
**Papier, carton et pâte —
Détermination des sulfates solubles
dans l'eau**

Paper, board and pulp — Determination of water-soluble sulfates

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9198:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fb449b6-3a60-41a8-b8c1-896c3e79b251/iso-9198-2020>



iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 9198:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fb449b6-3a60-41a8-b8c1-896c3e79b251/iso-9198-2020>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2020

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
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	1
5 Réactifs	1
6 Appareillage	2
7 Prélèvement et préparation de l'échantillon	2
8 Mode opératoire	2
9 Calcul	3
10 Fidélité	4
11 Rapport d'essai	4

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 9198:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fb449b6-3a60-41a8-b8c1-896c3e79b251/iso-9198-2020>

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: www.iso.org/iso/fr/avant-propos.html.

Le présent document a été élaboré par le Comité technique ISO/TC 6, *Papier, carton et pâtes*.

Cette troisième édition annule et remplace la deuxième édition (ISO 9198:2001) qui a fait l'objet d'une révision technique. Par rapport à l'édition précédente, les principales modifications sont les suivantes:

- en 6.4, ajout de la possibilité de filtrer la suspension à travers un papier filtre de porosité moyenne avant de prélever une partie aliquote au moyen d'une seringue.

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/members.html.

Papier, carton et pâte — Détermination des sulfates solubles dans l'eau

1 Domaine d'application

Le présent document spécifie une méthode de détermination des sulfates solubles dans l'eau contenus dans tous les types de pâte, papier et carton. La limite inférieure de la méthode est de 20 mg d'ions sulfate par kilogramme d'échantillon sec.

2 Références normatives

Les documents suivants sont référencés dans le texte de sorte qu'une partie ou la totalité de leur contenu constitue les 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*

ISO 9198:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fb449b6-3a60-41a8-b8c1-896c3e79b251/iso-9198-2020>

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:

- ISO Online browsing platform: disponible à l'adresse <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: disponible à l'adresse <http://www.electropedia.org/>

3.1

sulfates solubles dans l'eau

dans la pâte, le papier ou le carton, quantité d'ions sulfate extraite avec de l'eau à 23 °C et déterminée dans les conditions prescrites

4 Principe

Des morceaux de l'échantillon sont extraits avec de l'eau à 23 °C, dans un désintégrateur. Une partie aliquote de la suspension obtenue est utilisée pour déterminer la concentration d'ions sulfate, selon la méthode de chromatographie par échange d'ions.

5 Réactifs

Utiliser uniquement des réactifs de qualité analytique reconnue et de l'eau telle que spécifiée en 5.1.

5.1 Eau distillée ou eau désionisée, ayant une conductivité inférieure à 0,1 mS/m à 25 °C.

5.2 Solution mère de sulfate, $r(\text{SO}_4^{-2}) = 1\,000\text{ mg/l}$.

Faire sécher une portion de sulfate de potassium (K_2SO_4) à 140 °C. En transférer 181,5 mg $\pm$ 2 mg dans une fiole jaugée de 100 ml, dissoudre le sel et compléter au trait avec de l'eau (5.1).

Il est également possible d'utiliser des solutions étalons disponibles dans le commerce.

5.3 Solution intermédiaire de sulfate

Diluer la solution mère de sulfate (5.2) dans l'eau (5.1) afin d'obtenir une concentration d'ions sulfate de $r(\text{SO}_4^{-2}) = 10\text{ mg/l}$, par exemple. Ne pas utiliser de solutions intermédiaires de sulfate de plus d'une semaine.

5.4 Autres solutions, spécifiées dans la notice d'utilisation du chromatographe par échange d'ions.

6 Appareillage

6.1 Désintégrateur par voie humide, mélangeur ultra-rapide pouvant désintégrer complètement l'échantillon.

6.2 Chromatographe par échange d'ions, doté d'une pompe, d'une boucle d'injection de volume connu, d'un système de colonnes se prêtant à la détermination des sulfates, et d'un détecteur de conductivité.

6.3 Seringue, de qualité appropriée à la chromatographie par échange d'ions, d'une capacité de 5 ml et munie d'un filtre ayant des pores d'un diamètre d'environ 0,2 μm .

6.4 Passe-thé ou dispositif similaire à mailles fines, en acier inoxydable, à même d'empêcher les fibres d'obturer la seringue. Il est également possible de filtrer la suspension à travers un papier filtre de porosité moyenne avant de prélever une partie aliquote au moyen de la seringue.

7 Prélèvement et préparation de l'échantillon

La méthode d'échantillonnage varie selon les circonstances. Si l'analyse vise à évaluer un lot ou une expédition de pâte, papier ou carton, prélever l'échantillon conformément à l'ISO 7213 ou l'ISO 186, selon le cas. Si l'analyse porte sur un autre type d'échantillon, en noter la provenance et, si possible, consigner la méthode d'échantillonnage.

Comme la quantité d'ions sulfate dans l'échantillon peut être très faible, prendre toutes les précautions possibles pour éviter de contaminer l'échantillon durant l'échantillonnage. Porter des gants propres en tout temps pendant les manipulations de l'échantillon.

Protéger l'échantillon jusqu'à l'essai en l'emballant dans des feuilles d'aluminium ou des sacs en plastique.

Prélever une portion représentative de l'échantillon reçu.

