NORME INTERNATIONALE

ISO 779

Troisième édition
2005-05-01

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

Paper, board and pulp — Determination of acid-soluble iron

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-e704-410a-8093-c7e3a1f32592/iso-779-2005

Numéro de référence
ISO 779:2005(F)

© ISO 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 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-e704-410a-8093-c7e3a1f32592/iso-779-2005

© 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
Web 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

L'ISO 779 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 779:2001), 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.

ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-a70d-416a-8003-c7e3a1f32592/iso-779-2005

La première édition de la présente Norme internationale décrivait la méthode photométrique et la méthode basée sur la spectrométrie d'absorption atomique. Dans la deuxième édition, la méthode photométrique 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.

© ISO 2005 – Tous droits réservés

Introduction

La présente Norme internationale correspond à l'ISO 777 [1] et à l'ISO 778 [2]; il est donc possible d'obtenir des mesures finales des trois éléments pour la même solution.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-e704-410a-8093-c7e3a1f32592/iso-779-2005

 © ISO 2005 – Tous droits réservés

Papier, carton et pâte — Détermination de la teneur en fer 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 fer 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 fer dans l'échantillon.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-e704-410a-8093-c7e5a1b2592/iso-779-2005

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 fer
quantité de fer 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

© ISO 2005 – Tous droits réservés

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 fer par l'un des deux procédés suivants:

— mesure de l'absorption de la ligne de 248,3 nm émise par une lampe à cathode creuse au fer, ou

— mesure de l'absorption de la ligne de 248,3 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 fer, 100 mg/l de Fe.

Diluer 100 mg de fil de fer pur dans la plus petite quantité possible d'acide chlorhydrique (densité de 1,19 g/ml) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Diluer avec de l'eau jusqu'au trait et mélanger.

1 ml de cette solution mère contient 0,10 mg de Fe.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

5.3 Solution étalon de fer, 100 mg/l de Fe.

Transférer 100 ml de la solution mère (5.2) dans une fiole jaugée de 1 000 ml et ajouter 200 ml d'acide chlorhydrique (5.1). Diluer avec de l'eau jusqu'au trait et mélanger.

ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-e704-410a-8093-
e7e2a1f32592/iso-779-2005

1 ml de cette solution étalon contient 0,01 mg de Fe. La solution n'est pas stable.

Les solutions étalons commerciales conviennent à l'essai.

5.4 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.

5.5 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 et d'une lampe à cathode creuse au fer.

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

6.4 Spectromètre d'émission atomique à plasma induit.

 © ISO 2005 – Tous droits réservés

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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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.

ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-e704-410a-8093-c7e3a1f32592/iso-779-2005

Pour les échantillons ayant une forte teneur en fer, il peut être nécessaire d'utiliser une quantité d'acide supérieure à 10 ml (2 × 5 ml). Par exemple 20 ml (2 × 10 ml) peuvent être requis.

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 fer (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 fer 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.

© ISO 2005 – Tous droits réservés

10 Détermination

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.

Les solutions peuvent contenir du lanthane ou du césium si les mêmes solutions sont utilisées pour la détermination du calcium. Ces sels ne gênent pas la détermination du fer, mais les mêmes quantités de sels doivent être ajoutées aux solutions d'étalonnage.

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 fer, en milligrammes par litre, sur l'axe des ordonnées. Lire ensuite la concentration de fer dans la solution d'essai sur le graphique d'étalonnage.

11 Expression des résultats

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

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

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

où

ω_{Fe} est la fraction massique de fer de l'échantillon, en milligrammes par kilogramme;

ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/0d0e0e82-a7ff-4d4a-9f9b-6c4a1e2b1d0a/iso-779-2005

ρ_{Fe} est la concentration de fer 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 [1)] 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 13 mg/kg et le coefficient de variation, CV, de 8 %.

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

---

1) Étude menée par SCAN-test en 1996.

© ISO 2005 – Tous droits réservés

12.3 Reproductibilité

Quatre échantillons ont été analysés dans huit laboratoires. Les résultats du Tableau 1 suivants ont été obtenus.

Tableau 1

Type d'échantillon	Moyenne mg/kg	Coefficient de variation %
Pâte blanchie	3,6	45
Carton couché	430	19
Carton non couché	13	28
Papier pour duplicateur	180	4
NOTE Les hautes valeurs de coefficient de variation sont peut-être dues à une distribution inégale de fer dans l'échantillon.		

13 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer notamment les informations suivantes:

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-a704-410a-8093-c7e3a1f32592/iso-779-2005

a) la référence à la présente Norme internationale;

b) la date et le lieu de l'essai;

c) toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;

d) le résultat, exprimé tel qu'indiqué dans l'Article 11;

e) tout écart par rapport à la présente Norme internationale ou toute circonstance jugée facultative pouvant avoir eu une influence sur le résultat.

© ISO 2005 – Tous droits réservés