
**Papiers, cartons et pâtes —
Détermination de la teneur en
magnésium, calcium, manganèse, fer,
cuivre, sodium et potassium soluble dans
l'acide**

*Paper, board and pulps — Determination of acid-soluble magnesium,
calcium, manganese, iron, copper, sodium and potassium*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12830:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f9a92e18-ef04-4499-90a7-abf5258f10cd/iso-12830-2011>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12830:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f9a92e18-ef04-4499-90a7-abf5258f10cd/iso-12830-2011>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2011

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

Sommaire	Page
Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Principe	1
4 Réactifs et matériaux	1
5 Appareillage et équipement	3
6 Échantillonnage et préparation de l'échantillon	3
7 Mode opératoire	3
7.1 Généralités	3
7.2 Incinération de la prise d'essai	4
7.3 Dissolution du résidu	4
8 Préparation des solutions d'étalonnage	4
8.1 Spectrométrie d'absorption atomique (AAS)	4
8.2 Spectrométrie d'émission plasma (ICP/ES)	5
9 Solution à blanc	5
10 Détermination	5
11 Calculs	6
12 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Fidélité	7
Bibliographie	12

iTech STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 12830:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/12830-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19a92e18-ef04-4499-90a7-abf5258f10cd/iso-12830-2011>

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 12830 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*.

Cette première édition de l'ISO 12830 annule et remplace l'ISO 777:2005, l'ISO 778:2005, l'ISO 779:2005, l'ISO 1830:2005 et l'ISO 9668:1990.

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12830:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f9a92e18-ef04-4499-90a7-abf5258f10cd/iso-12830-2011>

Introduction

La présente Norme internationale regroupe les déterminations de la partie soluble dans l'acide du magnésium (Mg), calcium (Ca), manganèse (Mn), fer (Fe), cuivre (Cu), sodium (Na) et potassium (K) dans une seule norme. Le domaine d'application de la présente Norme internationale ne couvre que la partie soluble dans l'acide de ces éléments.

L'ISO 17812 spécifie la méthode de détermination de la teneur en magnésium total, calcium total, manganèse total, fer total et cuivre total par spectrométrie d'absorption atomique ou par spectrométrie d'émission plasma.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 12830:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f9a92e18-ef04-4499-90a7-abf5258f10cd/iso-12830-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f9a92e18-ef04-4499-90a7-abf5258f10cd/iso-12830-2011>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12830:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f9a92e18-ef04-4499-90a7-abf5258f10cd/iso-12830-2011>

Papiers, cartons et pâtes — Détermination de la teneur en magnésium, calcium, manganèse, fer, cuivre, sodium et potassium soluble dans l'acide

AVERTISSEMENT — La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale implique l'utilisation de produits chimiques et de gaz dangereux pouvant former des mélanges explosifs avec l'air. Il convient de s'assurer que les précautions appropriées sont prises.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la méthode de détermination de la teneur en magnésium, calcium, manganèse, fer, cuivre, sodium et potassium soluble dans l'acide, par spectrométrie d'absorption atomique ou par spectrométrie d'émission plasma. L'élément soluble dans l'acide comprend la partie du résidu de calcination soluble dans l'acide, c'est-à-dire la partie du résidu de calcination obtenu après incinération qui est soluble dans l'acide chlorhydrique. Au cas où le résidu est totalement soluble, le résultat obtenu par la méthode spécifiée dans la présente Norme internationale est une mesure de la quantité totale de chaque élément présent dans l'échantillon.

La présente Norme internationale s'applique à tous les types de papiers, cartons et pâtes.

La limite de détermination dépend de l'élément et de l'instrument utilisé.

2 Références normatives

ISO 12830:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19a92e18-ef04-4499-90a7->

[ab5258f0cd/iso-12830-2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/19a92e18-ef04-4499-90a7-ab5258f0cd/iso-12830-2011)

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 638, *Papiers, cartons et pâtes — Détermination de la teneur en matières sèches — Méthode par séchage à l'étuve*

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

ISO 3696, *Eau pour laboratoire à usage analytique — Spécification et méthodes d'essai*

ISO 7213, *Pâtes — Échantillonnage pour essais*

3 Principe

Une prise d'essai est incinérée à 525 °C et le résidu est dissous dans de l'acide chlorhydrique à 6 mol/l. La concentration de chaque élément dans la solution d'essai est ensuite déterminée par spectrométrie d'absorption atomique ou par spectrométrie d'émission plasma, comme spécifié dans la présente Norme internationale.

