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

iTeh STANDARD PREVIEW

(standard international)

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

ISO 12830:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0196d7b-31c2-4fb5-98bd-0d854f5b426b/iso-12830-2019>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12830:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0196d7b-31c2-4fb5-98bd-0d854f5b426b/iso-12830-2019>



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
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs et matériaux	3
6 Appareillage et équipement	4
7 Échantillonnage	4
7.1 Considérations générales	4
7.2 Échantillonnage des papiers, cartons et pâtes	5
7.3 Échantillonnage des nanomatériaux à base de cellulose	5
8 Mode opératoire	5
8.1 Généralités	5
8.2 Incinération de l'éprouvette – papier, carton et pâte	5
8.3 Incinération de l'éprouvette – nanomatériaux à base de cellulose	6
8.4 Dissolution du résidu – papier, carton et pâte	6
8.5 Dissolution du résidu – nanomatériaux à base de cellulose	7
9 Solutions d'étalonnage – considérations relatives aux mesures	7
9.1 Généralités	7
9.2 Solutions d'étalonnage pour l'AAS	7
9.3 Solutions d'étalonnage pour l'ICP/ES	8
10 Solution à blanc	8
10.1 Solution à blanc pour l'AAS	8
10.2 Solution à blanc pour l'ICP/ES	8
11 Détermination	8
12 Expression des résultats	9
13 Rapport d'essai	9
Annexe A (informative) Fidélité	11
Bibliographie	20

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 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: <https://www.iso.org/fr/foreword-supplementary-information.html>.

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 12830:2011) qui a fait l'objet d'une révision technique. Les principales modifications apportées à l'édition précédente sont les suivantes:

- Le domaine d'application a été modifié pour inclure les nanomatériaux à base de cellulose en plus des papiers, cartons et pâtes;
- Une définition des nanomatériaux à base de cellulose a été incorporée, conjointement avec des instructions supplémentaires pour l'échantillonnage, la préparation de l'échantillon, l'incinération et la dissolution des nanomatériaux à base de cellulose;
- Des instructions supplémentaires sont données à propos de la manière d'exprimer les résultats lorsqu'un élément n'est pas détecté.

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.

Introduction

Le présent document regroupe les déterminations de la partie soluble dans l'acide du magnésium (Mg), du calcium (Ca), du manganèse (Mn), du fer (Fe), du cuivre (Cu), du sodium (Na) et du potassium (K) dans un seul document. Le domaine d'application du présent document ne couvre que la partie soluble dans l'acide de ces éléments.

L'ISO 17812^[1] spécifie le mode opératoire de détermination de la teneur en magnésium total, calcium total, manganèse total, fer total et cuivre total par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) ou par spectrométrie d'émission plasma à couplage inductif (ICP/ES).

Dans le contexte du présent document, «nanomatériau à base de cellulose» désigne spécifiquement des nano-objets à base de cellulose (voir 3.1 à 3.3). 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12830:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0196d7b-31c2-4fb5-98bd-0d854f5b426b/iso-12830-2019>

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 12830:2019

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0196d7b-31c2-4fb5-98bd-0d854f5b426b/iso-12830-2019>

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

AVERTISSEMENT — La méthode spécifiée dans le présent document 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.

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.

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie le mode opératoire pour la détermination de la teneur en magnésium, calcium, manganèse, fer, cuivre, sodium et potassium soluble dans l'acide, par spectrométrie d'absorption atomique (AAS) ou par spectrométrie d'émission plasma à couplage inductif (ICP/ES). 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 ou l'acide nitrique. Au cas où le résidu est totalement soluble, le résultat obtenu par le mode opératoire spécifié dans le présent document est une mesure de la quantité totale de chaque élément présent dans l'échantillon.

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/f0196d7b-31c2-4fb5-98bd-0a5745b29938/iso-12830-2019>

Le présent document s'applique à tous les types de papiers, cartons, pâtes et nanomatériaux à base de cellulose.

