
**Papier, carton et pâtes — Détermination
du pH des extraits aqueux —**

**Partie 1:
Extraction à froid**

Paper, board and pulps — Determination of pH of aqueous extracts —

Part 1: Cold extraction

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6588-1:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afe50eb6-2c35-4e96-bfac-7ccd2fea47e4/iso-6588-1-2012>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6588-1:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afe50eb6-2c35-4e96-bfac-7ccd2fea47e4/iso-6588-1-2012>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2012

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 6588-1 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 6588-1:2005) qui a fait l'objet d'une révision technique. La principale différence en comparaison avec l'édition précédente est l'ajout d'un alinéa dans le domaine d'application pour marquer la différence entre les résultats obtenus à l'aide de la présente norme et ceux obtenus à l'aide de l'ISO 29681^[5].

L'ISO 6588 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Papier, carton et pâtes — Détermination du pH des extraits aqueux*:

- *Partie 1: Extraction à froid*
- *Partie 2: Extraction à chaud*

Introduction

Il est bien connu que la fibre kraft contient des groupes ionisables qui sont fixés sur ou dans la paroi de la fibre. Afin de satisfaire l'électroneutralité, ces groupes sont équilibrés par un nombre égal de charges positives, qui peuvent être des protons ou des ions métalliques divers. En particulier dans les suspensions de pâtes de faible concentration ionique, cela peut mener à une distribution inégale des ions mobiles entre le volume emprisonné dans la paroi de la fibre et le reste de la suspension. Cela signifie que les fibres agissent comme un échangeur d'ions. Ces phénomènes d'échange d'ions peuvent être très bien modélisés à l'aide de la théorie de Donnan^[2] ^[3].

Si un échantillon de fibres d'une pâte relativement propre, par exemple une pâte blanchie et séchée, est dilué dans de l'eau déionisée, le résultat sera une suspension de pâte de très faible concentration ionique. Dans un tel système, la plupart des cations présents, y compris les protons, sont concentrés dans un volume d'eau retenu par la paroi de la fibre. Si le pH est mesuré, il s'agit du pH de la pâte environnante. En ajoutant un sel à ce type de système, le phénomène d'échange d'ions est diminué et la concentration des différents cations sera identique dans l'eau emprisonnée par la paroi de la fibre et le reste de la pâte en suspension. Puisque les eaux de procédés contiennent toujours une certaine quantité d'ions, un tel ajout d'un sel résultera en un environnement plus réaliste lors de la mesure du pH d'échantillons de pâtes relativement propres.

Il est nécessaire d'être conscient de ces effets lors de l'interprétation des valeurs de pH telles que mesurées pour des pâtes hautement purifiées.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 6588-1:2012](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afe50eb6-2c35-4e96-bfac-7ccd2fea47e4/iso-6588-1-2012)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afe50eb6-2c35-4e96-bfac-7ccd2fea47e4/iso-6588-1-2012>

Papier, carton et pâtes — Détermination du pH des extraits aqueux —

Partie 1: Extraction à froid

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 6588 spécifie une méthode pour la détermination du pH défini par les électrolytes extractibles d'un échantillon de papier, de carton ou de pâte, par de l'eau froide.

La présente partie de l'ISO 6588 est applicable à tous les types de papiers, de cartons et de pâtes.

Lorsque la quantité de substance ionique extractible est presque nulle, comme dans le cas des pâtes hautement purifiées, la fidélité de la méthode devient mauvaise en raison des difficultés rencontrées lors de la réalisation des mesurages de pH d'une eau contenant peu de substances électrolytiques.

Puisque, dans la présente partie de l'ISO 6588, l'extraction est effectuée avec de l'eau distillée ou déionisée, le pH mesuré est parfois différent (par exemple pour une pâte hautement blanchie) de celui mesuré dans les conditions mises en œuvre pendant le procédé industriel lors duquel différents types d'eaux de procédé sont utilisés, par exemple de l'eau de rivière traitée chimiquement contenant des électrolytes.

Il est nécessaire d'avoir conscience du fait que les résultats obtenus en mesurant le pH conformément à la présente partie de l'ISO 6588 seront différents de ceux obtenus à l'aide de l'ISO 29681. Ces différences peuvent être significatives, notamment lors d'un mesurage sur des pâtes de faible concentration ionique.

