
**Pâtes, papier et carton — Dosage
du chlore total et du chlore lié aux
matières organiques**

*Pulp, paper and board — Determination of total chlorine and
organically bound chlorine*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 11480:2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7ae9145-b2f4-43fe-b1b7-7d8ba6743469/iso-11480-2017)

[https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7ae9145-b2f4-43fe-b1b7-
7d8ba6743469/iso-11480-2017](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7ae9145-b2f4-43fe-b1b7-7d8ba6743469/iso-11480-2017)



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11480:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7ae9145-b2f4-43fe-b1b7-7d8ba6743469/iso-11480-2017>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2017, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, 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, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos	iv
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Méthode microcoulométrique	1
4.1 Principe.....	1
4.2 Produits chimiques et réactifs.....	2
4.3 Précautions.....	2
4.4 Appareillage.....	3
4.5 Traitement préalable de l'échantillon.....	3
4.6 Extraction à l'aide de la solution de nitrate acide.....	4
4.7 Combustion.....	4
4.8 Essais à blanc.....	5
4.9 Contrôles.....	5
4.10 Calcul.....	6
4.11 Interférences avec les composés bromés.....	6
5 Méthode de Schöniger	6
5.1 Principe.....	6
5.2 Produits chimiques et réactifs.....	6
5.3 Précautions.....	7
5.4 Appareillage.....	7
5.5 Échantillonnage et préparation de l'échantillon.....	8
5.6 Extraction à l'aide de la solution de nitrate acide.....	8
5.7 Combustion.....	9
5.8 Dosage par chromatographie ionique.....	9
5.9 Essais à blanc.....	9
5.10 Calcul.....	10
6 Rapport d'essai	10
Annexe A (informative) Fidélité (méthode microcoulométrique)	11
Annexe B (informative) Fidélité (méthode de Schöniger)	13
Annexe C (informative) Manuels d'instructions pour laboratoires	15
Bibliographie	16

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 (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier, de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

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. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la nature volontaire des normes, la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'Organisation Mondiale du Commerce (OMC) concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: <http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7ae9143-b2f4-43f6-b1b7-7d8ba6743469/iso-11480-2017> **Avant-propos — Informations supplémentaires.**

Le présent document a été élaboré par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 11480:1997), qui a fait l'objet d'une révision technique pour inclure la possibilité d'utiliser la méthode de combustion de Schöniger combinée à la chromatographie ionique.

Introduction

Le présent document spécifie deux modes opératoires pour le dosage du chlore total et du chlore organique contenus dans les pâtes, papiers et cartons. La méthode microcoulométrique ([Article 4](#)) est basée sur la combustion dans un tube chauffé, suivie d'un titrage microcoulométrique. La méthode de Schöniger ([Article 5](#)) est basée sur la combustion dite de Schöniger, suivie d'une chromatographie ionique.

Le choix du mode opératoire dépend de la disponibilité de l'appareillage et du risque d'interférence par les composés bromés dans l'échantillon. Dans la méthode microcoulométrique, le résultat ne représente pas strictement la teneur en chlore étant donné qu'il inclut une partie du brome présent dans l'échantillon. Il convient donc d'éviter d'utiliser ce mode opératoire car il y a un risque que l'échantillon ait une haute teneur en brome.

La méthode de Schöniger est plus contraignante que la méthode microcoulométrique. Cependant, étant donné que le dosage final est réalisé par chromatographie ionique, le résultat obtenu correspond sans équivoque au chlore. La méthode de Schöniger exige également un échantillon plus grand. Par conséquent, le résultat est plus représentatif. En revanche, la méthode microcoulométrique est plus rapide et plusieurs dosages répétés peuvent être réalisés en un court intervalle de temps.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

[ISO 11480:2017](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7ae9145-b2f4-43fe-b1b7-7d8ba6743469/iso-11480-2017>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 11480:2017

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a7ae9145-b2f4-43fe-b1b7-7d8ba6743469/iso-11480-2017>

Pâtes, papier et carton — Dosage du chlore total et du chlore lié aux matières organiques

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie deux modes opératoires possibles pour le dosage du chlore total et du chlore organique contenus dans les pâtes, papiers et cartons. Il est applicable à tous les types de pâtes, papiers et cartons. La limite inférieure de dosage est d'environ 20 mg/kg.

