

NORME INTERNATIONALE

ISO
9184-1

Première édition
1990-12-15

Papier, carton et pâtes — Détermination de la composition fibreuse —

Partie 1:

Méthode générale

(standards.iteh.ai)

Paper, board and pulps — Fibre furnish analysis —

Part 1: General method

<https://standards.iteh.ai/standards/ISO/9184-1/1990>
<https://standards.iteh.ai/standards/ISO/9184-1/1990>



Numéro de référence
ISO 9184-1:1990(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 vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

La Norme internationale ISO 9184-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*.

L'ISO 9184 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Papier, carton et pâtes — Détermination de la composition fibreuse*:

- *Partie 1: Méthode générale*
- *Partie 2: Guide de coloration*
- *Partie 3: Coloration de Herzberg*
- *Partie 4: Coloration de Graff «C»*
- *Partie 5: Coloration de Lofton-Merritt (modification de Wisbar)*
- *Partie 6: Facteurs-poids par méthode de la masse linéique de fibre*
- *Partie 7: Facteurs-poids par méthode de comparaison*

La partie 1 donne des instructions de nature générale sur la façon d'effectuer la détermination de la composition fibreuse. Il convient de l'utiliser conjointement au guide de coloration (voir partie 2) et aux différentes méthodes de coloration (voir parties 3 à 5).

© ISO 1990

Droits de reproduction réservés. Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

Organisation internationale de normalisation
Case Postale 56 • CH-1211 Genève 20 • Suisse

Imprimé en Suisse

Des parties complémentaires seront publiées selon les nécessités découlant de l'apparition de nouveaux types de fibres ou de nouvelles méthodes de coloration.

Les annexes A et B de la présente partie de l'ISO 9184 sont données uniquement à titre d'information.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9184-1:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fd7fb8-2dd8-489e-83b1-e26e5553f71c/iso-9184-1-1990>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9184-1:1990

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/36fd7fb8-2dd8-489e-83b1-e26e5553f71c/iso-9184-1-1990>

4 Principe

La détermination de la composition fibreuse s'opère au microscope sur une petite quantité de fibres représentatives de l'échantillon analysé après coloration par des réactifs colorants

- qualitativement, sur la base des colorations obtenues et des caractéristiques morphologiques des fibres;
- quantitativement, par dénombrement des points de croisement des divers types de fibre avec la ligne de comptage et conversion des nombres obtenus en pourcentage en poids au moyen des facteurs-poids adéquats.

5 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.

5.1 Hydroxyde de sodium, solution à environ 1 % (*m/m*), contenant 10 g d'hydroxyde de sodium (NaOH) par litre.

5.2 Acide chlorhydrique, solution à environ 0,2 % (*m/m*), contenant 5 ml d'acide chlorhydrique concentré (HCl) par litre.

5.3 Acide orthophosphorique, solution à environ 5 % (*m/m*), contenant 35 ml d'acide orthophosphorique (H₃PO₄) à 85 % (*m/m*) par litre.

5.4 Sulfate d'aluminium, solution à environ 5 % (*m/m*), contenant 50 g de sulfate d'aluminium [Al₂(SO₄)₃] par litre.

5.5 Permanganate de potassium, solution à environ 6,5 % (*m/m*), contenant 65 g de permanganate de potassium (KMnO₄) par litre.

5.6 Acide oxalique, solution à environ 5 % (*m/m*), contenant 50 g d'acide oxalique dihydraté (C₂H₂O₄·2H₂O) par litre.

5.7 Solvants organiques, tels que éthanol (C₂H₅OH), oxyde diéthylique (C₂H₅OC₂H₅), acétate d'éthyle (CH₃COOC₂H₅), acétone (CH₃COCH₃), xylène [C₆H₄(CH₃)₂], toluène (C₇H₈), chloroforme (CHCl₃), tétrachloroéthène (C₂Cl₄) et trichloroéthane (C₂H₃Cl₃).

6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

6.1 Microscope, équipé d'une platine mécanique et d'oculaires à réticule central ou traits horizontaux.

Éclairage: lampe lumière du jour ou lampe à incandescence normale avec filtre lumière du jour.

Pour l'identification et le dénombrement des fibres, il est recommandé un grossissement de × 40 à × 120 et, pour l'étude des détails morphologiques, un grossissement de × 200 à × 500.