L'ISO 6588-2 ne diffère de la présente partie de l'ISO 6588 qu'au sujet des conditions d'extraction. Aucune ligne directrice générale ne peut être donnée concernant le mode opératoire le plus adapté (extraction à chaud ou à froid) en fonction d'une situation donnée.

Pour les papiers cellulosiques à usages électriques, il est recommandé d'utiliser la méthode indiquée dans la CEI 60554-2^[4].

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

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

ISO 7213, *Pâtes — Échantillonnage pour essais*

3 Principe

Extraction d'un échantillon de 2 g pendant 1 h avec 100 ml d'eau froide de haute pureté. Filtration de l'extrait et ajout d'une solution saline. Mesurage du pH de l'extrait à une température comprise entre 20 °C et 25 °C.

4 Réactifs

4.1 Eau, distillée ou déionisée, à utiliser durant toute la durée de l'essai. La conductivité de l'eau ne doit pas être supérieure à 0,1 mS/m après 1 h d'ébullition, puis refroidissement dans une atmosphère sans acide (par exemple exempte de CO₂, SO₂, H₂S) jusqu'à une température comprise entre 20 °C et 25 °C. Il convient que le pH de l'eau soit compris entre 6,8 et 7,3. Des instructions relatives à la détermination de la conductivité sont spécifiées dans l'ISO 3696.

4.2 Solutions tampons étalons, ayant un pH connu d'environ 4, 7 et 9. De telles solutions tampons sont disponibles dans le commerce. Quelques exemples de solutions tampons appropriées sont donnés dans l'Annexe A et leur préparation y est décrite.

4.3 Solution de chlorure de potassium, 1 M. Dissoudre 7,4 g de KCl, de qualité analytique, dans 100 ml d'eau distillée fraîchement bouillie. Préparer une solution fraîche chaque semaine.

5 Appareillage et équipement

En plus de l'appareillage et de l'équipement de laboratoire courant, utiliser ce qui suit.

5.1 Verrerie, constituée de verre résistant aux produits chimiques, fioles à joints en verre dépoli, bouchons, béchers et filtre en verre fritté. Toute la verrerie doit être nettoyée avec une solution de nettoyage acide, sans utiliser de savon ou de détergent et doit être soigneusement rincée à l'eau (4.1) et séchée avant usage.

5.2 pH-mètre, équipé d'électrodes en verre et au calomel ou d'une électrode combinée, permettant de lire une valeur de pH à au moins 0,05 unité de pH près.

6 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

6.1 Échantillonnage

Le mode opératoire d'échantillonnage à suivre dépend des circonstances particulières de chaque cas. Si l'analyse a pour but d'évaluer un lot ou un chargement de pâte, papier ou carton, l'échantillon doit être prélevé conformément à l'ISO 7213 ou à l'ISO 186, selon le cas. Si l'analyse est réalisée sur un autre type d'échantillon, noter l'origine de l'échantillon et, si possible, le mode opératoire d'échantillonnage, et veiller à ce que la feuille-échantillon prélevée en 7.1 soit représentative de l'échantillon reçu.

Porter des gants de protection propres pour manipuler l'échantillon.

NOTE Certains gants sont poudrés pour empêcher qu'ils n'adhèrent l'un à l'autre, mais cette poudre peut contaminer l'échantillon.

6.2 Préparation de l'échantillon

Ne pas toucher l'échantillon à mains nues et s'assurer qu'il n'a été déposé que sur des surfaces propres. Découper ou déchirer l'échantillon en morceaux d'environ 1 cm² au moyen d'un couteau ou d'une lame propre. Réduire par division l'épaisseur des échantillons en carton épais.

Bien mélanger les morceaux. Les stocker dans des récipients propres fermés.

7 Mode opératoire

Réaliser deux fois le mode opératoire.

7.1 Pesée

Peser 2,0 g \pm 0,1 g d'un échantillon séché à l'air (6.2) dans une fiole de 250 ml (5.1).

NOTE Étant donné que la quantité d'échantillon n'est pas critique, il n'est pas nécessaire de déterminer la teneur en matière sèche pour effectuer des réajustements en raison de petites différences de teneur en humidité.

7.2 Extraction

Ajouter 100 ml d'eau (4.1) dans la fiole (5.1) contenant les morceaux d'échantillon. Vérifier qu'ils sont tous imprégnés de liquide. Boucher la fiole à l'aide du bouchon en verre dépoli et laisser reposer pendant 1 h à une température comprise entre 20 °C et 25 °C. Agiter la fiole au moins une fois pendant ce laps de temps.