2 Références normatives

Les documents suivants cités dans le texte constituent, pour tout ou partie de leur contenu, des exigences 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 287, *Papier et carton — Détermination de la teneur en humidité d'un lot — Méthode par séchage à l'étuve*

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

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC mettent à jour les bases de données terminologiques utilisées en normalisation aux adresses suivantes:

- ISO Online browsing platform: accessible sur <http://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: accessible sur <http://www.electropedia.org/>

3.1

chlore total

quantité totale de l'élément chlore présent dans l'échantillon

3.2

chlore organique

quantité totale du chlore lié aux matières organiques présent dans l'échantillon

4 Méthode microcoulométrique

4.1 Principe

Dosage de la teneur en chlore de l'échantillon par combustion à haute température, dans des conditions contrôlées, à l'intérieur d'un tube en quartz. Les gaz de combustion passent dans une solution électrolytique où tout le chlore, une fois transformé en acide chlorhydrique, est absorbé et dosé par microcoulométrie. Pour déterminer la teneur en chlore organique, les composés chlorés inorganiques sont extraits à l'aide d'acide nitrique dilué avant combustion.

NOTE 1 S'il n'est pas nécessaire de réaliser le dosage du chlore organique, l'extraction au moyen de nitrate acide est omise.

NOTE 2 Toute présence de brome est à l'origine d'interférences et d'erreurs positives dans les mesures. Pour plus de détails, voir [4.11](#).

4.2 Produits chimiques et réactifs

Tous les produits chimiques employés doivent être de qualité analytique. L'eau utilisée pour la préparation des solutions et au cours de l'essai doit être une eau distillée de pureté élevée ou une eau équivalente. L'obtention de valeurs à blanc élevées (voir [4.8](#)) peut être due à l'utilisation d'une eau impure. Cette dernière peut être purifiée par traitement sur charbon actif ([4.2.4](#)).

4.2.1 Solution de nitrate acide de réserve. Dissoudre 17 g de nitrate de sodium (NaNO_3) dans de l'eau distillée. Ajouter 1,4 ml d'acide nitrique (HNO_3) de masse volumique 1,40 g/ml et diluer à 1 l avec de l'eau distillée. (Cette solution est nécessaire uniquement pour le dosage du chlore organique.)

4.2.2 Solution de nitrate acide pour essai. Diluer 50 ml de la solution de réserve ([4.2.1](#)) à 1 l avec de l'eau distillée. (Cette solution est nécessaire uniquement pour le dosage du chlore organique.)

4.2.3 Acide sulfurique (H_2SO_4), de masse volumique 1,84 g/ml.

4.2.4 Charbon actif, destiné à permettre l'absorption des matières organiques solubles dans l'eau au cours du dosage du chlore organique. (Le charbon approprié est disponible auprès des fabricants d'appareils de combustion.)

4.2.5 Solution électrolytique, pour utilisation dans le microcoulomètre. Diluer 75 ml d'acide acétique cristallisable à 98 % (CH_3COOH) à 100 ml avec de l'eau.

Certains fabricants de microcoulomètres recommandent l'ajout de perchlorate de sodium (NaClO_4) et d'acide amidosulfonique ($\text{NH}_2\text{SO}_3\text{H}$) dans la solution absorbante. Ces ajouts sont facultatifs.

Un fabricant recommande une solution préparée en faisant fondre 1,35 g d'acétate de sodium (NaCH_3COO) dans 850 ml d'acide acétique cristallisable pour ensuite le diluer dans 1 000 ml d'eau.

4.2.6 Acide chlorhydrique, $c(\text{HCl}) = 0,010\ 0$ mol/l.

4.2.7 Solution d'acide 2-chlorobenzoïque de référence. Dissoudre 110,3 mg de $\text{ClC}_6\text{H}_4\text{COOH}$ dans de l'eau distillée et diluer à 100 ml dans une fiole jaugée. Cette solution contient 250 mg de chlore organique par litre. Diluer la solution avant usage selon les besoins.

