
**Pâtes — Détermination des cendres
insolubles dans l'acide**

Pulps — Determination of acid-insoluble ash

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 776:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce35ae3e-8b17-4208-83cf-136a6e9a5eea/iso-776-2011>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 776:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce35ae3e-8b17-4208-83cf-136a6e9a5eea/iso-776-2011>



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

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

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 776:1982), qui a fait l'objet d'une révision technique. La température d'incinération passe de 575 °C à 525 °C pour être cohérente avec la température spécifiée dans l'ISO 1762. La méthode exige également que la masse minimale des résidus insolubles dans l'acide soit de 10 mg au lieu de 1 mg, de manière à améliorer l'exactitude de l'essai.

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 776:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce35ae3e-8b17-4208-83cf-136a6e9a5eea/iso-776-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce35ae3e-8b17-4208-83cf-136a6e9a5eea/iso-776-2011>

Introduction

Les cendres insolubles dans l'acide sont constituées principalement de silice et de silicates. Ces matériaux, lorsqu'ils sont présents dans le papier ou le carton fini, peuvent avoir un effet abrasif sur les emporte-pièce, les couteaux, les disques de coupe et les matrices qui viennent en contact avec le papier au cours d'opérations de finissage. Un papier constitué de pâtes avec plus de 400 mg/kg (basé sur une masse sèche à l'étuve) de cendres insolubles dans l'acide peut provoquer un émoussage prématuré de tels équipements. Le niveau de silice dans la pâte peut varier de manière importante en fonction de plusieurs facteurs, y compris le type de bois, la qualité de l'eau et la présence d'aditifs à base de silicate, tels que le kaolin et le talc. Par exemple, dans des pâtes kraft blanchies, la fraction massique en silice peut aller de valeurs inférieures à 100 mg/kg à des valeurs supérieures à 1 000 mg/kg.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 776:2011](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce35ae3e-8b17-4208-83cf-136a6e9a5eea/iso-776-2011)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce35ae3e-8b17-4208-83cf-136a6e9a5eea/iso-776-2011>

Pâtes — Détermination des cendres insolubles dans l'acide

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination des cendres insolubles dans l'acide d'une pâte. Elle est applicable à tous les types de pâtes.

2 Références normatives

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 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 7213, *Pâtes — Échantillonnage pour essais*

3 Termes et définitions

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

3.1

endre insoluble dans l'acide

résidu insoluble demeurant après l'incinération d'un échantillon de pâte dans un four à 525 °C ± 25 °C et le traitement des cendres avec de l'acide chlorhydrique selon ce qui est spécifié dans la présente Norme internationale

4 Principe

Un échantillon pour essai est pesé dans un récipient résistant à la chaleur, incinéré dans un four à moufle à 525 °C ± 25 °C, et le résidu est traité avec de l'acide chlorhydrique. Le résidu insoluble après traitement à l'acide est filtré, lavé, incinéré à 525 °C et pesé. La teneur en eau d'une prise d'essai séparée est également mesurée. Les cendres insolubles dans l'acide sont ensuite déterminées, en milligrammes par kilo, sur une base de la pâte sèche à l'étuve, à partir de la masse du résidu insoluble après incinération, ainsi que de la teneur en matières sèches de l'échantillon.

5 Réactif

N'utiliser que des réactifs de qualité analytique et de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

5.1 Acide chlorhydrique, solution à 6 mol/l.

Dans une hotte de captation des fumées, diluer avec précaution 500 ml d'acide chlorhydrique (masse volumique à 20 °C = 1,19 kg/l) dans l'eau et diluer à 1 000 ml.

6 Appareillage

6.1 Coupelles d'évaporation résistant à la chaleur, d'une capacité de 50 ml à 100 ml, et **creusets**, d'une capacité de 20 ml. Les récipients en platine sont préférés, mais la porcelaine ou la silice peuvent être utilisées.

6.2 Plaque chauffante électrique ou **bain de vapeur**, pouvant maintenir une température de surface de 110 °C à 130 °C.

6.3 Balance analytique, d'une capacité de 100 g et d'une exactitude de 0,1 mg.

6.4 Dessiccateur.

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

6.6 Papier filtre, quantitatif, sans cendre, lavé deux fois à l'acide, d'un type recommandé pour des précipités fins (par exemple Whatman™ N° 42¹⁾ ou équivalent).

