
**Papier, carton et pâtes — Détermination
des chlorures solubles dans l'eau**

Paper, board and pulps — Determination of water-soluble chlorides

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9197:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3656de5-9553-4aa2-99a5-75f7e8dc455e/iso-9197-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3656de5-9553-4aa2-99a5-75f7e8dc455e/iso-9197-1998>



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 9197 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*, groupe de travail GT 4, *Analyse chimique*.

Elle annule et remplace l'ISO 9197-1:1989 et l'ISO 9197-2:1990.

Il existe deux différences principales entre la version précédente de l'ISO 9197 et la présente Norme internationale.

L'extraction s'effectue maintenant à l'eau froide dans un désintégrateur pendant une courte période de temps, alors que la version précédente prescrivait de l'eau chaude pendant 60 min et sans désintégrateur. En conséquence, les résultats obtenus par cette méthode peuvent différer de ceux obtenus avec la version précédente.

La chromatographie ionique remplace les titrages potentiométriques au nitrate d'argent en solution utilisés dans l'ISO 9197-1:1989 et l'ISO 9197-2:1990. Cette technique est maintenant largement utilisée pour la détermination des anions, en raison de sa sensibilité et de sa sélectivité élevées. Elle peut être utilisée pour tous les types de papiers, cartons et pâtes, y compris les produits de grande pureté, et il n'est donc plus nécessaire de diviser l'ISO 9197 en deux parties.

Les annexes A et B de la présente Norme internationale sont données uniquement à titre d'information.

© ISO 1998

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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
Internet iso@iso.ch

Imprimé en Suisse

Papier, carton et pâtes — Détermination des chlorures solubles dans l'eau

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale prescrit une méthode de détermination des chlorures solubles dans l'eau et contenus dans tous les types de papiers, cartons et pâtes. La limite inférieure de la détermination est de 20 mg d'ion chlorure par kilogramme d'échantillon sec.

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 Norme internationale. 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 Norme internationale 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 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, la définition suivante s'applique.

3.1

chlorures solubles dans l'eau

< papier, carton et pâte > quantité d'ion chlorure extraite à l'eau froide et déterminée dans les conditions prescrites

4 Principe

Extraction, avec de l'eau à température ambiante dans un désintégrateur, des morceaux de l'échantillon soumis à l'essai. Filtration de la suspension qui en résulte et utilisation d'une partie aliquote pour déterminer par chromatographie ionique la fraction massique d'ion chlorure.

5 Réactifs

Durant l'analyse, utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et l'eau prescrite en 5.1.

5.1 Eau distillée ou eau déminéralisée, de conductivité inférieure à 0,2 mS/m.

5.2 Solution mère de chlorure, $c(\text{Cl}) = 1\,000\text{ mg/l}$.

Sécher une certaine quantité de chlorure de potassium (KCl) à 140 °C. En transvaser 210,2 mg dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre KCl et diluer avec de l'eau (5.1) jusqu'au trait repère.

Il est possible d'utiliser des solutions étalons disponibles dans le commerce.

5.3 Solution témoin de chlorure.

Diluer la solution mère de chlorure (5.2) pour obtenir une fraction massique d'ion chlorure, par exemple, $c(\text{Cl}) = 10\text{ mg/l}$. Ne pas utiliser de solutions témoin de chlorure préparées depuis plus d'une semaine.

5.4 Acide nitrique, $c(\text{HNO}_3) = 1,3\text{ mol/l}$.

Ajouter **avec précaution** 90 ml d'acide nitrique concentré, $c(\text{HNO}_3) = 14\text{ mol/l}$ (soit environ 65 % de HNO_3), à 500 ml d'eau (5.1), et diluer à 1 litre.

5.5 Solutions additionnelles, prescrites dans les instructions relatives au chromatographe ionique.

6 Appareillage

La verrerie et les autres appareillages utilisés pour cet essai doivent être parfaitement propres. Faire tremper toute la verrerie pendant 5 min à 10 min dans de l'acide nitrique (5.4), puis la rincer soigneusement à l'eau (5.1). Nettoyer à l'eau les pinces, ciseaux et le désintégrateur utilisés pour la préparation de l'échantillon.

