



**Norme
internationale**

ISO 9795

**Lignines — Détermination de la
teneur en matières inorganiques
dans la lignine kraft, la lignine
soude et la lignine d'hydrolyse**

*Lignins — Determination of inorganics content in kraft lignin,
soda lignin and hydrolysis lignin*

**Première édition
2023-12**

ISO Standards
(<https://standards.itech.ai>)
Document Preview

[ISO 9795:2023](https://standards.itech.ai/catalog/standards/iso/279d1d52-5bf9-4bcb-9610-27556cdefe32/iso-9795-2023)

<https://standards.itech.ai/catalog/standards/iso/279d1d52-5bf9-4bcb-9610-27556cdefe32/iso-9795-2023>

iTeh Standards
(<https://standards.iteh.ai>)
Document Preview

ISO 9795:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/279d1d52-5bf9-4bcb-9610-27556cdefe32/iso-9795-2023>



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2023

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	3
6 Appareillage	3
7 Échantillonnage	4
8 Mode opératoire	4
8.1 Vue d'ensemble	4
8.2 Généralités	5
8.3 Mesurage de la teneur en matières sèches	5
8.4 Incinération	5
9 Détermination de la teneur en matières inorganiques	6
9.1 Généralités	6
9.2 Dissolution du résidu	6
9.3 Préparation des solutions d'étalonnage	6
9.4 Solution à blanc	6
9.5 Détermination	6
10 Expression des résultats	7
10.1 Teneur en matières inorganiques de la lignine kraft (forme acide), de la lignine soude et de la lignine d'hydrolyse	7
10.2 Teneur en matières inorganiques de la lignine kraft sous forme basique	8
11 Fidélité	8
12 Rapport d'essai	8
Annexe A (informative) Fidélité	9
Bibliographie	12

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'ISO attire l'attention sur le fait que la mise en application du présent document peut entraîner l'utilisation d'un ou de plusieurs brevets. L'ISO ne prend pas position quant à la preuve, à la validité et à l'applicabilité de tout droit de brevet revendiqué à cet égard. À la date de publication du présent document, l'ISO n'avait pas reçu notification qu'un ou plusieurs brevets pouvaient être nécessaires à sa mise en application. Toutefois, il y a lieu d'avertir les responsables de la mise en application du présent document que des informations plus récentes sont susceptibles de figurer dans la base de données de brevets, disponible à l'adresse www.iso.org/brevets. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié tout ou partie de tels droits de brevet.

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, *Papiers, cartons et pâtes*.

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 décrit des méthodes pour la détermination de la teneur totale en matières inorganiques de la lignine kraft, de la lignine soude et de la lignine obtenue par hydrolyse de la biomasse.

La teneur en matières inorganiques des lignines revêt une grande importance pour plusieurs applications de la lignine en remplacement des matières brutes d'origine fossile, telles que les combustibles solides, les résines phénoliques, les mousses de polyuréthane, les thermoplastiques, la fibre de carbone et de nombreux autres matériaux. Par exemple, lorsque la lignine est utilisée comme combustible dans un four à chaux, la teneur en cendres doit être très faible, car elle peut causer des problèmes de pontage et d'étranglement dans le four à chaux.^[5] De même, lorsque la lignine est utilisée comme matière première pour fabriquer des fibres de carbone, il est recommandé que la teneur en cendres soit inférieure à une fraction massique de 0,1 %.^[6] Dans le cas de résines phénoliques de type résole, il convient que la lignine soit sous forme basique (c'est-à-dire qu'elle ait une teneur élevée en matières inorganiques), car le processus de fabrication de ces résines est réalisé à un pH alcalin^[7].

Pour la lignine kraft sous forme acide, la lignine soude et la lignine d'hydrolyse, la teneur en cendres déterminée à 525 °C est une bonne approximation de la teneur totale en matières inorganiques des échantillons. Cependant, pour la lignine kraft sous forme basique, la teneur en cendres surestime largement – d'un facteur de 2 à 3 – la teneur en matières inorganiques de la lignine. Cela est en grande partie dû au fait que, lors de la combustion, le sodium et d'autres métaux associés aux groupes acides phénoliques et carboxyliques dans la lignine sont convertis en sulfate de sodium/métal, en nitrate et en particulier en carbonate en fonction du rapport relatif du soufre, de l'azote et du carbone dans la lignine. En d'autres termes, le processus d'incinération conduit à la formation d'espèces chimiques (par exemple sulfate, nitrate, carbonate) qui n'étaient pas présentes dans la lignine elle-même, contribuant ainsi à une surestimation de la teneur en matières inorganiques de la lignine, car presque toutes les matières organiques sont détruites à cette température.

Ce phénomène a été démontré en établissant un bilan massique du sodium pour la lignine kraft sous forme basique. La quantité d'ions sodium nécessaire pour équilibrer les groupes acides phénoliques et carboxyliques a été calculée, sur la base de leurs valeurs de pKa respectives.^[8] Un accord satisfaisant a été trouvé entre le sodium total et le sodium nécessaire pour équilibrer les groupes acides phénoliques et carboxyliques. Cela montre que la majorité du sodium dans la lignine kraft sous forme basique est présent sous forme de sel des groupes acides phénoliques et carboxyliques.

