparer la solution mère.

Conserver la solution à l'abri de la lumière.

6 Appareillage

La verrerie et les autres équipements doivent être soigneusement nettoyés. La verrerie comme les pincettes et les ciseaux pour la préparation des échantillons doivent être lavés dans l'eau distillée.

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Potentiomètre ou autre appareil de mesure (par exemple un pH-mètre), capable de mesurer la tension en courant continu dans la gamme 0 à 300 mV avec une précision de 2 mV. Utiliser une électrode de mesure en fil d'argent et une électrode en verre ou une électrode au sulfate de mercure(II) comme électrode de référence.

NOTE — Si disponible, on peut utiliser un titrateur automatique ayant une microburette entraînée par un moteur, et une imprimante.

6.2 Microburette, de 10 ml de capacité, graduée en 0,02 ml.

7 Préparation de l'échantillon

Comme la quantité de chlorures dans l'échantillon peut être très faible, prendre toutes les précautions possibles pour éviter de le contaminer au cours de l'échantillonnage. Laver les gants de protection qui doivent être portés tout le temps au cours des manipulations de l'échantillon et des fragments qui en proviennent.

Couper ou déchirer l'échantillon en fragments de taille approximativement 5 mm × 5 mm et les mélanger soigneusement. Les conserver à l'abri de la poussière et des fumées.

Déterminer la teneur en matières sèches séparément conformément à l'ISO 287 (pour les papiers et les cartons) ou l'ISO 638 (pour les pâtes).

8 Mode opératoire

Effectuer l'essai en double. Un essai à blanc, sans échantillon, doit également être effectué pour toute la procédure.

Peser, à 0,01 g près, au moins 4 g de l'échantillon dans une fiole de 250 ml ayant un joint rodé normalisé. Les cartons épais doivent être délamés en plusieurs plis avant extraction.

NOTE — Des échantillons moins importants peuvent être pris si la teneur en chlorures est élevée.

À l'aide d'une pipette, ajouter 100 ml d'eau (5.1). Adapter un réfrigérant à reflux à la fiole et laisser bouillir doucement durant 1 h ± 5 min sur une plaque chauffante électrique. Éviter toute perte d'eau par évaporation durant ce stade.

Refroidir rapidement l'extrait et le filtrer immédiatement sous vide en utilisant un papier filtre sans cendre et un entonnoir de Büchner. Recueillir le filtrat dans un flacon ayant un bouchon en verre rodé.

À l'aide d'une pipette, transférer 50,0 ml de l'extrait dans le récipient de titrage. Ajouter 200 ml d'acétone (5.3), 5 ml d'acide nitrique (5.2) et 2 ml de la solution d'acétate de cuivre(II) (5.4).

Placer les électrodes du potentiomètre (6.1) et agiter la solution à une vitesse constante à l'aide d'un agitateur magnétique durant 5 min.

Noter la tension du potentiomètre. Ajouter, à l'aide de la microburette (6.2), des volumes successifs de la solution de nitrate d'argent (5.5). Relever la tension après chaque addition. Lorsque la tension commence à évoluer rapidement, additionner le réactif en plus petites quantités jusqu'à ce que la courbe s'aplatisse à nouveau.

Tracer les variations de la tension en fonction du volume ajouté de la solution de nitrate d'argent.

Si un titrateur automatique est utilisé, le réactif doit être ajouté à une vitesse de 0,1 ml/min à 0,2 ml/min.

Sur le diagramme, déterminer le point d'inclinaison maximale et relever le volume correspondant du réactif. Prendre ce dernier comme équivalent de solution de nitrate d'argent.

NOTE — Certains titrateurs automatiques permettent d'obtenir les dérivées première et seconde de la courbe de titrage. Si on le désire, celles-ci peuvent être utilisées pour la détermination du point où la pente de la courbe est maximale.

9 Expression des résultats

Calculer la teneur en chlorures solubles dans l'eau, exprimée en milligrammes par kilogramme, à l'aide de la formule

$$\frac{35,46}{V_2} \times \frac{c(V_1 - V_0)}{m}$$

où

c est la concentration réelle, exprimée en millimoles de AgNO_3 par litre, de la solution de nitrate d'argent (normalement 2 mmol/l);

V_0 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent utilisé pour le titrage dans l'essai à blanc;

V_1 est le volume, en millilitres, de la solution de nitrate d'argent utilisé pour le titrage de la solution d'essai;

V_2 est le volume, en millilitres, de l'extrait prélevé pour le titrage (normalement 50 ml);

V_3 est le volume total, en millilitres, de l'eau ajouté à la prise d'essai (normalement 100 ml);

m est la masse, en grammes, de l'échantillon séché à l'étuve.

Lorsqu'on substitue les valeurs normales pour c , V_1 et V_3 , la formule se simplifie comme suit:

$$\frac{141,8 (V_1 - V_0)}{m}$$

Prendre la moyenne des résultats de deux déterminations parallèles comme teneur en chlorures solubles dans l'eau. Exprimer le résultat en milligrammes par kilogramme d'échantillon séché à l'étuve et l'arrondir au nombre entier le plus proche.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) référence à la présente partie de l'ISO 9197;
- b) date et lieu de l'essai;
- c) identification de l'échantillon;
- d) résultats;
- e) tout écart par rapport au mode opératoire prescrit ou autres circonstances ayant pu affecter les résultats.

STANDARDSISO.COM : Click to view the full PDF of ISO 9197-1:1989

STANDARDSISO.COM : Click to view the full PDF of ISO 9197-1:1989