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

2 Références normatives

Les documents suivants sont cités en référence de manière normative, en intégralité ou en partie, dans le présent document et sont indispensables pour son application. 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 degrés C*

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

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/>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1 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 (3.4)

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.]

3.2 nano-objet
portion discrète de matériau dont une, deux ou trois dimensions externes sont à l'échelle nanométrique (3.4)

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]

3.3 nano-objet à base de cellulose
nano-objet (3.2) principalement composé de cellulose

[SOURCE: ISO/TS 20477:2017, 3.3.2]

3.4 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

Une éprouvette est incinérée à 525 °C et le résidu est dissous dans de l'acide chlorhydrique ou de l'acide nitrique. La concentration de chaque élément de la solution d'essai est ensuite déterminée par AAS ou ICP/ES. Des techniques utilisant d'autres types d'instrumentation, tels que la spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP/MS), peuvent également être utilisés, à condition qu'ils présentent au moins le même niveau de fidélité que l'AAS ou l'ICP/ES, et qu'ils aient été correctement validés. Par ailleurs, l'utilisation de tels instruments doit être consignée dans les rapports.

5 Réactifs et matériaux

5.1 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 ou meilleure conformément à l'ISO 3696.

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

5.3 Acide nitrique (HNO₃), concentré (masse volumique 1,4 g/ml), qualité métaux en trace.

5.4 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 (5.2) et diluer en complétant à 1 000 ml avec de l'eau.

Cette solution de chlorure de lanthane est utilisée pour éliminer les interférences chimiques lors de la détermination du calcium et du magnésium dans une flamme air/acétylène. L'utilisation de la solution n'est pas exigée avec la flamme d'hémioxyde d'azote/acétylène ou avec la technique ICP/ES.

5.5 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.

Cette solution de chlorure de césium est utilisée pour éliminer l'ionisation du sodium et du potassium dans une flamme d'air/acétylène. Elle est aussi utilisée pour éliminer l'ionisation du calcium dans une flamme d'hémioxyde d'azote/acétylène. Cette solution n'est pas exigée lors de l'utilisation de la technique ICP/ES.

5.6 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:

5.6.1 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 (5.3) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

5.6.2 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 (5.3) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

5.6.3 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 (5.3) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

5.6.4 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 (5.2) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

5.6.5 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 (5.3) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

5.6.6 Sodium, solution étalon à 1 000 mg/l. Faire brûler une portion 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.

5.6.7 Potassium, solution étalon à 1 000 mg/l. Faire brûler une portion 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.

5.7 Gaz acétylène et/ou **gaz d'oxyde d'azote**, de qualité appropriée pour l'AAS. L'hémioxyde d'azote n'est utilisé que lors de la mesure du calcium.

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

5.8 Gaz vecteur, gaz approprié au spectromètre d'émission plasma à couplage inductif. L'argon est généralement recommandé comme gaz vecteur.

6 Appareillage et équipement

6.1 Généralités

Un équipement ordinaire de laboratoire est utilisé. Tous les éléments en verre ou en plastique doivent être nettoyés soigneusement et rincés avec de l'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l ou de l'acide nitrique à 10 %, suivi d'eau de qualité analytique, avant d'être utilisés.

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

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

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

6.5 Balance, d'une capacité de 100 g, à graduation (lisibilité) au moins tous les 0,1 mg.

6.6 Spectromètre d'absorption atomique, équipé de brûleurs d'air/acétylène et d'hémioxyde d'azote/acétylène, avec des lampes à cathode creusée pour le Mg, Ca, Mn, Fe, Cu, Na et K. Des lampes multi-éléments peuvent aussi être utilisées.