4 Réactifs et matériaux

4.1 Généralités.

Tous les produits chimiques doivent être de qualité analytique ou mieux, sauf indication contraire. L'eau doit être distillée ou déminéralisée, de qualité 2 conformément à l'ISO 3696.

4.2 Acide chlorhydrique (HCl), 6 mol/l. Diluer 500 ml d'acide chlorhydrique concentré (masse volumique 1,19 g/ml) en complétant à 1 000 ml avec de l'eau.

4.3 Acide nitrique (HNO₃), concentré (masse volumique 1,4 g/ml).

4.4 Chlorure de lanthane (LaCl₃), solution, $\rho(\text{La}) = 50$ g/l. Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 59 g d'oxyde de lanthane (La₂O₃) en petites portions, dans 200 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et diluer en complétant à 1 000 ml avec de l'eau.

NOTE Cette solution au lanthane est utilisée pour éliminer les interférences chimiques lors de la détermination du calcium et du magnésium dans une flamme air/acétylène. La solution n'est pas nécessaire lorsqu'on utilise une flamme oxyde d'azote/acétylène ou la technique du plasma à couplage inductif (technique ICP).

4.5 Chlorure de césium (CsCl), solution $\rho(\text{Cs}) = 50$ g/l. Dans une fiole jaugée de 1 000 ml, dissoudre 63,5 g de chlorure de césium(CsCl) ultra pur dans de l'eau et diluer en complétant à 1 000 ml avec de l'eau.

NOTE Cette solution au césium est utilisée pour éliminer l'ionisation du sodium et du potassium. Elle est aussi utilisée pour éliminer l'ionisation du calcium dans une flamme oxyde d'azote/acétylène. Cette solution n'est pas nécessaire lorsqu'on utilise une flamme air/acétylène ou une technique ICP.

4.6 Solutions étalons mères de chaque élément, des solutions étalons certifiées d'absorption atomique ou d'émission atomique disponibles dans le commerce peuvent être utilisées. Les solutions étalons mères peuvent aussi être préparées comme suit:

4.6.1 Magnésium, solution étalon à 1 000 mg/l. Dissoudre 1,000 g de ruban métallique de magnésium dans 100 ml d'acide nitrique 1:4 (4.3) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

4.6.2 Calcium, solution étalon à 1 000 mg/l. Dissoudre 2,497 g d'étalon primaire de carbonate de calcium, (CaCO₃), dans un volume minimal d'acide nitrique 1:4 (4.3) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

4.6.3 Manganèse, solution étalon à 1 000 mg/l. Dissoudre 1,000 g de bande ou de fil métallique de manganèse dans un volume minimal d'acide nitrique 1:1 (4.3) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

4.6.4 Fer, solution étalon à 1 000 mg/l. Dissoudre 1,000 g de bande ou de fil métallique de fer dans 20 ml d'acide chlorhydrique (4.2) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

4.6.5 Cuivre, solution étalon à 1 000 mg/l. Dissoudre 1,000 g de bande ou de fil métallique de cuivre dans un volume minimal d'acide nitrique 1:1 (4.3) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

4.6.6 Sodium, solution étalon à 1 000 mg/l. Faire brûler une quantité de sulfate de sodium anhydre (Na₂SO₄), à 550 °C dans un creuset en platine ou en porcelaine. Laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur. Dissoudre 3,089 g de sulfate de sodium sec dans de l'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Stocker dans une bouteille en polyéthylène.

4.6.7 Potassium, solution étalon à 1 000 mg/l. Faire brûler une quantité de sulfate de potassium anhydre (K₂SO₄), à 550 °C dans un creuset en platine ou en porcelaine. Laisser refroidir à température ambiante dans un dessiccateur. Dissoudre 2,228 g de sulfate de potassium sec dans de l'eau et compléter à 1 000 ml avec de l'eau. Stocker dans une bouteille en polyéthylène.

4.7 Gaz acétylène et/ou **gaz d'oxyde d'azote**, de qualité appropriée à la spectrométrie d'absorption atomique. L'oxyde d'azote n'est utilisé que pour le mesurage du calcium.

AVERTISSEMENT — Le gaz acétylène forme un mélange explosif avec l'air.

4.8 Gaz vecteur, gaz approprié au spectromètre d'émission plasma. L'argon est généralement recommandé comme gaz vecteur.

5 Appareillage et équipement

5.1 Généralités.

Un équipement ordinaire de laboratoire est utilisé. Tous les éléments en verre ou en plastique doivent être rincés avec de l'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l avant d'être utilisés.

