

---

---

**Papier, carton et pâte — Détermination de  
la teneur en calcium soluble dans l'acide**

*Paper, board and pulp — Determination of acid-soluble calcium*

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

ISO 777:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/832210bc-3706-4573-9256-2e1171b510e5/iso-777-2005>



**PDF – Exonération de responsabilité**

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

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

[ISO 777:2005](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/832210bc-3706-4573-9256-2e1171b510e5/iso-777-2005>

© ISO 2005

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'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax. + 41 22 749 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Publié en Suisse

## 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 Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. 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.

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence.

L'ISO 777 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 777:2001), dont elle constitue une révision mineure. Outre des modifications d'ordre rédactionnel, seul le titre a été modifié, afin d'assurer une cohérence avec l'ISO 1830:2005 et une distinction avec l'ISO 17812 (à publier) qui spécifie la méthode pour déterminer la fraction massique totale en calcium, en manganèse, en fer et en cuivre.

La première édition de la présente Norme internationale décrivait la méthode titrimétrique et la méthode basée sur la spectrométrie d'absorption atomique. Dans la deuxième édition, la méthode titrimétrique avait été éliminée, car elle est rarement utilisée de nos jours, et le domaine d'application avait été élargi pour inclure le papier et le carton, en plus de la pâte.

## Introduction

La présente Norme internationale correspond à l'ISO 778 <sup>[1]</sup> et à l'ISO 779 <sup>[2]</sup>; il est donc possible d'obtenir des mesures finales des trois éléments pour la même solution.

# iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 777:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/832210bc-3706-4573-9256-2e1171b510e5/iso-777-2005>

# Papier, carton et pâte — Détermination de la teneur en calcium soluble dans l'acide

**AVERTISSEMENT** — La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale prévoit l'utilisation 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.

## 1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de la teneur en calcium soluble dans l'acide par spectrométrie d'absorption atomique ou par spectrométrie d'émission de plasma.

Elle est applicable à tous les types de papier, de carton et de pâte.

Elle spécifie une méthode de détermination de la partie soluble dans l'acide des résidus d'incinération, à savoir la partie des cendres qui est soluble dans l'acide chlorhydrique. Si le résidu est complètement soluble, le résultat obtenu, en utilisant la procédure spécifiée dans la présente Norme internationale, correspond à la quantité totale de calcium dans l'échantillon.

## 2 Références normatives

ISO 777:2005

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application du présent document. Pour les références datées, seule l'édition citée s'applique. Pour les références non datées, la dernière édition du document de référence s'applique (y compris les éventuels amendements).

ISO 186, *Papier et carton — Échantillonnage pour déterminer la qualité moyenne*

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

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

ISO 1762, *Papier, carton et pâtes — Détermination du résidu (cendres) après incinération à 525 °C*

ISO 7213, *Pâtes — Échantillonnage pour essais*

## 3 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

### 3.1

#### **fraction massique de calcium**

quantité de calcium présente dans la solution après incinération de l'éprouvette à 525 °C et traitement du résidu avec de l'acide chlorhydrique à 6 mol/l, conformément à la présente Norme internationale

## 4 Principe

Incinérer une prise d'essai à 525 °C et traiter le résidu avec de l'acide chlorhydrique à 6 mol/l. Aspirer la solution d'essai dans une flamme d'acétylène/monoxyde de diazote ou une flamme aéro-acétylénique, et déterminer la fraction massique de calcium par l'un des deux procédés suivants:

- mesure de l'absorption de la ligne de 422,7 nm émise par une lampe à cathode creuse au calcium, ou
- mesure de l'absorption de la ligne de 422,7 nm émise par un spectromètre à émission de plasma.

## 5 Réactifs et matériaux

Utiliser uniquement des produits chimiques de qualité analytique reconnue et de l'eau distillée ou déionisée.

### 5.1 Acide chlorhydrique, 6 mol/l environ.

Diluer 500 ml d'acide chlorhydrique (densité de 1,19 g/ml) dans 500 ml d'eau.

### 5.2 Solution mère de calcium, 500 mg/l de Ca.

Peser  $1,249 \text{ g} \pm 0,001 \text{ g}$  de carbonate de calcium, préalablement séché à masse constante à une température n'excédant pas 200 °C, dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 50 ml d'eau. Ajouter goutte à goutte la quantité juste nécessaire d'acide chlorhydrique (5.1) (environ 10 ml), pour dissoudre complètement le carbonate de calcium. Diluer avec de l'eau jusqu'au trait et mélanger.

1 ml de cette solution mère contient 0,500 mg de Ca.