Ainsi, pour la lignine kraft sous forme basique, il vaut mieux déterminer la teneur totale en matières inorganiques à partir d'une analyse du sodium avec d'autres éléments inorganiques majeurs, notamment le calcium, le potassium, le magnésium, le fer, le manganèse et le cuivre. Le niveau des éléments traces comme le zinc, le cadmium et le chrome est considéré comme trop faible pour avoir un impact significatif sur la teneur totale en matières inorganiques.

Pour la lignine kraft sous forme acide, la lignine soude et la lignine d'hydrolyse, la méthode utilisée pour déterminer la teneur en cendres est largement basée sur l'ISO 1762.^[1] Pour la lignine kraft sous forme basique, la méthode utilisée pour déterminer la teneur en éléments inorganiques majeurs est basée sur l'ISO 12830^[2].

Lignines — Détermination de la teneur en matières inorganiques dans la lignine kraft, la lignine soude et la lignine d'hydrolyse

1 Domaine d'application

Cette méthode décrit les modes opératoires à suivre pour la détermination de la teneur en matières inorganiques dans la lignine kraft, la lignine soude et la lignine d'hydrolyse. La méthode est applicable à la lignine isolée par un procédé de trituration kraft, un procédé de trituration à la soude, ou à la lignine obtenue par hydrolyse de la biomasse.

Pour la lignine kraft sous forme acide, la lignine soude et la lignine d'hydrolyse, la teneur en matières inorganiques est déterminée à partir de la teneur en cendres de l'échantillon. Pour la lignine kraft sous forme basique, la teneur en matières inorganiques est déterminée à partir de la somme des teneurs en calcium, magnésium, manganèse, fer, cuivre, sodium et potassium.

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

ISO 6350, *Lignines — Détermination de la teneur en matières sèches — Méthodes par séchage à l'étuve et lyophilisation*

ISO 9795:2023

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/279d1d52-5b19-4bcb-9610-27556cdefe32/iso-9795-2023>

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

3.1

lignines

classe de macromolécules organiques complexes, contenant des sous-unités aromatiques, jouant un rôle clé dans la formation des parois cellulaires du bois et de l'écorce, conférant une résistance mécanique et une rigidité aux parois cellulaires et aux végétaux dans leur ensemble

Note 1 à l'article: La lignine est le principal constituant non glucidique du bois.

3.2

lignine kraft

lignine dépolymérisée et modifiée chimiquement isolée par un procédé de trituration kraft, telle que celle provenant de la liqueur noire kraft

3.3**lignine soude**

lignine dépolymérisée et modifiée chimiquement isolée par un procédé de trituration à la soude, telle que celle provenant de la liqueur de soude

3.4**lignine d'hydrolyse**

lignine produite par conversion de la biomasse, via une hydrolyse enzymatique ou acide, en sucres et en flux de lignine, suivie d'une séparation de la fraction de lignine

3.5**biomasse**

matière biologique issue d'organismes vivants, ou auparavant vivants, tels que le bois, les cultures agricoles et autres matières biodégradables d'origine végétale

3.6**résidu après incinération**

rapport de la masse du résidu restant après incinération d'une éprouvette de lignine à $525\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ à la masse de l'éprouvette séchée à l'étuve avant incinération

3.7**teneur en matières inorganiques**

teneur en éléments chimiques ou composés qui manquent de liaisons carbone-hydrogène

4 Principe

Pour la lignine kraft sous forme acide, la lignine soude et la lignine d'hydrolyse, l'éprouvette est pesée dans un creuset résistant à la chaleur, puis incinérée dans un four à moufle à $525\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$. La teneur 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 matières sèches de l'échantillon. La teneur en cendres représente la teneur totale en matières inorganiques de l'échantillon.

Pour la lignine kraft sous forme basique, l'éprouvette est incinérée à $525\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$, comme décrit pour la lignine kraft sous forme acide. Le résidu après incinération est alors dissous dans de l'acide chlorhydrique à 6 mol/l, et le sodium, le calcium, le potassium, le magnésium, le fer, le manganèse et le cuivre présents dans la solution obtenue sont déterminés par spectrométrie d'émission plasma à couplage inductif (ICP/ES). La teneur en matières inorganiques est estimée à partir de la somme de la teneur de ces sept éléments. Les éléments traces, tels que le zinc, le cadmium et le chrome, ne sont pas inclus, car leurs niveaux sont considérés comme trop faibles pour avoir un impact significatif sur la teneur totale en matières inorganiques.

NOTE 1 D'autres techniques ou des instruments autres que ICP/ES, tels que la spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP/MS) ou la spectrométrie d'absorption atomique (AAS), peuvent également être utilisés, à condition qu'ils aient été correctement validés.