5.2 Papier filtre, exempt de cendres, retenant des particules de 20 µm à 25 µm.

5.3 Creusets, en platine ou en verre de silice, d'une capacité minimale de 50 ml.

5.4 Four à moufle, pouvant maintenir une température de 525 °C ± 25 °C.

5.5 Balance, d'une capacité de 100 g, précise à 0,1 mg.

5.6 Spectromètre d'absorption atomique (AAS), équipé de brûleurs air/acétylène et oxyde d'azote/acétylène, avec des lampes à cathode creuse pour le Mg, Ca, Mn, Fe, Cu, Na et K.

NOTE Des lampes multi-éléments peuvent aussi être utilisées.

5.7 Spectromètre d'émission optique à plasma induit par haute fréquence (ICP/OES).

5.8 Gants de protection jetables

6 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

Si l'analyse a pour but d'évaluer un lot de papiers, cartons ou pâtes, l'échantillon doit être choisi conformément à l'ISO 186 ou à l'ISO 7213, selon le cas. Si l'analyse est faite sur un autre type d'échantillon, noter la source de l'échantillon et, si possible, la méthode d'échantillonnage. Choisir les éprouvettes pour qu'elles soient représentatives de l'échantillon. Une quantité suffisante d'échantillon doit être prélevée pour permettre au moins deux déterminations. Éviter les bords coupés, les perforations et les autres parties où une contamination métallique aurait pu se produire. Des gants de protection jetables (5.8) doivent être portés lors de la manipulation des échantillons, afin d'éviter toute contamination.

Préparer une éprouvette en déchirant au moins 30 g de petites quantités prises à différents endroits de l'échantillon. Cette quantité est suffisante pour les déterminations en double décrites à l'Article 7.

Comme le fer a tendance à être non homogène dans l'échantillon, il est recommandé d'utiliser un échantillon composite.

7 Mode opératoire

7.1 Généralités

Bien que le procédé d'incinération à l'état sec suivi d'un traitement acide soit décrit dans la présente Norme internationale, d'autres méthodes de dissolution comme l'incinération à l'état humide ou la digestion par micro-ondes utilisant différentes combinaisons d'acides peuvent aussi être utilisées, à condition que les résultats aient été validés.

AVERTISSEMENT — Pour les échantillons à forte teneur en silicium, la digestion par micro-ondes avec de l'acide nitrique donnera des résultats moins élevés pour le magnésium et pour certains autres éléments.

7.2 Incinération de la prise d'essai

Effectuer le mode opératoire en double.

Sécher l'éprouvette à l'air dans l'atmosphère du laboratoire jusqu'à ce qu'elle atteigne l'équilibre en humidité.

Déterminer la teneur en humidité sur une quantité séparée séchée à l'air, tel que spécifié dans l'ISO 638. Peser cette quantité en même temps que la prise d'essai utilisée pour l'incinération. Pour la détermination des éléments majeurs, comprenant le magnésium, le calcium, le sodium et le potassium, une prise d'essai de 1 g à 2 g (calculée comme anhydre) est recommandée. Pour les éléments mineurs, comprenant le manganèse, le fer et le cuivre, des prises d'essai de 5 g à 10 g sont recommandées. Si des niveaux traces d'éléments sont nécessaires, utiliser des échantillons supérieurs à 10 g.

Effectuer l'incinération de la prise d'essai conformément à l'ISO 1762.

NOTE Afin d'éviter la formation de flammes, recouvrir le récipient d'un couvercle. Il convient que celui-ci ne recouvre que partiellement le récipient pour éviter l'apparition de conditions réductrices dans le récipient, sinon des composés insolubles dans l'acide pourraient se former. Dans des conditions réductrices, par exemple, le cuivre peut être perdu en raison de la formation d'un alliage de platine.

7.3 Dissolution du résidu

Après l'incinération, laisser refroidir le creuset. Pour éviter les éclaboussures, bien mouiller le résidu de calcination avec de l'eau et ajouter précautionneusement, sous une hotte, 5 ml d'acide chlorhydrique (4.2) dans le creuset. Évaporer à sec sur un bain-marie bouillant, une plaque chauffante ou sous une lampe infrarouge. Renouveler cette opération.

NOTE Pour les échantillons ayant une forte teneur en carbonate, plus de 10 ml d'acide (2 × 5 ml) peuvent être nécessaires.

Ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (4.2) au résidu. Si du résidu insoluble est visible, chauffer sans faire bouillir le creuset couvert d'un verre de montre, pendant quelques minutes.