4.2.8 Gaz comprimés. L'usage d'oxygène est nécessaire à la combustion. Le contrôle de cette dernière peut nécessiter l'usage d'autres gaz. Il est primordial que tout gaz utilisé soit exempt de chlore et de brome sous quelque forme que ce soit.

NOTE Il a été signalé que des solvants chlorés ont été utilisés pour nettoyer les récipients contenant les gaz.

4.3 Précautions

Les composés chlorés sont présents en petites quantités presque partout, dans les substances chimiques, à la surface des équipements ou de la peau, ou dans l'atmosphère du laboratoire d'essai. Il est donc absolument indispensable de prendre toute disposition nécessaire pour éviter la contamination des échantillons et des solutions. Il convient en particulier d'être attentif aux risques de contamination par l'atmosphère du laboratoire, contamination pouvant être provoquée aussi bien par des réactifs (solvants) entreposés dans le laboratoire, que par des facteurs externes, tels que la proximité d'une installation de blanchiment.

Procéder au nettoyage de l'ensemble de l'équipement avant usage, au moyen d'acide nitrique dilué, et rincer à l'eau pure.

4.4 Appareillage

Parmi la liste des articles mentionnés ci-dessous, ceux numérotés [4.4.1](#) à [4.4.4](#) sont uniquement nécessaires en cas de dosage du chlore organique. [L'Article 4.4.7](#) est uniquement nécessaire en cas de dosage du chlore total.

4.4.1 Fioles coniques, de 250 ml, en verre résistant aux substances chimiques, équipées de bouchons coniques normalisés en verre ou de capuchons vissés en polytétrafluoroéthylène (PTFE).

4.4.2 Agitateur de fioles (4.4.1), permettant une agitation du contenu par mouvement circulaire. La puissance doit être réglable de manière que le contenu des fioles soit agité sans atteindre les bouchons.

4.4.3 Dispositif de filtration, permettant le filtrage sous vide sur filtres d'un diamètre de 25 mm environ.

4.4.4 Filtres, en polycarbonate, de largeur de pores nominale égale à 0,4 µm, de diamètre adapté au dispositif de filtration ([4.4.3](#)), et de teneur en chlore maximale égale à 0,5 µg.

Il est également possible d'utiliser des récipients de filtration de conception spéciale, en verre thermorésistant ou en matériau céramique.

L'obtention de valeurs à blanc élevées ([4.8](#)) peut être due à une contamination des filtres. Il convient de procéder au nettoyage de ces derniers avant usage, au moyen de la solution de réserve ([4.2.1](#)), puis avec de l'eau.

iTeh STANDARD PREVIEW

4.4.5 Appareil de combustion (<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/siv/a/ae91e5702e4436c81fb77d0ba0145409/iso-11480-2017>), constitué d'un tube en quartz relié à une cuve de titrage microcoulométrique ([4.4.6](#)). Il est possible, au moyen du four à zones multiples, de porter la partie médiane du tube à une température minimale de 950 °C, ou de préférence 1 000 °C. Une nacelle en quartz ou en toute autre matière thermorésistante est introduite dans le tube. Elle peut être déplacée à l'intérieur du tube, de l'extrémité froide vers la partie chauffée. La largeur du tube doit être suffisante pour permettre l'utilisation d'une nacelle chargée d'un filtre ([4.4.4](#)). L'appareil est équipé d'une alimentation en oxygène ainsi que d'un dispositif permettant le maintien d'un débit d'oxygène constant à travers le tube. Il est possible de diluer le flux d'oxygène à l'aide d'un gaz inerte tel que l'argon ou l'azote. L'alimentation en gaz de combustion est assurée à travers la cuve microcoulométrique afin de réaliser le titrage en continu des ions chlorure.

En cas de nécessité, il est possible d'insérer, entre l'extrémité du tube à combustion et la cuve, un dispositif de nettoyage chauffant contenant de l'acide sulfurique ([4.2.3](#)), destiné au nettoyage et au séchage du courant gazeux.

4.4.6 Microcoulomètre, permettant d'effectuer le dosage de 2 µg d'ions chlorure, dont le coefficient de variation est inférieur à 10 % et est calculé à partir des dosages répétés d'ions chlorure.