6.1 Désintégrateur humide, mélangeur rapide capable de désintégrer complètement l'échantillon avec un minimum de dommage pour les fibres.

6.2 Chromatographe ionique, comportant une pompe, une boucle d'injection de volume connu, un système de colonne adapté à la détermination des chlorures et un détecteur de conductivité.

6.3 Seringue, de classe A, de capacité de 5 ml et comportant un préfiltre ayant une largeur de pores d'environ 0,2 μm .

6.4 Passoire à thé ou **dispositif similaire**, en acier inoxydable, destinés à retirer les fibres d'une suspension.

7 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

La procédure à suivre pour l'échantillonnage dépend des conditions particulières à chaque cas. Pour un échantillonnage à partir de lots de papier, carton ou pâte, il est recommandé de suivre les instructions de l'ISO 7213 [2] ou l'ISO 186 [1], selon le cas.

La quantité de chlorures présents dans l'échantillon pouvant être très faible, veiller à ne pas contaminer l'échantillon au cours de l'échantillonnage. Porter toujours des gants de protection lors de la manipulation de l'échantillon et des prises d'essai préparées à partir de cet échantillon.

Le laboratoire où se fait l'analyse doit être exempt de poussière et de fumées provenant de substances contenant du chlore, telles que l'acide chlorhydrique ou les solvants chlorés. Il convient de faire particulièrement attention dans les laboratoires d'usine, si l'usine utilise du chlore ou du dioxyde de chlore comme agent blanchissant.

Conserver les échantillons protégés et enveloppés dans une feuille d'aluminium ou dans des sacs en plastique, jusqu'à l'analyse.

Analyser les échantillons dès que possible après échantillonnage.

Déterminer la teneur en matières sèches sur un échantillon distinct, en appliquant le mode opératoire prescrit dans l'ISO 287 (pour le papier et le carton) ou l'ISO 638 (pour les pâtes).

8 Mode opératoire

Effectuer l'essai en double. Procéder aussi à un essai à blanc parallèlement à toute la détermination.

Peser, à 0,01 g près, une prise d'essai de masse généralement comprise entre 2 g et 5 g. Cliver en morceaux plus minces, pour faciliter le trempage, les cartons épais et pâtes en feuille.

Choisir les dimensions de la prise d'essai de manière que la fraction massique d'ion chlorure de l'extrait se situe dans la plage optimale du chromatographe ionique.

Transvaser la prise d'essai pesée dans le désintégrateur (6.1) et ajouter exactement 250 ml ± 2 ml d'eau (5.1) à 23 °C ± 2 °C. Désintégrer l'échantillon jusqu'à désintégration complète, mais pas au-delà.

Juste après l'arrêt du désintégrateur, retirer une partie de la suspension à l'aide d'une seringue (6.3). Si la présence de fibres ou de faisceaux de fibres entrave cette opération, utiliser la passoire à thé ou le dispositif similaire (6.4) pour retirer la matière fibreuse. Il est indispensable que la prise d'essai soit exempte de matière en suspension.

Le fonctionnement du chromatographe ionique (6.2) dépendant de sa conception, il n'est pas possible de donner ici des instructions détaillées. Utiliser l'appareillage selon les instructions du fabricant. Voir également l'annexe A.

Pour l'étalonnage, préparer, à partir de la solution témoin de chlorure (5.3), une série de cinq solutions d'étalonnage couvrant une plage de dix unités de concentration, par exemple 1 mg/l à 10 mg/l.

Faire passer les solutions d'étalonnage et la solution échantillon dans le chromatographe, selon les instructions du fabricant de l'appareillage.

Porter sur un diagramme les relevés correspondant aux solutions d'étalonnage en fonction de leurs concentrations d'ion chlorure. Il convient que les cinq points concernant les solutions d'étalonnage soient alignés. Si ce n'est pas le cas, répéter l'étalonnage avec un autre ensemble de solutions d'étalonnage couvrant une plage de concentration supérieure ou inférieure, selon le cas.

Vérifier l'étalonnage plusieurs fois par jour et à chaque utilisation d'un nouvel ensemble de solutions d'étalonnage.

