
**Papier, carton et pâtes et
nanomatériaux à base de cellulose —
Détermination du résidu (cendres)
après incinération à 525 °C**

*Paper, board, pulps and cellulose nanomaterials — Determination of
residue (ash content) on ignition at 525 °C*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1762:2019](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a047a1d6-e554-4d2e-9713-5e360c816269/iso-1762-2019)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a047a1d6-e554-4d2e-9713-5e360c816269/iso-1762-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 1762:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a047a1d6-e554-4d2e-9713-5e360c816269/iso-1762-2019>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2019

Tous droits réservés. Sauf prescription différente ou nécessité dans le contexte de sa mise en œuvre, 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, ou la diffusion sur l'internet ou sur un intranet, sans autorisation écrite préalable. Une autorisation peut être demandée à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 401 • Ch. de Blandonnet 8
CH-1214 Vernier, Genève
Tél.: +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
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Appareillage	3
6 Échantillonnage et préparation de l'éprouvette	3
6.1 Quantité d'échantillon.....	3
6.2 Échantillonnage des papiers, cartons et pâtes.....	4
6.3 Échantillonnage des nanomatériaux à base de cellulose.....	4
7 Mode opératoire	5
7.1 Généralités.....	5
7.2 Mesurage de la teneur en humidité ou en matières sèches.....	5
7.3 Incinération.....	5
7.3.1 Généralités.....	5
7.3.2 Incinération des papiers, cartons et pâtes.....	5
7.3.3 Incinération des nanomatériaux à base de cellulose.....	5
7.4 Mesurage de la masse du résidu (cendres).....	6
8 Expression des résultats	6
9 Rapport d'essai	6
Annexe A (informative) Fidélité	7
Bibliographie	9

iTech STANDARD PREVIEW

(standards.iteh.ai)

ISO 1762:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a047a1d6-e554-4d2e-9713-5e360c816269/iso-1762-2019>

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 attirée 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 sur la liste ISO des déclarations de brevets reçues (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: www.iso.org/iso/foreword.html.

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

Cette quatrième édition annule et remplace la troisième édition (ISO 1762:2015), qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications par rapport à l'édition précédente sont les suivantes:

- Révision du domaine d'application pour couvrir les nanomatériaux à base de cellulose et pas seulement les papiers, cartons et pâtes;
- Une définition des nanomatériaux à base de cellulose, conjointement avec des instructions supplémentaires pour l'échantillonnage, la préparation de l'échantillon et l'incinération des nanomatériaux à base de cellulose a été incorporée;
- Des instructions supplémentaires sont données à propos de la manière d'exprimer les résultats lorsqu'un échantillon présente une faible teneur en cendres.

Il convient que l'utilisateur adresse tout retour d'information ou toute question concernant le présent document à l'organisme national de normalisation de son pays. Une liste exhaustive desdits organismes se trouve à l'adresse www.iso.org/fr/members.html.

Papier, carton et pâtes et nanomatériaux à base de cellulose — Détermination du résidu (cendres) après incinération à 525 °C

1 Domaine d'application

Le présent document décrit la détermination du résidu (cendres) présent dans un échantillon de papier, de carton, de pâte ou de nanomatériau à base de cellulose après incinération à 525 °C. Elle s'applique à tous les types de papier, de carton, de pâte et de nanomatériau à base de cellulose.

Le présent document fournit des modes opératoires de mesure pour obtenir une fidélité de mesure de 0,01 % ou meilleure pour le résidu (cendres) après incinération à 525 °C.

La détermination du résidu (cendres) après incinération à 900 °C des papiers, cartons, pâtes et nanomatériaux à base de cellulose est décrite dans l'ISO 2144.

Dans le contexte du présent document, le terme «nanomatériau à base de cellulose» désigne spécifiquement un nano-objet à base de cellulose (voir 3.2 et 3.4). Du fait de leurs dimensions à l'échelle nanométrique, ces nano-objets à base de cellulose peuvent posséder des propriétés, des comportements ou des fonctionnalités intrinsèques qui sont distincts de ceux ou celles associés aux papiers, cartons et pâtes.