4.4.7 Coupelles à échantillons, de contenance approximative 1 ml, en quartz ou autre matière thermorésistante, et de conception adaptée à la nacelle à échantillons. L'usage de ces coupelles est facultatif.

4.5 Traitement préalable de l'échantillon

Conserver les échantillons à l'abri de l'air ambiant dans des sacs en polyéthylène ou en les emballant dans des feuilles d'aluminium. Utiliser des gants de protection lors de toute manipulation des échantillons. Vérifier qu'aucun matériel contenant du chlore n'a été transféré par les gants à l'échantillon.

Sécher les pâtes humides à l'air, à une température ne dépassant pas 40 °C. Déterminer la teneur en matière sèche à l'aide d'un échantillon distinct, conformément à l'ISO 638 ou l'ISO 287, selon le cas.

Déchirer ou découper l'échantillon en petits morceaux, à l'aide d'une pince ou d'une paire de ciseaux. La taille des morceaux doit être adaptée à la nature de l'échantillon, ainsi qu'aux dimensions de l'appareil de combustion.

Cliver les échantillons de pâte de papier ou de carton, afin de garantir leur imprégnation complète lors de la phase d'extraction. En cas d'imprégnation incomplète, les valeurs relevées lors du dosage du chlore organique peuvent être trop élevées.

Broyer les échantillons de papier ou de carton couché ou multijets à l'aide d'un microbroyeur de type Wiley ou autre. Ce dernier ne doit pas être utilisé à d'autres fins, de façon à éviter tout risque de contamination des échantillons. Nettoyer soigneusement le broyeur après chaque utilisation.

La quantité totale d'échantillon nécessaire dépend de sa teneur en chlore et est limitée par les dimensions de l'appareil de combustion. Normalement, la quantité d'échantillon nécessaire à chaque dosage est comprise entre 10 mg et 60 mg.

Pour effectuer la détermination des deux paramètres, il est nécessaire d'utiliser quatre prises d'essai. Peser chaque prise d'essai à 0,1 mg près. Il convient de veiller à ce que tous les échantillons soient de masse à peu près identique.

Parmi les quatre échantillons, deux sont utilisés pour le dosage du chlore total, les deux autres étant extraits au moyen de la solution de nitrate acide.

NOTE S'il n'est pas nécessaire de réaliser le dosage du chlore organique, passer directement à [4.7](#).

4.6 Extraction à l'aide de la solution de nitrate acide

Transvaser les deux échantillons dans deux fioles coniques de 250 ml munies de bouchons en verre. Ajouter dans chaque fiole 100 ml de solution de nitrate acide ([4.2.2](#)) et 15 mg de charbon actif ([4.2.4](#)). Au même moment, démarrer deux essais à blanc sans échantillons. Obturer les fioles, puis les agiter vigoureusement jusqu'à provoquer un mouillage total de l'échantillon. Disposer les fioles sur l'agitateur mécanique et les soumettre à une agitation d'une durée d'au moins 1 h.

Dans le cas d'essais menés sur papier couché ou papier chargé contenant de grandes quantités de pigments carbonates, vérifier que le mélange contenu dans la fiole est toujours acide. Dans le cas contraire, acidifier le mélange en ajoutant davantage de solution de nitrate acide ([4.2.2](#)).

Au moyen du dispositif de filtration ([4.4.3](#)), filtrer le contenu des fioles sur un filtre en polycarbonate ou dans un récipient de filtration ([4.4.4](#)).

Rincer la fiole et les parois de l'entonnoir de filtration à l'aide de petites quantités de solution de nitrate acide ([4.2.2](#)), d'environ 25 ml chacune. Procéder au rinçage final avec une petite quantité d'eau. Aspirer l'excédent de liquide jusqu'à l'élimination de celui-ci.

Il convient d'éviter que de grandes quantités d'air traversent le filtre, car il peut en résulter une contamination par les composés halogénures présents dans l'air ambiant. Par ailleurs, toute présence excessive de solution de rinçage dans le filtre peut avoir pour conséquence une condensation d'eau à l'intérieur du tube à combustion. La présence de condensation dans le tube à combustion peut interférer avec la combustion ([4.7](#)). Si le filtre est trop sec, il peut s'enflammer dès son passage dans la zone de séchage du four, d'où un résultat faible.