6.7 Spectromètre d'émission à plasma à couplage inductif.

6.8 Gants de protection jetables.

7 Échantillonnage

7.1 Considérations générales

Si l'analyse a pour but d'évaluer un lot de papiers, cartons, pâtes ou nanomatériaux à base de cellulose, l'échantillon doit être choisi conformément à l'ISO 186 ou à l'ISO 7213, selon le cas. Si l'analyse est effectuée sur un autre type d'échantillon, noter la source de l'échantillon et, si possible, la méthode d'échantillonnage. Choisir le matériau à soumettre à l'essai de sorte qu'il soit représentatif de l'échantillon reçu. Une quantité suffisante de matériau doit être prélevée sur l'échantillon 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 (6.8) doivent être portés lors de la manipulation des échantillons, afin d'éviter toute contamination.

Comme le fer a tendance à présenter une distribution non homogène, il est recommandé d'utiliser un échantillon composite.

7.2 Échantillonnage des papiers, cartons et pâtes

Dans le cas des papiers, cartons et pâtes, déchirer et extraire 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 8](#).

7.3 Échantillonnage des nanomatériaux à base de cellulose

Dans certains cas, il peut être impossible en pratique d'obtenir de grandes quantités de matériau solide à partir d'un échantillon de nanomatériau à base de cellulose. Dans le cas des nanomatériaux à base de cellulose solides, déchirer ou extraire une quantité de matériau suffisante pour des déterminations en double tel que décrit dans l'[Article 8](#), sous la forme de petits morceaux, d'une poudre sèche ou de paillettes pris à différents endroits de l'échantillon. Si l'échantillon est sous la forme d'une suspension aqueuse, extraire une quantité de matériau suffisante pour des déterminations en double tel que décrit dans l'[Article 8](#) (calculée comme anhydre, c'est-à-dire exempte d'eau et d'humidité) à différents endroits de la suspension aqueuse, et sécher pour obtenir un échantillon pré-séché sous la forme de paillettes, de poudre ou autre solide, qui doit être mélangé jusqu'à devenir homogène, après quoi l'éprouvette doit être obtenue à partir de l'échantillon pré-séché. 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.

8 Mode opératoire

8.1 Généralités **iTeh STANDARD PREVIEW**

Bien que le procédé d'incinération à l'état sec suivi d'un traitement acide soit décrit dans le présent document, d'autres méthodes de dissolution comme l'incinération à l'état humide ou la minéralisation 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 minéralisation par micro-ondes avec de l'acide nitrique donnera des résultats moins élevés pour le magnésium et pour certains autres éléments.

8.2 Incinération de l'éprouvette – papier, carton et pâte

Effectuer le mode opératoire en double.

Sécher à l'air les éprouvettes et les éprouvettes de matières sèches dans l'atmosphère du laboratoire jusqu'à ce qu'elles atteignent l'équilibre en humidité.

Déterminer la teneur en matières sèches sur l'échantillon pour teneur en matière sèche, tel que spécifié dans l'ISO 638. Peser cette éprouvette en même temps que l'éprouvette utilisée pour l'incinération.

Pour la détermination des éléments majeurs, comprenant le magnésium, le calcium, le sodium et le potassium, une éprouvette de 1 g à 2 g (calculée comme anhydre) est recommandée. Pour les éléments mineurs, comprenant le manganèse, le fer et le cuivre, des éprouvettes de 5 g à 10 g sont recommandées. Si des niveaux traces d'éléments sont nécessaires, il est recommandé d'utiliser des éprouvettes d'une masse supérieure à 10 g.

Effectuer l'incinération de l'éprouvette conformément à l'ISO 1762.

Afin d'éviter la formation de flammes, recouvrir le creuset d'un couvercle. Il convient que celui-ci ne recouvre que partiellement le creuset pour éviter l'apparition de conditions réductrices dans le creuset, 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.

Si, pour une raison quelconque, l'éprouvette ayant la masse minimale ne peut pas tenir dans le creuset, l'échantillon minéralisé peut être reconstitué à un volume final inférieur (voir [8.4](#)).