6.2 Désintégrateurs, un pour les échantillons aisément désintégrables (agitateur à faible vitesse) et un autre pour les échantillons plus résistants (désintégrateur à ultrasons, macérateur ultrarapide, etc.).

6.3 Lampe à rayons infrarouges, ou plaque chauffante, réglable à 50 °C — 60 °C.

6.4 Dispositifs à filtration

6.4.1 Tamis rond, de 50 mm à 70 mm de diamètre, de 5 mm à 10 mm de hauteur, à bord métallique ou plastique. Le fond doit être une toile de fils métalliques de 60 µm à 80 µm d'ouverture de maille.

6.4.2 Filtre en verre, de 200 ml, à disque fritté, pores de 15 µm à 40 µm.

6.5 Pipette en verre, d'environ 100 mm de longueur et de 5 mm à 8 mm de diamètre intérieur, dont une extrémité est soigneusement polie mais non rétrécie et l'autre est dotée d'une poire en caoutchouc. La pipette doit être conçue de façon à décharger environ 0,5 ml.

6.6 Lames porte-objet, de préférence de 25 mm × 75 mm.

6.7 Lamelles rectangulaires, pour la protection de la préparation.

6.8 Aiguilles de dissection

6.9 Boîtes de Petri ou coupelles, couvertes peu profondes convenables, d'environ 100 mm à 120 mm de diamètre.

6.10 Compteur multiple, pour le dénombrement des fibres.

6.11 Flacons compte-gouttes, de 30 ml ou 50 ml.

Papier, carton et pâtes — Détermination de la composition fibreuse —

Partie 1: Méthode générale

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 9184 prescrit la conduite générale d'un essai de détermination de la composition fibreuse (voir 3.1) du papier, du carton et des pâtes.

Elle est applicable à tous les types de pâte et à la plupart des papiers et cartons, y compris ceux contenant plus d'un seul type de fibre. Elle tient compte des divers procédés de fabrication de pâte.

La méthode est moins bien adaptée pour les papiers et cartons fortement imprégnés ou très colorés, qui ne peuvent être désintégréés ou décolorés sans affecter la structure des fibres ou leur réaction aux colorants.

2 Référence normative

La norme suivante contient des dispositions qui, par suite de la référence qui en est faite, constituent des dispositions valables pour la présente partie de l'ISO 9184. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Toute norme est sujette à révision et les parties prenantes des accords fondés sur la présente partie de l'ISO 9184 sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer l'édition la plus récente de la norme indiquée ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur à un moment donné.

ISO 9184-2:1990, *Papier, carton et pâtes — Détermination de la composition fibreuse — Partie 2: Guide de coloration.*

3 Définitions

Pour les besoins de la présente partie de l'ISO 9184, les définitions suivantes s'appliquent.

3.1 détermination de la composition fibreuse: Identification des composants fibreux d'échantillons de papier, de carton et de pâte compte tenu de l'origine des fibres et de la méthode de fabrication.

L'analyse de la composition fibreuse peut être qualitative ou quantitative.

3.2 masse linéique d'une fibre, c : Masse moyenne (sec absolu) par unité de longueur pour un genre particulier de fibre, généralement exprimée en milligrammes par mètre.

3.3 facteur-poids, f : Rapport de la masse linéique d'une fibre d'un genre particulier de fibre à celui d'une fibre de référence.

NOTE 1 La tradition voulait que les fibres de chiffons (coton) soient choisies comme les fibres de référence avec lesquelles toutes les autres fibres étaient comparées. Le facteur-poids a été fixé égal à 1,00 et l'on a déterminé la masse linéique d'une fibre comme étant 0,180 mg/m. Le facteur-poids d'un certain genre de fibre peut être dérivé de sa masse linéique par l'expression

$$f = \frac{c}{0,180}$$

où

f est le facteur-poids;

c est la masse linéique de la fibre, en milligrammes par mètre.

7 Préparation de l'échantillon

Constituer l'échantillon en arrachant des petits fragments en divers endroits de l'échantillon à analyser, d'environ 0,25 g au total. Dans le cas d'un produit composite, procéder conformément à 7.3.