(standards.iteh.ai)

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités dans le texte de sorte qu'ils 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 186, *Papier et carton — Échantillonnage pour déterminer la qualité moyenne*

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*

ISO 7213, *Pâtes — Échantillonnage pour essais*

3 Termes et définitions

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

L'ISO et l'IEC tiennent à jour des bases de données terminologiques destinées à être utilisées en normalisation, consultables aux adresses suivantes:

- Plateforme de consultation en ligne ISO: accessible à l'adresse <https://www.iso.org/obp/ui/fr/>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1 résidu après incinération teneur en cendres

rapport de la masse du résidu restant après incinération d'une éprouvette de papier, carton, pâte ou *nanomatériau à base de cellulose* (3.2) à 525 °C ± 25 °C à la masse anhydre de l'éprouvette avant incinération

Note 1 à l'article: Cette propriété était dénommée «résidu après incinération» ou «teneur en cendres» dans de précédentes éditions du présent document.

3.2 nanomatériau à base de cellulose

matériau principalement composé de cellulose, dont toutes les dimensions externes sont comprises approximativement entre 1 nm et 100 nm, ou matériau dont la structure interne ou de surface, principalement composée de cellulose, est à l'échelle nanométrique

Note 1 à l'article: Les termes «nanocellulose» et «nanomatériau cellulosique» sont des synonymes du terme «nanomatériau à base de cellulose».

Note 2 à l'article: Certains nanomatériaux à base de cellulose peuvent être composés de cellulose chimiquement modifiée.

Note 3 à l'article: Ce terme générique englobe les nano-objets à base de cellulose et les matériaux nanostructurés à base de cellulose.

Note 4 à l'article: Voir également les définitions de cellulose, échelle nanométrique, nano-objet à base de cellulose et matériau nanostructuré à base de cellulose dans l'ISO/TS 20477:2017.

[SOURCE: ISO/TS 20477:2017, 3.3.1, modifiée «1 nm à 100 nm» changé en «1 nm et 100 nm»; abréviations supprimées de la Note 1 à l'article; Note 4 à l'article ajoutée.]

3.3 nano-objet

portion discrète de matériau dont une, deux ou les trois dimensions externes sont à l'échelle nanométrique

Note 1 à l'article: Les deuxième et troisième dimensions externes sont orthogonales à la première dimension et l'une par rapport à l'autre.

[SOURCE: ISO/TS 80004-1:2015, 2.5]

3.4 nano-objet à base de cellulose

nano-objet principalement composé de cellulose

[SOURCE: ISO/TS 20477:2017, 5.2]

3.5 échelle nanométrique

échelle de longueur s'étendant approximativement de 1 nm à 100 nm

Note 1 à l'article: Les propriétés qui ne constituent pas des extrapolations par rapport à des dimensions plus grandes sont principalement manifestes dans cette échelle de longueur.

[SOURCE: ISO/TS 80004-1:2015, 2.1]

4 Principe

L'éprouvette est pesée dans un creuset résistant à la chaleur, puis incinérée dans un four à moufle à 525 °C ± 25 °C. La teneur en humidité ou en matières sèches d'une éprouvette distincte est également mesurée. Le pourcentage de cendres est ensuite déterminé, sur une base sèche (exempte d'humidité),

d'après la masse du résidu après incinération et la teneur en humidité ou en matières sèches de l'échantillon.

Les cendres peuvent contenir:

- a) des matières minérales présentes dans le papier, le carton, la pâte et le nanomatériau à base de cellulose et divers résidus des produits chimiques entrant dans sa fabrication;
- b) du métal provenant des canalisations ou de la machinerie;
- c) des charges, pigments, couches ou résidus de divers adjuvants.

L'incinération à 525 °C d'échantillons contenant du carbonate de calcium n'entraîne pratiquement pas de décomposition du carbonate et n'a aucun effet sur des charges ou des pigments comme le kaolin ou le dioxyde de titane. En conséquence, le résidu de l'incinération donne une bonne estimation de la quantité totale de matières inorganiques présentes dans l'échantillon, à condition que l'échantillon ne contienne pas d'autres minéraux qui se décomposent à cette température ou à une température inférieure. Le carbonate de magnésium et le sulfate de calcium, par exemple, peuvent se décomposer au moins partiellement à des températures inférieures à 525 °C.

5 Appareillage

5.1 Creusets résistant à la chaleur, en platine, porcelaine ou silice, ayant une capacité de 50 ml à 100 ml.

Des creusets de capacité supérieure peuvent également être utilisés pour les matériaux de faible masse volumique afin d'accueillir une quantité suffisante d'échantillon.

Un couvercle en matériau approprié, placé légèrement entrouvert pour laisser entrer l'air en vue de la combustion, peut également être utilisé avec le creuset pour empêcher les matières de faible masse volumique ou volantes de s'échapper au cours du processus d'incinération.