8 Mode opératoire

Effectuer l'essai en double. Un essai à blanc doit également être effectué pour toute la procédure.

Peser, à 0,01 g près, une prise d'essai d'environ 2 g à 5 g. Séparer les cartons épais et les feuilles de pâte en fragments plus minces afin de faciliter le trempage.

Il convient de choisir la taille de la prise d'essai de façon que la concentration d'ions sulfate de l'extrait se situe à l'intérieur de la fourchette optimale du chromatographe par échange d'ions.

En même temps, déterminer la teneur en matières sèches d'une prise d'essai distincte conformément à l'ISO 287 ou l'ISO 638, selon le cas.

Transférer la prise d'essai pesée dans le désintégrateur (6.1) et ajouter 250 ml ± 2 ml d'eau (5.1) à 23 °C ± 2 °C. La désintégrer jusqu'à désintégration complète, mais pas plus. Après la désintégration, la laisser tremper durant environ 2 h.

À l'aide de la seringue (6.3), prélever une partie aliquote pour l'analyse de la suspension. Si la suspension contient des fibres ou des amas de fibres, utiliser le passe-thé ou un dispositif similaire (6.4) pour empêcher la matière fibreuse d'obstruer la seringue. Placer le dispositif sur les fibres et retirer la partie aliquote de la solution au-dessus du dispositif. Il est essentiel que la partie aliquote soit exempte de matières en suspension.

Comme le fonctionnement du chromatographe par échange d'ions (6.2) varie d'un modèle à l'autre, des directives détaillées ne sauraient être données dans le présent document. Utiliser l'appareil suivant les directives du fabricant.

Pour l'étalonnage, utiliser la solution intermédiaire de sulfate (5.3) pour préparer une série de cinq solutions d'étalonnage, représentant environ dix pourcentages de concentration (par exemple, de 1 mg/l à 10 mg/l).

Passer les solutions d'étalonnage et la solution échantillon (la partie aliquote) dans le chromatographe en suivant les directives du fabricant.

Tracer les lectures obtenues pour les solutions d'étalonnage en fonction de leur concentration en ions sulfate. Il convient que les cinq points représentant les solutions d'étalonnage forment une ligne droite. Dans le cas contraire, répéter l'étalonnage avec une autre série de solutions d'étalonnage moins concentrées. Toutefois, s'assurer que le domaine de concentration des solutions d'étalonnage encadre toujours la concentration en sulfates de la partie aliquote.

Vérifier l'étalonnage tous les jours et chaque fois qu'une nouvelle série de solutions d'étalonnage est préparée.

Lire la concentration maximale de sulfate de l'extrait (la partie aliquote). Sur la courbe d'étalonnage, lire la concentration en ions sulfate de l'extrait, r , et de la solution d'essai à blanc, r_0 .

9 Calcul

Calculer la fraction massique de sulfates solubles dans l'eau contenus dans l'échantillon, à l'aide de la formule suivante:

$$\omega = 100 \frac{(\rho - \rho_0)V}{m\omega_d}$$

où

- ω est la fraction massique d'ions sulfate de l'échantillon, en milligrammes par kilogramme;
- ρ est la concentration en ions sulfate de l'extrait filtré, en milligrammes par litre;
- ρ_0 est la concentration en ions sulfate de la solution d'essai à blanc, en milligrammes par litre;
- V est le volume d'eau (5.1) utilisé pour la désintégration (le volume spécifié est de 250 ml);
- m est la masse de l'échantillon prélevé, en grammes;
- ω_d est la teneur en matières sèches de l'échantillon, exprimée en pourcentage.

Calculer la moyenne et noter les résultats à 10 mg/kg. Noter les valeurs en deçà de 20 mg/kg comme étant «inférieures à 20 mg/kg».

10 Fidélité

Cinq échantillons de pâte et de papier ont été extraits à plusieurs reprises dans un laboratoire. À partir de chaque extrait, deux parties aliquotes ont été analysées. Les résultats sont présentés dans le [Tableau 1](#).

Tableau 1 — Résultats de l'analyse répétée de cinq échantillons, en mg/kg

	Pâte blanchie, résineux	Papier pour emballage écru	Papier écriture	Pâte blanchie, feuillus	Papier (40 g/m ²)
1^{re} extraction	36,5	65,5	155,0	335,5	840
	37,0	68,2	155,3	336,0	833
2^e extraction	38,2	60,8	153,3	323,2	824
	38,4	61,1	154,3	320,0	830
3^e extraction	36,9	69,6	—	—	—
	37,8	67,1	—	—	—
Moyenne	37,5	65,4	154,5	328,7	832,0
Coefficient de variation (% de toutes les valeurs)	2,1	5,6	0,9	2,5	6,3

ISO 9198:2020

11 Rapport d'essai

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fb449b6-3a60-41a8-b8c1-896c3e79b251/iso-9198-2020>

Le rapport d'essai doit comprendre les informations suivantes:

- une référence au présent document, à savoir ISO 9198:2020;
- la date et le lieu des essais;
- 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 toute autre circonstance susceptible d'avoir eu une incidence sur le résultat.

iTeh STANDARD PREVIEW **(standards.iteh.ai)**

ISO 9198:2020

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/3fb449b6-3a60-41a8-b8c1-896c3e79b251/iso-9198-2020>