NOTE 2 Seule la forme des métaux soluble dans l'acide est déterminée par cette méthode. Si des métaux insolubles dans l'acide sont également présents, comme ce serait le cas s'ils sont combinés avec des silicates, ils peuvent être déterminés après digestion ou fusion comme décrit dans l'ISO 17812.^[3] Toutefois, dans la plupart des cas, le niveau de silicates est considéré comme trop faible pour avoir un impact significatif sur la teneur totale en matières inorganiques.

NOTE 3 Pour certaines applications de la lignine kraft sous forme acide, de la lignine soude ou de la lignine d'hydrolyse, l'analyse des éléments individuels peut aussi être requise. Dans ces cas, la cendre est dissoute dans de l'acide chlorhydrique ou nitrique et la concentration de chaque élément présent dans la solution obtenue est déterminée, comme spécifié pour la lignine kraft sous forme basique.

5 Réactifs

5.1 Généralités

Tous les produits chimiques doivent être au moins de qualité analytique, sauf indication contraire. L'eau doit être distillée ou déionisée, au moins de qualité 2 conformément à l'ISO 3696.

5.2 Acide chlorhydrique (HCl), environ 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 Solutions étalons mères de chaque élément, des solutions étalons certifiées d'émission atomique disponibles dans le commerce peuvent être utilisées. Les solutions étalons mères peuvent aussi être préparées comme suit:

5.4.1 Magnésium, solution étalon à 1 000 mg/l. Dissoudre 1,000 g de ruban métallique de magnésium dans 100 ml d'une fraction volumique de 25 % d'acide nitrique (5.3) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

5.4.2 Calcium, solution étalon à 1 000 mg/l. Dissoudre 2,497 g d'étalon primaire de carbonate de calcium (CaCO₃) dans une fraction volumique minimale de 25 % d'acide nitrique (5.3) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

5.4.3 Manganèse, solution étalon à 1 000 mg/l. Dissoudre 1,000 g de bande ou de fil métallique de manganèse dans une fraction volumique minimale de 100 % d'acide nitrique (5.3) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

5.4.4 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.

5.4.5 Cuivre, solution étalon à 1 000 mg/l. Dissoudre 1,000 g de bande ou de fil métallique de cuivre dans une fraction volumique minimale de 100 % d'acide nitrique (5.3) et compléter à 1 000 ml avec de l'eau.

5.4.6 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.

5.4.7 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.

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

6 Appareillage

6.1 Étuve, permettant de maintenir la température de l'air à 105 °C ± 2 °C, et convenablement ventilée.

6.2 Creusets résistants 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.

6.3 Four à moufle, pouvant maintenir une température de $525\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$. Il est recommandé de placer le four sous une hotte ou de prévoir des moyens permettant d'évacuer la fumée et les vapeurs.

6.4 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.

6.5 Dessiccateur, utilisant du Drierite^{TM1)} ou un produit desséchant équivalent.

6.6 Spectromètre d'émission à plasma à couplage inductif (ICP/ES), pour la détermination de la teneur en matières inorganiques dans la lignine kraft sous forme basique uniquement et si la détermination des éléments individuels est réalisée sur de la lignine kraft sous forme acide, de la lignine soude ou de la lignine d'hydrolyse.

6.7 Lyophilisateur (uniquement si une lyophilisation est utilisée pour la détermination de la teneur en humidité), généralement disponible avec une réfrigération par condenseur à -80 °C , et pouvant maintenir une pression (vide) d'environ 3,33 Pa (25 mtorr).

7 Échantillonnage

Obtenir un échantillon représentatif de lignine équivalant à environ 2 g à 3 g sur une base séchée à l'air. Consigner dans le rapport l'origine de l'échantillon et le mode opératoire d'échantillonnage. Par exemple, dans le cas d'échantillons de lignine kraft, il faut consigner dans le rapport s'ils ont été recueillis sous leur forme basique ou après un lavage à l'acide, ou à leur sortie de la presse, s'ils ont été partiellement séchés, s'ils ont subi un séchage flash ou autre.

Si l'échantillon n'est pas analysé immédiatement après son prélèvement, il doit être conservé dans un récipient étanche ou dans un sac en polyéthylène pouvant être fermé. S'il est nécessaire de conserver les échantillons pendant plus de 2 ou 3 jours, ils doivent être conservés dans un réfrigérateur ou une chambre froide à $5\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$ avant utilisation. Les échantillons doivent être ramenés à la température ambiante avant d'ouvrir le récipient ou le sac.

NOTE De plus grandes quantités d'échantillon sont recommandées si l'analyse d'éléments mineurs, tels que le manganèse, le fer ou le cuivre, est requise.

8 Mode opératoire

8.1 Vue d'ensemble

[8.2](#) à [8.4](#) s'appliquent à tous les types de lignines. Pour la lignine kraft sous forme acide, la lignine soude et la lignine d'hydrolyse, la teneur en matières inorganiques est déterminée par mesurage du résidu après incinération, comme décrit en [8.4.2](#) et [10.1](#). Toutefois, pour la lignine kraft sous forme basique, la teneur en

1) Le DrieriteTM est un exemple de produit adapté disponible dans le commerce. Cette information est donnée par souci de commodité à l'intention des utilisateurs du présent document et ne saurait constituer un engagement de l'ISO à l'égard de ce produit.