Des creusets en platine sont recommandés si une faible quantité de résidu est attendue.

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

Il est recommandé de placer le four sous une hotte ou de prévoir des moyens permettant d'évacuer la fumée et les vapeurs.

5.3 Balance analytique, pourvue d'une graduation (lisibilité) au moins tous les 0,1 mg pour obtenir une fidélité de mesure de 0,01 % ou meilleure.

5.4 Dessiccateur.

6 Échantillonnage et préparation de l'éprouvette

AVERTISSEMENT — La méthode spécifiée dans le présent document implique l'utilisation de nanomatériaux. Il convient de veiller à garantir l'observation des précautions et lignes directrices appropriées en matière de sécurité et de bonnes pratiques en laboratoire de nanotechnologie.

6.1 Quantité d'échantillon

Une quantité suffisante de matériau doit être prélevée pour permettre au moins des déterminations en double et pour la détermination de la teneur en humidité ou en matières sèches.

6.2 Échantillonnage des papiers, cartons et pâtes

Les recommandations relatives à l'obtention d'échantillons représentatifs figurant dans l'ISO 186 pour le papier et le carton et dans l'ISO 7213 pour les pâtes fournies sous forme de balles ou de rouleaux doivent être observées dans les cas où l'analyse est effectuée pour évaluer un lot. Dans ce cas, ou si les essais sont réalisés sur un autre type d'échantillon, prélever des éprouvettes de différentes parties de l'échantillon en s'assurant qu'elles soient vraiment représentatives de l'échantillon.

L'éprouvette prélevée pour l'incinération doit se composer d'un certain nombre de petits morceaux d'au plus 1 cm². Prélever une autre éprouvette de la même manière pour la détermination de l'humidité ou de la teneur en matières sèches.

L'éprouvette destinée à l'incinération doit avoir une masse anhydre totale d'au moins 1 g et elle doit être suffisante pour obtenir un résidu après incinération d'au moins 10 mg et de préférence de plus de 20 mg (Voir l'[Article 7](#)).

Si le matériau présente un très faible résidu après incinération (par exemple dans le cas des qualités dites sans cendre), il peut être nécessaire de diviser l'éprouvette en deux portions plus petites ou plus qui sont incinérées de façon consécutive dans le même creuset afin d'obtenir un résidu total d'au moins 10 mg.

6.3 Échantillonnage des nanomatériaux à base de cellulose

Pour les nanomatériaux à base de cellulose, il convient de veiller à ce que la procédure soit adaptée au matériau échantillonné. Aucune norme ISO ne présente la procédure à suivre pour l'échantillonnage des nanocristaux de cellulose, que ce soit en suspension aqueuse ou sous forme séchée, ou l'échantillonnage des nanofibrilles de cellulose diluées (humides). Lorsque l'échantillon initial de nanomatériau à base de cellulose est une forme humide ou une suspension aqueuse (diluée ou concentrée), il doit être séché en utilisant une méthode appropriée telle qu'un chauffage à 105 °C, une lyophilisation ou un séchage par pulvérisation, afin de produire un échantillon sous forme solide tel que des paillettes, de la poudre ou un autre solide, qui doit être mélangé jusqu'à devenir homogène. L'éprouvette doit être obtenue à partir de cet échantillon pré-séché. Prélever une autre éprouvette de la même manière pour la détermination de l'humidité ou de la teneur en matières sèches. Il n'est pas recommandé d'effectuer une filtration pour concentrer les échantillons dilués avant le séchage, car elle est susceptible d'entraîner une perte de matériau dissous libérant des cendres sous l'effet du chauffage à 525 °C.

Les pâtes chimiquement modifiées sont souvent préparées par oxydation TEMPO, carboxyméthylation ou phosphorylation avant la production de nanofibrilles de cellulose (CNF). Les pâtes chimiquement modifiées, les CNF fabriquées à partir de pâtes chimiquement modifiées, ainsi que les nanocristaux de cellulose (CNC) extraits à partir de pâtes par une hydrolyse à l'acide sulfurique ou des procédures oxydatives, peuvent contenir divers cations associés aux groupes carboxylate ou phosphate ioniques introduits à la surface durant la production. Lorsque ces pâtes ou nanomatériaux à base de cellulose sont sous forme acide (c'est-à-dire contiennent uniquement des protons en tant que cations), ils ont une teneur très faible en cendres. La teneur en cendres est plus élevée dans les pâtes et les nanomatériaux à base de cellulose contenant des cations métalliques, tels que le sodium ou le calcium, ou des cations organiques, tels que les cations d'ammonium alkylé.