4.7 Combustion

En principe, les échantillons extraits ou non sont soumis à un mode opératoire identique. Dans la pratique, il s'avère nécessaire d'adapter le mode opératoire à l'état des échantillons. Les échantillons extraits (pour le dosage du chlore organique) sont à l'état humide, tandis que les échantillons destinés au dosage du chlore total sont normalement à l'état sec.

Utiliser l'appareil de combustion (4.4.5) conformément aux instructions du fabricant. Plusieurs types d'appareils sont disponibles sur le marché. Leurs paramètres sont différents et le mode opératoire à suivre doit être adapté au type d'appareil utilisé. (Voir l'Annexe C.)

Vérifier le fonctionnement du microcoulomètre (4.4.6) en ajoutant des quantités définies d'acide chlorhydrique (4.2.6) dans la cuve. Il convient d'obtenir des résultats se situant à 5 % au plus de la valeur théorique.

Vérifier régulièrement l'appareil en opérant de la même manière qu'avec des échantillons, mais sans utiliser ces derniers.

NOTE Des effets de mémoire peuvent être provoqués par la corrosion des tubes de combustion (on obtient des mesures erronées sans échantillon, en particulier après avoir soumis à l'essai un échantillon à haute teneur en chlore).

Si l'échantillon est un tampon fibreux humide disposé sur un filtre en polycarbonate, plier ce dernier à l'aide d'une paire de brucelles et le placer dans la nacelle.

Si l'échantillon est à l'état sec, le placer dans une coupelle à échantillons (4.4.7) et charger la nacelle avec cette coupelle. Il se peut que l'usage des coupelles à échantillons ne soit pas possible avec tous les types d'appareils. Le mode opératoire peut alors être modifié selon les besoins.

Déplacer la nacelle contenant l'échantillon jusqu'à la zone de séchage du four et laisser l'eau s'évaporer. Le temps requis pour cette opération varie non seulement en fonction de la quantité d'eau à éliminer, mais également en fonction de la conception de l'appareil utilisé. Il convient d'empêcher toute formation de condensation d'eau au niveau des parties froides du tube à combustion.

Il est primordial de réaliser une combustion lente afin que le four ne s'encombre pas de suie ou de condensation en amont. Dans le cas contraire, prendre les dispositions nécessaires pour évacuer la suie ou la condensation en aval, avant d'effectuer tout relevé de mesures.

Déplacer la nacelle en direction de la partie chaude du tube. Suivre le déroulement de la combustion sur le dispositif d'enregistrement de l'appareil. Veiller à ce que la combustion soit complète, en respectant le mode opératoire approprié pour l'appareil.

Si l'on détecte la présence de suie en aval du four, la combustion est incomplète et le résultat doit être écarté.

Il convient de veiller à ce que l'acide sulfurique introduit dans le dispositif de nettoyage chauffant (4.4.5) ne contienne pas de suie. Si l'on observe la présence de suie, procéder au nettoyage du dispositif, ajouter de l'acide sulfurique récent et recommencer le dosage.

4.8 Essais à blanc

Au cours de chaque journée de réalisation des essais, vérifier l'appareil de combustion (4.4.5) et le microcoulomètre (4.4.6) en procédant à au moins deux essais à blanc en se référant au même mode opératoire que pour les échantillons. Il convient que la valeur à blanc n'excède pas 2 µg.

4.9 Contrôles

Contrôler régulièrement le mode opératoire dans son intégralité en procédant à un essai de référence sur un échantillon de teneur en chlore connue. Il est recommandé de réaliser l'essai de référence à l'aide d'un échantillon de même type (pâte, papier, carton, etc.) que ceux qui sont soumis à l'essai.

Si aucun échantillon de référence n'est disponible, il convient de déterminer la teneur en chlore d'un échantillon sélectionné en appliquant la méthode des ajouts dosés, avec des quantités connues de la solution d'acide 2-chlorobenzoïque de référence (4.2.7). Il convient d'utiliser cet échantillon comme échantillon de référence.

Il convient que le résultat correspondant à cette vérification soit supérieur ou égal à 91 % et inférieur ou égal à 110 % de la valeur spécifiée. Dans le cas où la valeur se situe en dehors de ces limites, procéder