### 5.3 Solution étalon de calcium, 50 mg/l de Ca.

Transférer 100 ml de la solution mère (5.2) dans une fiole jaugée de 1 000 ml, diluer avec de l'eau jusqu'au trait et mélanger.

1 ml de cette solution étalon contient 0,05 mg de Ca.

Les solutions étalons commerciales conviennent à l'essai.

### 5.4 Solution de lanthane, 50 g/l de La.

Mouiller 59 g d'oxyde de lanthane ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ) avec de l'eau. Lentement et avec précaution, ajouter 250 ml d'acide chlorhydrique (densité de 1,19 g/ml) pour dissoudre l'oxyde de lanthane. Diluer jusqu'au trait dans une fiole jaugée de 1 000 ml et mélanger.

Cette solution sert à éliminer l'interférence du phosphate dans la détermination de la teneur en calcium avec une flamme aéro-acétylénique. Elle n'est pas nécessaire quand on utilise une flamme d'acétylène/monoxyde de diazote.

### 5.5 Solution de césium, 50 g/l de Cs.

Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 63,5 g de chlorure de césium ultra pur ( $\text{CsCl}$ ) dans l'eau et remplir avec de l'eau jusqu'au trait.

Cette solution sert à empêcher l'ionisation du calcium dans la flamme d'acétylène/monoxyde de diazote. Elle n'est pas nécessaire quand on utilise une flamme aéro-acétylénique.

NOTE Le chlorure de césium peut être remplacé par une quantité égale de chlorure de potassium, à moins que le potassium ne doive être déterminé dans la même solution.

**5.6 Gaz acétylène** et/ou **gaz de monoxyde de diazote**, de qualité appropriée pour la spectrométrie d'absorption atomique.

**AVERTISSEMENT — Le gaz acétylène forme des mélanges explosifs avec l'air.**

**5.7 Gaz adéquat** pour le spectromètre à plasma (6.4). L'argon est généralement recommandé comme gaz porteur.

## 6 Appareillage

Matériel courant de laboratoire. Nettoyer tout le matériel avec une solution d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l.

**6.1 Papier-filtre**, sans cendre, pouvant retenir des particules de 20 µm à 25 µm.

**6.2 Capsules**, en platine ou en quartz.

**6.3 Spectromètre d'absorption atomique**, muni d'un brûleur pour l'acétylène/monoxyde de diazote ou l'air/acétylène et d'une lampe à cathode creuse au calcium.

NOTE Les lampes à éléments multiples conviennent à l'essai.

**6.4 Spectromètre d'émission atomique à plasma induit.**

## 7 Prélèvement et préparation de l'échantillon

Si l'analyse vise à évaluer un lot de papier, de carton ou de pâte, prélever l'échantillon conformément à l'ISO 186 ou à l'ISO 7213, selon le cas. Si l'analyse porte sur un autre type d'échantillon, en noter la provenance et, si possible, consigner la méthode d'échantillonnage. Choisir des éprouvettes représentatives de l'échantillon reçu. En prélever une quantité suffisante pour permettre au moins des déterminations en double. Éviter les bords coupés, les trous perforés ou les portions contaminées par du métal.

Préparer une éprouvette en déchirant au moins 30 g de petits fragments, prélevés à divers endroits dans l'échantillon. Cette quantité suffit pour les déterminations en double décrites dans l'Article 8.

## 8 Mode opératoire

### 8.1 Incinération et dissolution du résidu

Effectuer l'essai en double.

Laisser l'éprouvette sécher à l'air dans l'atmosphère du laboratoire, jusqu'à ce que sa teneur en eau soit stable.

Déterminer la teneur en eau d'un fragment distinct séché à l'air, conformément à l'ISO 287 ou à l'ISO 638, selon le cas. Peser cette portion en même temps que la prise d'essai utilisée pour l'incinération.

Incinérer la prise d'essai conformément à l'ISO 1762. Une quantité de 2 g à 5 g suffit généralement.

Procéder à la dissolution de la cendre sous une hotte. Pour éviter les éclaboussures, mouiller avec précaution la cendre avec de l'eau et ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (5.1) dans la capsule. Évaporer jusqu'à siccité sur un bain-marie ou un dispositif similaire. Répéter le mode opératoire.

Pour les échantillons ayant une forte teneur en calcium, il peut être nécessaire d'utiliser une quantité d'acide supérieure à 10 ml (2 × 5 ml).

Ajouter 2,5 ml d'acide chlorhydrique (5.1) pour dissoudre le résidu. Au besoin, chauffer la capsule durant quelques minutes, après l'avoir recouverte d'un verre de montre.