NOTE TEMPO désigne le 2,2,6,6-tétraméthylpipéridine-1-oxyl.

La masse de l'éprouvette doit être d'au moins 1 g sur une base sèche. Pour les nanomatériaux à base de cellulose, en particulier ceux sous la forme d'une suspension diluée, et/ou ceux ayant une très faible teneur en cendres tels que les formes acides de nanomatériaux à base de cellulose, il n'est souvent pas possible de prélever une quantité suffisante d'éprouvette pour donner au moins 10 mg de cendres après incinération. Cela reste acceptable et conforme aux exigences du présent document.

NOTE Une quantité inférieure à 10 mg de cendres peut conduire à une fidélité réduite.

Si le matériau a une masse volumique très faible et/ou a tendance à passer dans l'air (par exemple nanocristaux de cellulose lyophilisés), il peut être compacté (par exemple, par compression manuelle dans le creuset ou utilisation d'un équipement n'introduisant pas de minéraux étrangers dans

l'échantillon) de manière à augmenter la masse volumique apparente pour qu'une quantité suffisante de matériau soit contenue dans les creusets utilisés. Cependant, cela réduit la vitesse d'incinération.

7 Mode opératoire

AVERTISSEMENT — La méthode spécifiée dans le présent document implique l'utilisation de nanomatériaux. Il convient de veiller à garantir l'observation des précautions et lignes directrices appropriées en matière de sécurité et de bonnes pratiques en laboratoire de nanotechnologie.

7.1 Généralités

Le mode opératoire est à effectuer au moins en double. Laisser les éprouvettes humides et les éprouvettes destinées au mesurage de la teneur en humidité ou en matières sèches sécher à l'air et conditionner les autres éprouvettes à l'abri de la poussière dans l'atmosphère ambiante du laboratoire jusqu'à l'obtention d'une humidité constante.

7.2 Mesurage de la teneur en humidité ou en matières sèches

Déterminer la teneur en humidité ou en matières sèches sur l'éprouvette concernée (séchée à l'air) en employant le mode opératoire décrit dans l'ISO 287 ou l'ISO 638, selon le cas. Ne pas utiliser l'éprouvette destinée au mesurage de la teneur en humidité ou en matières sèches pour l'incinération. Peser le creuset contenant l'éprouvette pour le mesurage de la teneur en humidité ou en matières sèches en même temps que le creuset qui contient l'éprouvette (séchée à l'air) utilisée pour l'incinération (voir 7.3).

7.3 Incinération

(standards.iteh.ai)

7.3.1 Généralités

ISO 1762:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/a047a1d6-e554-4d2e-9713-568116261773-2919>

Chauffer le creuset vide (5.1) durant 30 min à 60 min dans le four à moufle (5.2) à 525 °C ± 25 °C. Laisser refroidir à la température ambiante dans le dessiccateur (5.4).

Peser le creuset vide à 0,1 mg près. Ajouter l'éprouvette, puis repeser immédiatement à 0,1 mg près. Pour empêcher les matériaux de faible masse volumique tels que les nanocristaux de cellulose lyophilisés de passer dans l'air durant l'incinération, il est possible de les compacter (augmentation de la masse volumique apparente) tel que décrit en 6.3.

Placer le creuset contenant l'éprouvette dans le four à la température ambiante et amener graduellement la température à 525 °C (à raison d'environ 200 °C/h) afin de brûler l'échantillon, en évitant la formation de flammes et en s'assurant qu'aucune matière n'est perdue sous la forme de particules volantes.

7.3.2 Incinération des papiers, cartons et pâtes

Maintenir la température d'incinération à 525 °C durant au moins 2 h dans le cas d'échantillons de pâte et de carton, et durant au moins 3 h dans le cas d'échantillons de papier. L'éprouvette doit être complètement brûlée, comme en témoigne l'absence de particules noires.

7.3.3 Incinération des nanomatériaux à base de cellulose

Pour les échantillons de nanomatériaux à base de cellulose, maintenir la température d'incinération à 525 °C durant au moins 5 h. Après 5 h à 525 °C, il reste généralement des particules noires dans les échantillons de nanocristaux de cellulose. Il est recommandé d'ajouter plusieurs gouttes d'eau déminéralisée au résidu et d'effectuer une incinération supplémentaire à 525 °C jusqu'à ce qu'il ne reste plus de particules noires.