À l'aide du papier filtre (5.2), filtrer le contenu du creuset dans une fiole jaugée de 100 ml. Pour s'assurer que le transfert est complet, ajouter une autre quantité de 5 ml d'acide chlorhydrique (4.2) dans le creuset et chauffer de nouveau si nécessaire. Filtrer cette dernière quantité d'acide sur la quantité principale dans la fiole jaugée à l'aide d'eau (5.1). Si nécessaire, pour l'AAS, ajouter 4 ml de solution de chlorure de lanthane (4.4) ou 2 ml de chlorure de césium (4.5) dans la fiole jaugée. Compléter au volume avec de l'eau et mélanger. Cela constitue la solution d'essai.

8 Préparation des solutions d'étalonnage

Il est important que la concentration en acide et la concentration en chlorure de lanthane/chlorure de césium dans les solutions d'étalonnage soient les mêmes que dans la solution d'essai car la concentration en acide et en sel influe sur le signal de l'instrument.

Les solutions d'étalonnage sont instables et doivent être préparées le jour de leur utilisation, et stockées dans des bouteilles en plastique. Les solutions étalons mères sont plus stables et peuvent être conservées plusieurs mois.

Plusieurs éléments peuvent être conservés dans la même fiole, si souhaité.

8.1 Spectrométrie d'absorption atomique (AAS)

Lorsque la spectrométrie d'absorption atomique est employée pour l'analyse, préparer au moins trois solutions d'étalonnage pour chaque élément dans des fioles jaugées de 100 ml, chacune contenant 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2), en diluant les solutions étalons mères correspondantes (4.6). De plus, une solution à blanc identique aux solutions d'étalonnage mais ne contenant pas d'élément ajouté doit être incluse.

Lors de la préparation des solutions d'étalonnage au calcium et au magnésium, 4 ml de la solution de chlorure de lanthane (4.4) doivent être aussi ajoutés [$\rho(\text{La})$ sera de 2 g/l] si une flamme air/acétylène est utilisée. Lors

de la préparation des solutions d'étalonnage au sodium, au potassium et au calcium, 2 ml de la solution de chlorure de césium (4.5) doivent être ajoutés [$\rho(\text{Cs})$ sera de 1 g/l] si une flamme air/acétylène est utilisée.

8.2 Spectrométrie d'émission plasma (ICP/ES)

Lorsque la spectrométrie d'émission plasma est utilisée, pas plus de deux solutions d'étalonnage par élément sont nécessaires, et aucun ajout de chlorure de lanthane ou de chlorure de césium n'est requis. Ajouter 10 ml d'acide chlorhydrique (4.2) avant de diluer les solutions étalons mères (4.6) correspondantes à 100 ml. De plus, une solution à blanc identique aux solutions d'étalonnage mais ne contenant pas d'élément ajouté doit être incluse.

9 Solution à blanc

Une solution à blanc doit être préparée, sans l'élément d'essai, et doit contenir la même quantité d'acide chlorhydrique (4.2), et la même quantité de chlorure de lanthane (4.4) ou de chlorure de césium (4.5), si nécessaire, que les solutions d'étalonnage.

10 Détermination

Pour chaque élément à déterminer, optimiser les conditions du spectromètre d'absorption atomique ou d'émission plasma, et utiliser l'instrument en suivant les recommandations du fabricant.

Pour l'absorption atomique, les longueurs d'onde recommandées sont les suivantes:

— Magnésium:	285,2 nm
— Calcium:	422,7 nm
— Manganèse:	279,5 nm
— Fer:	248,3 nm
— Cuivre:	324,8 nm
— Sodium:	589,0 nm
— Potassium:	766,5 nm

Pour l'émission plasma, les lignes d'émission recommandées sont les suivantes:

— Magnésium:	279,55 nm (pour les faibles niveaux), 280,27 nm (pour les niveaux élevés)
— Calcium:	396,85 nm (pour les faibles niveaux), 317,93 nm (pour les niveaux élevés)
— Manganèse:	257,61 nm
— Fer:	259,94 nm
— Cuivre:	324,75 nm
— Sodium:	589,00 nm
— Potassium:	766,50 nm

Mesurer les solutions d'étalonnage, la solution d'essai et la solution à blanc. Si la lecture de la solution d'essai est en dehors de l'étendue de la courbe d'étalonnage, corrigée du blanc, diluer avec de l'eau pour la ramener dans cette étendue. Toutes les dilutions finales de la solution d'essai doivent contenir la même concentration en acide (10 ml/100 ml) que la solution d'étalonnage correspondante, de même que les concentrations en chlorure de lanthane/chlorure de césium, si nécessaire.

NOTE Si la solution d'essai est utilisée sans dilution, aucun autre ajout d'acide chlorhydrique (4.2) n'est nécessaire car la dilution contient déjà l'acide ajouté après l'étape d'incinération.