7.1 Échantillons ordinaires

7.1.1 Cuisson à l'eau bouillante

Mettre les fragments dans un tube à essais ou dans un petit bécher. Faire bouillir dans de l'eau durant quelques minutes en agitant de temps à autre, puis désintégrer dans un désintégrateur (6.2).

7.1.2 Cuisson dans une solution d'hydroxyde de sodium

Dans le cas de fragments ne pouvant être complètement désintégrés conformément à 7.1.1, les remettre après filtration (voir 6.4) dans le tube à essais ou le bécher et les faire bouillir dans de la solution d'hydroxyde de sodium (5.1) durant quelques minutes en agitant de temps à autre.

NOTE 2 Ne pas traiter à l'hydroxyde de sodium les échantillons contenant des fibres de laine ou de soie naturelle, la laine et la soie étant solubles dans les alcalis. L'ébullition dans une solution d'hydroxyde de sodium peut aussi modifier le développement de certains réactifs.

Filtrer sur le filtre en verre (6.4.2), laver deux fois à l'eau et neutraliser avec de la solution d'acide chlorhydrique (5.2) durant plusieurs minutes. Rincer plusieurs fois à l'eau et désintégrer dans un désintégrateur (6.2).

7.2 Échantillons de papiers et cartons spéciaux

Si les traitements précédents ne suffisent pas pour désintégrer les fragments, choisir l'un des traitements décrits en 7.2.1 à 7.2.4.

7.2.1 Papiers résistants à l'état humide

Mettre de petits morceaux de l'échantillon dans un bécher, ajouter de la solution de sulfate d'aluminium (5.4) ou d'acide orthophosphorique (5.3) et faire bouillir durant 5 min à 30 min selon la rapidité de désintégration. Décanter la solution, laver à l'eau et désintégrer. Si les fragments ne sont toujours pas désintégrés, procéder conformément à 7.2.3.

NOTE 3 On a trouvé que le décolorant à l'hypochlorite était efficace lorsqu'il s'agissait de désintégrer ces produits.

7.2.2 Papiers sulfurisés et papiers de pâte très raffinée

Mettre de petits fragments de l'échantillon dans de la solution de permanganate de potassium (5.5) contenue dans un bécher et laisser reposer. Décanter la solution, laver les fragments, les traiter avec de la solution d'acide oxalique (5.6), les laver à nouveau et désintégrer.

7.2.3 Échantillons imprégnés ou spécialement liés présentant des liaisons inter-fibres chimiquement ou physiquement durables

Aucune règle générale ne peut être donnée. Une extraction, à chaud ou à froid, par solvants organiques (5.7) facilitera souvent la désintégration. Choisir un solvant n'affectant pas les fibres.

7.2.4 Échantillons colorés

Dans le cas peu probable où, après la désintégration, les fibres conserveraient encore une coloration susceptible de rendre difficile leur identification, on peut utiliser, pour éliminer cette coloration, diverses méthodes en fonction des caractéristiques du colorant. Ces méthodes comprennent les traitements par extraction, oxydation et réduction à l'aide de réactifs d'usage courant en laboratoire.

7.3 Échantillons composites

Lorsque l'échantillon de papier ou de carton est supposé être multicouches et que deux ou plusieurs plis doivent être analysés séparément, procéder comme suit. Découper dans l'échantillon cinq morceaux d'environ 5 cm x 5 cm et les immerger dans de l'eau chaude (environ 70 °C) jusqu'à ce que les plis élémentaires puissent être séparés. Si cette séparation s'avère difficile, utiliser la solution d'hydroxyde de sodium (5.1) à la place de l'eau. Si les plis séparés semblent contenir des fibres provenant des plis voisins, tenter d'éliminer celles-ci par un léger frottement à l'état humide. Traiter les plis obtenus comme des échantillons distincts et procéder conformément à 7.1.

8 Coloration et préparation des lames porte-objet

La méthode à utiliser pour la coloration et la préparation des lames dépend du réactif employé. Choisir le réactif adéquat à l'aide du guide de coloration (voir ISO 9184-2) et procéder à la coloration des fibres sur la lame ou dans le tube à essais.

NOTE 4 Bien que les colorants recommandés dans l'ISO 9184-2 aient prouvé leur efficacité pour différencier plusieurs types de fibres, il existe plusieurs autres colorants qu'on peut utiliser avec succès dans certains cas.