6.7 Étuve de séchage, pouvant maintenir une température de l'air de 105 °C ± 2 °C et ventilée de façon appropriée.

7 Échantillonnage et préparation d'un échantillon pour essai

Si l'analyse est effectuée pour évaluer un lot de pâtes, obtenir un échantillon de pâte représentatif comme décrit dans l'ISO 7213. Si ce n'est pas le cas, indiquer la source de l'échantillon et, si possible, le mode opératoire d'échantillonnage utilisé. Une quantité suffisante d'échantillon doit être recueillie pour permettre au moins des déterminations en double et pour déterminer la teneur en eau.

Obtenir un échantillon pour essai constitué de petits morceaux, pas plus grands que 1 cm², à partir de plusieurs parties de l'échantillon, de manière qu'il soit entièrement représentatif de celui-ci. La masse de la prise d'essai doit être telle que la masse du résidu insoluble dans l'acide soit supérieure à 10 mg. Une prise d'essai pesant 25 g suffit dans la plupart des cas.

NOTE Dans les échantillons présentant des niveaux très faibles de résidus insolubles dans l'acide, il peut être nécessaire d'obtenir un échantillon pour essai plus grand et de l'incinérer en plus d'une seule prise.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce35ae3e-8b17-4208-83cf-136a6e9a5eea/iso-776-2011>

8 Mode opératoire

Exécuter le mode opératoire deux fois.

Conditionner les échantillons pour essai et les échantillons pour déterminer l'humidité en atmosphère du laboratoire jusqu'à ce qu'ils atteignent l'humidité à l'équilibre.

Déterminer la teneur en eau de l'échantillon comme décrit dans l'ISO 638. Peser cette prise d'essai en même temps que la prise d'essai utilisée pour la détermination des cendres.

Incinérer les échantillons pour essai comme décrit dans l'ISO 1762, dans une coupelle, préalablement calcinée dans le four à moufle jusqu'à une masse constante (à 0,1 mg près). Si la coupelle est trop petite pour contenir l'échantillon en entier, l'échantillon doit être incinéré en plusieurs fois. Placer une partie de l'échantillon dans la coupelle et la brûler doucement pour éviter toute perte. Puis ajouter la partie suivante dans la coupelle et la brûler doucement. Continuer ce procédé jusqu'à ce que l'échantillon entier ait été carbonisé, comme indiqué par l'absence de particules noires de carbone.

Refroidir la coupelle à température ambiante dans une hotte à aspiration des fumées, ajouter 5 ml de HCl à 6 mol/l (5.1) et évaporer à sec avec précaution sur un bain de vapeur ou une plaque chauffante (6.2). Répéter le traitement. Ajouter une troisième aliquote de 5 ml de HCl à 6 mol/l (5.1) au résidu, chauffer pendant 2 min sur le bain de vapeur ou la plaque chauffante, et diluer avec 20 ml d'eau.

1) Whatman™ N° 42 est un exemple de produit approprié disponible sur le marché. Cette information est donnée à l'intention des utilisateurs du présent document et ne signifie nullement que l'ISO approuve ou recommande l'emploi exclusif des produits ainsi désignés.

Transférer le résidu par filtrage à travers le papier filtre (6.6), de façon quantitative, en veillant à retirer la totalité du résidu de la coupelle avec de l'eau. Laver le résidu plusieurs fois avec de l'eau chaude jusqu'à ce que le filtrat soit exempt d'ions chlorure.

L'absence d'ions chlorure dans le filtrat peut être confirmée avec quelques gouttes de nitrate d'argent à 5 %. Il est recommandé que le filtrat ne produise pas un précipité blanc ou une opalescence.

Placer avec précaution le papier filtre et le résidu dans un creuset ou une coupelle d'évaporation résistant à la chaleur (6.1) d'une contenance de 20 ml et taré(e). Chauffer lentement à sec, puis incinérer à $525\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ jusqu'à ce que tout l'échantillon ait été réduit en cendres, comme indiqué par l'absence de particules noires de carbone. Refroidir le creuset dans un dessiccateur et procéder à un pesage à 0,1 mg près. Répéter l'incinération jusqu'à ce qu'une masse constante soit obtenue.