À l'aide du papier-filtre (6.1), filtrer le contenu de la capsule dans une fiole jaugée de 25 ml. Pour que le transfert soit complet, ajouter une autre portion de 2,5 ml d'acide dans la capsule et chauffer de nouveau. À l'aide d'eau, transvaser cette dernière portion d'acide dans la portion principale se trouvant dans la fiole jaugée. Remplir jusqu'au trait et mélanger. C'est la solution d'essai.

## 8.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, en employant les mêmes quantités de chacun des produits chimiques que celles ajoutées au résidu, mais en omettant le résidu.

## 9 Préparation des solutions d'étalonnage

Il est important que la concentration d'acide soit la même dans les solutions d'étalonnage que dans la solution d'essai, puisque la concentration d'acide influence le signal.

À partir de la solution étalon de calcium (5.3), préparer au moins trois solutions d'étalonnage, ainsi qu'une solution zéro, pour pouvoir tracer la courbe d'étalonnage. (La solution zéro est semblable aux solutions d'étalonnage, sauf qu'elle ne contient pas de calcium ajouté. Ne pas la confondre avec la solution d'essai à blanc.)

NOTE Deux solutions d'étalonnage suffisent pour l'essai effectué selon la méthode de la spectrométrie d'émission de plasma.

ITeH STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

## 10 Détermination

ISO 777:2005

Si l'on utilise une flamme d'acétylène/monoxyde de diazote, ajouter de la solution de césium (5.5) pour que la concentration en césium de la solution soit de 1 g/l, afin de prévenir l'ionisation. Si l'on utilise une flamme aéro-acétylénique, ajouter de la solution de lanthane (5.4) pour que la concentration en lanthane de la solution soit de 5 g/l.

Mesurer au spectromètre les solutions d'étalonnage, de même que la solution zéro, la solution d'essai et la solution d'essai à blanc. Suivre les directives du fabricant.

Si l'une des valeurs obtenues excède la fourchette correspondant aux solutions d'étalonnage, répéter les mesures avec une solution d'essai plus diluée. Ajouter au besoin de l'acide, de la solution de césium ou de la solution de lanthane.

La plupart des appareils sont dotés d'un système permettant l'évaluation automatique des résultats. Dans le cas contraire, tracer la courbe d'étalonnage en portant l'absorbance, corrigée pour la solution d'essai à blanc, sur l'axe des abscisses, et la concentration de calcium, en milligrammes par litre, sur l'axe des ordonnées. Lire ensuite la concentration de calcium dans la solution d'essai sur le graphique d'étalonnage.

## 11 Expression des résultats

Calculer la fraction massique de calcium à l'aide de la formule suivante:

$$\omega_{Ca} = \frac{f \cdot \rho_{Ca} \cdot V}{m}$$



où

$w_{Ca}$  est la fraction massique de calcium de l'échantillon, en milligrammes par kilogramme;

$\rho_{Ca}$  est la concentration de calcium de la solution d'essai, obtenue à partir du graphique d'étalonnage et corrigée pour la solution d'essai à blanc, en milligrammes par litre;

$V$  est le volume, en millilitres, de la solution d'essai originale (volume spécifié = 25 ml);

$m$  est la quantité d'échantillon prélevée, en masse sèche à l'étuve, en grammes;

$f$  est le facteur de dilution;  $f = 1$ , sauf si la solution d'essai originale a été diluée.

Calculer la moyenne avec deux chiffres significatifs.

## 12 Précision

### 12.1 Généralités

Une étude<sup>1)</sup> a donné les résultats suivants.

### 12.2 Répétabilité

Un échantillon de carton non couché a été analysé dans un laboratoire à neuf reprises. La moyenne obtenue était de 730 mg/kg et le coefficient de variation, CV, de 10 %.

NOTE Puisque l'étude ne contient qu'un échantillon dans un laboratoire, le résultat n'est qu'une estimation approximative de la répétabilité.

[ISO 777:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/832210bc-3706-4573-9256-2e1171b510e5/iso-777-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/832210bc-3706-4573-9256-2e1171b510e5/iso-777-2005>

### 12.3 Reproductibilité

Quatre échantillons ont été analysés dans huit laboratoires. Les résultats donnés dans le Tableau 1 ont été obtenus.

Tableau 1

Type d'échantillon	Moyenne mg/kg	Coefficient de variation %
Pâte blanchie	160	6
Carton couché	10 500	5
Carton non couché	640	9
Papier pour duplicateur	86 400	11

1) Étude menée par SCAN-test en 1996.