Ces colorants sont décrits dans certaines références publiées, dont plusieurs se trouvent dans l'annexe B.

8.1 Coloration sur lame

La couche fibreuse à déposer sur la lame peut être préparée pour la coloration soit à partir d'une suspension fibreuse diluée, soit avec le dépôt de la filtration.

8.1.1 Préparation à partir d'une suspension fibreuse

Diluer environ la moitié de la suspension fibreuse dispersée (voir article 7) dans un bécher pour l'amener à une concentration approximative de 0,05 % (m/m). À l'aide de la pipette (6.5), déposer environ 0,5 ml de la suspension obtenue sur une lame porte-objet propre et sans graisse (6.6), et disperser les fibres également à l'aide d'une aiguille de dissection (6.8) ou en frappant doucement la lame porte-objet. Faire sécher la lame et son dépôt sur une plaque chauffante ou sous une lampe à rayons infrarouges (6.3) et laisser refroidir.

Appliquer le colorant selon la méthode adéquate et couvrir le tout avec une lamelle de protection (6.7) en prenant soin d'éviter la formation de bulles d'air. Laisser reposer 1 min à 2 min et éliminer le surplus de colorant, de préférence en inclinant la lame avec un bord long en contact avec un papier buvard.

8.1.2 Préparation à partir du dépôt de la filtration

Filtrer la moitié de la suspension fibreuse (voir article 7) sur le tamis (6.4.1) ou le filtre en verre (6.4.2). Poser le reste dans une coupelle couverte (6.9) et s'assurer qu'il ne se dessèche pas pour la durée de l'analyse. Prélever une petite quantité du reste fibreux, la déposer sur la lame et en éliminer l'excédent d'eau avec un papier buvard. Appliquer le colorant selon la méthode adéquate et disperser les fibres également à l'aide d'une aiguille de dissection (6.8). Recouvrir d'une lamelle de protection (6.7) et éliminer l'excédent de solution à l'aide d'un papier buvard, en veillant bien à éviter toute floculation des fibres. Le meilleur résultat s'obtient par inclinaison de la préparation sur un bord en contact avec le papier buvard.

8.2 Coloration en tube à essais

Prélever un échantillon du dépôt de la filtration (voir 8.1.2) et effectuer la coloration dans un tube à essais selon la méthode adéquate. Puis préparer l'échantillon de fibres conformément à 8.1.1 ou 8.1.2 en utilisant de l'eau à la place du colorant.

Des instructions plus précises pour la coloration et la préparation sont indiquées dans les méthodes de coloration appropriées.

9 Mode opératoire

En raison du fait que les couleurs produites par certains colorants sont instables, il convient de procéder à l'analyse dès que possible après la préparation de la lame.

9.1 Analyse qualitative

Placer la lame avec préparation de fibres colorées sur la platine du microscope (6.1). Traverser la lame lentement et systématiquement, soit horizontalement, soit verticalement, de façon que le champ au complet soit examiné. Identifier les différents types de fibre et les procédés de fabrication utilisés à partir des caractéristiques morphologiques (voir annexe B) et des couleurs obtenues (voir les diverses méthodes de coloration).

Observer au moins deux lames. Dans les cas où les fibres sont difficiles à identifier, étudier une ou plusieurs lames supplémentaires.

Une expérience antérieure et une bonne connaissance des réactions aux colorants et de la structure détaillée des fibres les plus courantes sont indispensables pour l'identification¹⁾.

9.2 Analyse quantitative

Déplacer la platine afin que le centre visible dans l'oculaire se trouve à une distance de 3 mm à 5 mm d'un angle supérieur de la lamelle. Traverser alors la lame lentement et systématiquement, soit horizontalement, soit verticalement, ligne par ligne, de façon que le champ au complet soit examiné. Dénombrer toutes les fibres se trouvant sur la ligne comme suit (voir note 5):

En utilisant le compteur multiple (6.10), compter et noter chaque fibre ou fragment de fibre traversant le centre de l'oculaire. Si une fibre traverse le centre plusieurs fois, la compter à chaque fois. Si une fibre suit le centre sur une certaine longueur, ne la compter qu'une seule fois. Négliger les fragments minuscules et très fins, mais tenir compte des fragments plus importants de façon que, lorsque deux ou trois fragments de la même sorte sont observés sur la même ligne, on les compte pour une fibre. Ne pas compter les cellules du parenchyme et les autres petites cellules si celles-ci sont peu nombreuses, comme c'est le cas pour les pâtes de résineux (voir note 6). Compter séparément chaque fibre d'un amas de fibres.