9 Calcul

Calculer la fraction massique des cendres insolubles dans l'acide selon l'Équation (1):

$$w_a = 1000 \times \frac{m_1}{m_2} \quad (1)$$

où

w_a est la fraction massique des cendres insolubles dans l'acide, en milligrammes par kilogramme de l'échantillon séché à l'étuve;

m_1 est la masse des résidus insolubles après une incinération à $525\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$, en milligrammes;

m_2 est la masse de l'échantillon, sur la base de la pâte sèche à l'étuve, en grammes.

Rapporter la moyenne des déterminations en double à 5 mg/kg près.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comprendre les informations suivantes:

- une référence à la présente Norme internationale (ISO 776:2011);
- la date et le lieu de l'essai;
- l'identification complète de l'échantillon soumis à essai;
- le résultat, exprimé comme indiqué dans l'Article 9;
- tout écart par rapport au mode opératoire décrit dans la présente Norme internationale ou toutes autres circonstances qui peuvent avoir affecté le résultat.

Annexe A (informative)

Fidélité

A.1 Généralités

En août 2009, des essais comparatifs interlaboratoires internationaux ont été réalisés, auxquels huit laboratoires issus de cinq pays différents ont participé.

Trois échantillons de différents types de pâtes ont été soumis à essai. Chaque échantillon a été désintégré pour garantir son homogénéité, et transformé en feuilles de laboratoire destinées aux essais. Plusieurs feuilles de laboratoire provenant de chaque échantillon ont été soumises aux laboratoires participant aux essais conformément à la présente Norme internationale. Pour les deux échantillons de pâtes kraft blanchies de feuillus, les données issues de deux laboratoires sur huit ont été considérées comme aberrantes et n'ont pas été comprises dans l'évaluation de la fidélité.

Les calculs ont été réalisés conformément à l'ISO/TR 24498, *Papiers, cartons et pâtes — Estimation de l'incertitude pour les méthodes d'essai*.

Les limites de répétabilité et de reproductibilité rapportées sont des valeurs estimées de la différence maximale à laquelle on peut s'attendre dans 19 cas sur 20, lorsque l'on compare deux résultats d'essais réalisés sur un matériau similaire à ceux décrits et dans des conditions d'essai similaires. Ces valeurs estimées peuvent ne pas être valables pour des matériaux différents ou pour des conditions d'essai différentes.

NOTE Les limites de répétabilité et de reproductibilité sont calculées en multipliant les écarts-types de répétabilité et de reproductibilité par 2,77, où $2,77 = 1,96 \times \sqrt{2}$.

A.2 Répétabilité

Tableau A.1 — Estimation de la répétabilité de la méthode d'essai

Échantillon	Nombre de laboratoires	Valeur moyenne	Écart-type	Coefficient de variation	Limite de répétabilité
		mg/kg	s_r mg/kg	$C_{v,r}$ %	r mg/kg
Pâte kraft blanchie de feuillus (teneur faible en cendres)	6	1 368	72,6	5,3	201
Pâte kraft blanchie de feuillus (teneur élevée en cendres)	6	2 909	72,4	2,5	201
Pâte mécanique chargée en kaolin	8	112 955	4 611	4,1	12 781

A.3 Reproductibilité

Tableau A.2 — Estimation de la reproductibilité de la méthode d'essai

Échantillon	Nombre de laboratoires	Valeur moyenne	Écart-type	Coefficient de variation	Limite de reproductibilité
		mg/kg	s_R mg/kg	$C_{V,R}$ %	R mg/kg
Pâte kraft blanchie de feuillus (teneur faible en cendres)	6	1 368	112	8,2	311
Pâte kraft blanchie de feuillus (teneur élevée en cendres)	6	2 909	165	5,7	458
Pâte mécanique chargée en kaolin	8	112 955	11 641	10,3	32 267

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 776:2011

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ce35ae3e-8b17-4208-83cf-136a6e9a5eea/iso-776-2011>