9 Expression des résultats

Lire sur le diagramme d'étalonnage la concentration d'ion chlorure de la solution échantillon. Calculer la fraction massique d'ion chlorure de l'échantillon à l'aide de l'expression

$$w_{\text{Cl}} = \frac{100V(\rho_{\text{Cl}} - \rho_{\text{Cl},0})}{mX}$$

où

w_{Cl} est la fraction massique d'ion chlorure, en milligrammes par kilogramme, de l'échantillon;

ρ_{Cl} est la concentration d'ion chlorure, en milligrammes par litre, de la solution échantillon filtrée;

$\rho_{\text{Cl},0}$ est la concentration d'ion chlorure, en milligrammes par litre, de la solution de l'essai à blanc;

V est le volume d'eau (5.1) utilisé: le volume prescrit est de 250 ml;

m est la masse, en grammes, d'échantillon prélevé;

X est la fraction massique des matières sèches, exprimée en pourcentage, de l'échantillon.

Calculer la moyenne des échantillons en double et consigner dans le rapport les résultats, à 10 mg/kg près, inférieurs à 20 mg/kg d'une part, et égaux ou supérieurs à 20 mg/kg d'autre part.

10 Fidélité

Les résultats suivants ont été obtenus lors d'un essai interlaboratoire effectué au sein du Comité scandinave d'essai des pâtes, papiers et cartons.

Neuf laboratoires ont analysé quatre échantillons, conformément à la présente Norme internationale (chaque échantillon ayant été analysé en double). La fraction massique moyenne d'ion chlorure et l'écart-type (entre laboratoires) ont été calculés. Les résultats sont consignés dans le tableau 1.

Tableau 1

Échantillon	Fraction massique moyenne d'ion chlorure mg/kg	Écart-type mg/kg
Papier glacé obtenu à partir de pâte kraft blanchie	14,6	3,6
Pâte kraft blanchie à partir de bouleau	27,1	6,6
Papier pour photocopie 1	297	25
Papier pour photocopie 2	1240	76

(standards.iteh.ai)

11 Rapport d'essai

ISO 9197:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3656de5-9553-4aa2-99a5-75f7e8dc455e/iso-9197-1998>

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- la référence de la présente Norme internationale;
- la date et le lieu de l'essai;
- l'identification de l'échantillon soumis à l'essai;
- les résultats, exprimés comme indiqué à l'article 9;
- tout écart par rapport au mode opératoire décrit dans la présente Norme internationale ou toute autre circonstance pouvant avoir eu une influence sur le résultat.

Annexe A **(informative)**

Manuels de laboratoire

Le mode opératoire prescrit dans la présente Norme internationale fait appel à des appareils extrêmement complexes. Plusieurs fabricants ont introduit ces appareils sur le marché mondial, appareils qui se basent tous sur le même principe mais diffèrent dans le détail.

C'est un principe de la normalisation de ne pas prescrire l'utilisation d'un matériel produit par un fabricant particulier. Ce n'est pas seulement parce qu'il convient qu'un organisme de normalisation soit neutre en matière de concurrence entre les sociétés, mais aussi pour éviter que des spécifications empêchent inutilement une amélioration du matériel.

Dans la pratique, cela signifie que le déroulement de l'analyse ne peut pas être décrit dans la présente Norme internationale en étant détaillé au point de pouvoir être utilisé comme manuel pratique de laboratoire. Un certain nombre d'informations doivent être recherchées dans le manuel du fabricant ou établies sur place lors d'essais préliminaires. Le réglage des débits de liquide, températures, puissance, temps d'attente en sont des exemples.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9197:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3656de5-9553-4aa2-99a5-75f7e8dc455e/iso-9197-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3656de5-9553-4aa2-99a5-75f7e8dc455e/iso-9197-1998>

Annexe B (informative)

Bibliographie

- [1] ISO 186:1994, *Papier et carton — Échantillonnage pour déterminer la qualité moyenne.*
- [2] ISO 7213:1981, *Pâtes — Échantillonnage pour essais.*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 9197:1998](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3656de5-9553-4aa2-99a5-75f7e8dc455e/iso-9197-1998)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3656de5-9553-4aa2-99a5-75f7e8dc455e/iso-9197-1998>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9197:1998

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/b3656de5-9553-4aa2-99a5-75f7e8dc455e/iso-9197-1998>