1) Un catalogue faisant état des pâtes de référence disponibles peut être obtenu auprès de TAPPI Library, Institute of Paper Science and Technology, 575 4th Street, N.W., Atlanta, GA, 30318, USA.

S'il s'avère difficile de compter toutes les sortes de fibre en seul passage, les compter par dénombrements répétés selon la même ligne jusqu'à ce que toutes soient dénombrées. Il convient de veiller à ne pas déplacer la lame de sa ligne initiale pendant les dénombrements subséquents, et de retourner sur la ligne initiale s'il se produit un quelconque mouvement.

Une fois que chaque fibre de la ligne a été comptée, déplacer la lame d'environ 5 mm et procéder à nouveau au dénombrement des fibres sur la nouvelle ligne horizontale comme prescrit plus haut. Il convient que le nombre total de fibres ainsi comptées soit au moins égal à 600. Ceci peut se faire par l'observation d'un nombre suffisant de lames, en tout état de cause pas moins de deux.

NOTES

5 Si les différences de couleur entre les diverses sortes de fibres sont insuffisantes, il y a lieu d'effectuer partiellement le dénombrement et, dans certains cas, même entièrement en se fondant sur les caractéristiques morphologiques.

6 Si les cellules de parenchyme sont nombreuses, les prendre en considération en comptant une fibre chaque fois qu'on aura observé quatre cellules de la même sorte sur une même ligne.

10 Expression des résultats

10.1 Analyse qualitative

Réunir les résultats obtenus lors de l'analyse microscopique (article 9) et indiquer les types de fibre et les méthodes de fabrication conformément à l'article 11.

Grouper ensemble les fibres difficiles à identifier ainsi que les fibres étroitement apparentées présentes en petites quantités.

10.2 Analyse quantitative

Le pourcentage en poids de chaque composant fibreux, X_i , est donné par l'équation

$$X_i = \frac{100f_i n_i}{\sum_{i=1}^k f_i n_i}$$

où

- f_i est le facteur-poids;
- n_i est le nombre de fibres de chaque type;
- k est le nombre total de composants fibreux.

Enregistrer les pourcentages en poids des divers types de fibres, en arrondissant au nombre entier le plus proche.

Faire état des pourcentages inférieurs à 2 comme «traces».

10.3 Fidélité

La fidélité idéale d'une analyse quantitative est surtout fonction du nombre de fibres comptées, et peut être calculée pour la limite de confiance de 95 % à partir de l'expression

$$p \pm 1,96 \sqrt{\frac{p(1-p)}{N}}$$

où

p est la fraction d'un type de fibre;

N est le nombre total de fibres comptées.

Les limites de confiance idéales d'analyse lorsque $N = 600$ et $N = 1200$ se trouvent dans le tableau 1.

Tableau 1 — Limites de confiance

Proportion d'une fibre donnée dans la pâte %	Limite de confiance (\pm) à 95 %	
	$N = 600$	$N = 1200$
2	1,0	0,8
5	1,7	1,2
10	2,4	1,7
20	3,2	2,3
30	3,7	2,6
50	4,0	2,8
70	3,7	2,6
80	3,2	2,3
90	2,4	1,7
95	1,7	1,2
98	1,0	0,8

Puisque la fidélité réelle d'une analyse quantitative d'une composition fibreuse dépend du type de pâte, des différences de couleur obtenues, de l'exactitude des facteurs-poids utilisés et du jugement de l'opérateur, on ne peut stipuler aucune limite de confiance généralement valide; elles doivent plutôt être développées pour chaque méthode de coloration et chaque procédure de dénombrement utilisées.

Lorsqu'il existe des données statistiques, le nombre de dénombrements nécessaires à l'obtention d'un niveau désiré de fidélité doit être prescrit dans la norme pertinente. Lorsqu'il n'existe pas de données de fidélité, on doit dénombrer au moins 600 fibres afin d'obtenir une fidélité qui peut se rapprocher de celle donnée dans le tableau 1, dans des conditions idéales.