Filtrer l'extrait dans un petit bécher (5.1) sur un filtre en verre fritté de porosité grossière. Ajouter immédiatement 2 ml de la solution de chlorure de potassium (4.3) et poursuivre le mesurage.

7.3 Détermination du pH

Utiliser le pH-mètre selon les instructions du fabricant. Laver les électrodes à l'eau (4.1), laisser l'eau s'égoutter mais ne pas les essuyer. Étalonner le pH-mètre (5.2) à une température comprise entre 20 °C et 25 °C avec deux solutions tampons (4.2) différentes ayant des pH tels que le pH de l'extrait soit situé dans la plage des pH des solutions tampons. Il convient de choisir la première solution tampon de façon que le pH de la solution tampon se situe dans la même région que le point de zéro électrique du pH-mètre (en général = 7). Il convient que la valeur lue pour la deuxième solution tampon soit en accord avec la valeur exacte à 0,1 unité de pH près.

Si le pH-mètre n'affiche pas le pH correct pour la seconde solution tampon, consulter les instructions du fabricant. Un écart de plus de 0,2 unité de pH indique que l'électrode est défectueuse. De la même façon, une augmentation ou une diminution lente mais continue de la valeur lue dénote des électrodes défectueuses.

Après l'étalonnage, rincer les électrodes plusieurs fois à l'eau (4.1) et une fois avec une petite quantité d'extrait. Vérifier que la température de l'extrait est comprise entre 20 °C et 25 °C. Immerger les électrodes dans l'extrait. Enregistrer le pH au terme d'une période de 30 s sans aucune dérive mesurable.

Avant de mesurer l'échantillon suivant, rincer soigneusement les électrodes à l'eau (4.1) afin d'éliminer toute trace d'échantillon ou de solution tampon.

À la fin d'une série de mesurages, vérifier les électrodes avec les solutions tampons.

8 Calcul

Calculer la moyenne des déterminations en double.

Consigner le pH à 0,1 unité de pH près. Il est recommandé que les résultats individuels ne diffèrent pas de plus de 0,2 unité de pH; si ce n'est pas le cas, répéter la détermination sur deux extraits supplémentaires, puis noter la moyenne et l'ensemble de toutes les mesures.

9 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit comporter les informations suivantes:

- a) une référence à la présente partie de l'ISO 6588;
- b) la date et le lieu des essais;
- c) toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- d) les résultats exprimés selon l'Article 8;

- e) tout phénomène inhabituel observé au cours de l'essai;
- f) tout écart par rapport au mode opératoire décrit dans la présente partie de l'ISO 6588 ou toute autre circonstance susceptible d'avoir eu une incidence sur le résultat.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6588-1:2012

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/afe50eb6-2c35-4e96-bfac-7ccd2fea47e4/iso-6588-1-2012>

Annexe A (informative)

Préparation de solutions tampons étalons

Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité analytique reconnue. Les solutions tampons doivent être renouvelées au moins une fois par mois. Les sels anhydres indiqués en A.1 et en A.2 doivent être séchés à 120 °C.

A.1 Solution tampon de pH 4,0: hydrogénophthalate de potassium, solution à 0,05 mol/l.

Dissoudre 10,21 g d'hydrogénophthalate de potassium ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) dans l'eau (4.1) dans une fiole jaugée de 1 l et diluer au repère.

Le pH de cette solution est de 4,00 à 20 °C et de 4,01 à 25 °C.

A.2 Solution tampon de pH 6,9: solution de dihydrogénophosphate de potassium et d'hydrogénophosphate de disodium.

Dissoudre 3,39 g de dihydrogénophosphate de potassium (KH_2PO_4) et 3,54 g d'hydrogénophosphate de disodium (Na_2HPO_4) dans de l'eau (4.1) dans une fiole jaugée de 1 l et diluer au repère.

Le pH de cette solution est de 6,87 à 20 °C et de 6,86 à 25 °C.

A.3 Solution tampon de pH 9,2: solution de tétraborate de disodium.

Dissoudre 3,80 g de tétraborate de disodium décahydrate ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) dans l'eau (4.1) dans une fiole jaugée de 1 l et diluer au repère.

Le pH de cette solution est de 9,23 à 20 °C et de 9,18 à 25 °C.