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

**Partie 2:
Extraction à chaud**

iTeh STANDARD PREVIEW
*Paper, board and pulps — Determination of pH of aqueous extracts —
Part 2: Hot extraction*
(standards.iteh.ai)

ISO 6588-2:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62712b04-e352-4acd-859e-8877791ac730/iso-6588-2-2021>



iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6588-2:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62712b04-e352-4acd-859e-8877791ac730/iso-6588-2-2021>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2021

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
Introduction	v
1 Domaine d'application	1
2 Références normatives	1
3 Termes et définitions	1
4 Principe	2
5 Réactifs	2
6 Appareillage et équipement	2
7 Échantillonnage et préparation de l'échantillon	2
7.1 Échantillonnage	2
7.2 Préparation de l'échantillon	2
8 Mode opératoire	3
8.1 Généralités	3
8.2 Pesée	3
8.3 Extraction	3
8.4 Détermination du pH	3
9 Calcul	3
10 Rapport d'essai	4
Annexe A (informative) Préparation de solutions tampons étalons	5
Annexe B (informative) Fidélité	6
Bibliographie	8

ITeH STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6588-2:2021

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62712b04-e352-4acd-859e-8877791ac730/iso-6588-2-2021>

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 www.iso.org/avant-propos.

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 6588-2:2020), dont elle constitue une révision mineure. Les modifications sont les suivantes:

- une référence incorrecte en 7.1 a été supprimée.

Une liste de toutes les parties de la série ISO 6588 se trouve sur le site web de l'ISO.

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

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^{[6], [7]}.

Si un échantillon de fibres d'une pâte relativement propre, par exemple une pâte blanchie et séchée, est dilué dans de l'eau désionisée, le résultat sera une suspension de pâte de très faible concentration ionique. Dans un tel système, la plupart des cations présents, ainsi que 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.

Sur la base de ce qui précède, deux normes ISO, le présent document et l'ISO 29681 sont disponibles pour la détermination du pH des extraits aqueux à chaud de papier, de carton ou de pâtes. Dans l'ISO 29681, une solution saline est ajoutée avant l'extraction; toutefois, dans le présent document, l'extraction est réalisée avec de l'eau distillée ou désionisée. L'ISO 29681 s'applique spécifiquement aux pâtes blanchies à partir de fibres vierges et aux échantillons de pâtes de faible concentration ionique dont les conditions de pH lors du procédé industriel conduiront à des résultats plus réalistes que ceux obtenus avec le présent document.

Il est nécessaire d'avoir conscience du fait que les résultats obtenus en mesurant le pH conformément au présent document 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 6588-1 diffère du présent document en matière de 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.

Il convient de noter que dans le présent document, l'ajout d'une solution saline est effectué après extraction et filtration uniquement dans le but d'obtenir une mesure plus stable et exacte du pH.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6588-2:2021](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62712b04-e352-4acd-859e-8877791ac730/iso-6588-2-2021)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62712b04-e352-4acd-859e-8877791ac730/iso-6588-2-2021>

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

Partie 2: Extraction à chaud

1 Domaine d'application

Le présent document 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 chaude.

Le présent document 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 ce document, l'extraction est effectuée avec de l'eau distillée ou désionisée, le pH mesuré peut parfois être différent (par exemple une pâte hautement blanchie) de celui mesuré dans les conditions mises en œuvre pendant le procédé industriel lors duquel différents types d'eaux de process sont utilisés, comme de l'eau de rivière traitée chimiquement contenant des électrolytes. Dans de tels cas, l'ISO 29681 peut être préférée car, étant spécialement conçue pour les pâtes blanchies issues de fibres vierges et pour les échantillons de pâte à faible concentration ionique, elle produit des valeurs de pH plus réalistes que le présent document. Pour les papiers cellulosiques à usages électriques, la méthode indiquée dans la norme IEC 60554-2 [5] peut être utilisée.

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 7213, *Pâtes — Échantillonnage pour essais*

3 Termes et définitions

Aucun terme n'est défini dans le présent document.

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 <https://www.electropedia.org/>

4 Principe

Extraction d'un échantillon de 2 g pendant 1 h avec 100 ml d'eau bouillante 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.

5 Réactifs

5.1 Eau, distillée ou désionisée, 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.

5.2 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.

5.3 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.

6 Appareillage et équipement

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

6.1 Verrerie, constituée de verre résistant aux produits chimiques, fioles à joints en verre dépoli, bouchons, béchers, réfrigérant à reflux 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 ([5.1](#)) et séchée avant usage.

6.2 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.

7 Échantillonnage et préparation de l'échantillon

7.1 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 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.

7.2 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 au moyen d'un couteau ou d'une lame propre ou déchirer l'échantillon en morceaux d'environ 1 cm². Séparer dans l'épaisseur les échantillons en carton épais.

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

8 Mode opératoire

8.1 Généralités

Réaliser deux fois le mode opératoire.

8.2 Pesée

Peser $2,0 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ d'un échantillon séché à l'air.

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.

8.3 Extraction

Ajouter 100 ml d'eau (5.1) dans une fiole de 250 ml (6.1) et porter à ébullition. Ajouter l'échantillon pesé, fixer le réfrigérant à reflux (6.1) s'ajustant à la fiole et laisser bouillir doucement pendant $1 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$ sur un appareil électrique chauffant.

Refroidir la fiole rapidement jusqu'à une température comprise entre $20 \text{ }^\circ\text{C}$ et $25 \text{ }^\circ\text{C}$ avec le réfrigérant à reflux en place. Filtrer l'extrait dans un petit bécher (6.1), sur un filtre en verre fritté de porosité grossière. Ajouter immédiatement 2 ml de la solution de chlorure de potassium (5.3) et poursuivre le mesurage.

8.4 Détermination du pH

Utiliser le pH-mètre selon les instructions du fabricant. Laver les électrodes à l'eau (5.1), laisser l'eau s'égoutter des électrodes et ne pas les essuyer. Étalonner le pH-mètre (6.2) à une température comprise entre $20 \text{ }^\circ\text{C}$ et $25 \text{ }^\circ\text{C}$ avec deux solutions tampons (5.2) différentes ayant des pH tels que le pH de l'extrait soit situé dans la plage des pH des solutions tampons. La première solution tampon choisie doit avoir un pH 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 0,2 unité de pH ou plus, après arrondi au dixième (0,1) d'unité de pH le plus proche, indique une électrode défectueuse. De la même façon, une augmentation ou une diminution lente mais continue de la valeur lue dénote une électrode défectueuse.

Après l'étalonnage, rincer les électrodes plusieurs fois à l'eau (5.1) et une fois avec une petite quantité d'extrait. Vérifier que la température de l'extrait est comprise entre $20 \text{ }^\circ\text{C}$ et $25 \text{ }^\circ\text{C}$. 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 (5.1) 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. Il convient que les valeurs lues pour les deux solutions correspondent à la valeur exacte à 0,1 unité de pH près. Sinon, recommencer la procédure décrite dans le présent paragraphe.

9 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.

NOTE Voir l'Annexe B pour les données de fidélité.

10 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit contenir les informations suivantes:

- a) la référence au présent document, c'est-à-dire ISO 6588-2:2021;
- b) la date et le lieu des essais;
- c) toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- d) le résultat, exprimé comme indiqué dans l'[Article 9](#);
- e) tout phénomène inhabituel observé au cours de l'essai;
- f) tout écart par rapport au mode opératoire décrit dans le présent document ou toute autre circonstance susceptible d'avoir eu une incidence sur le résultat.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 6588-2:2021](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/62712b04-e352-4acd-859e-8877791ac730/iso-6588-2-2021>