
**Papiers, cartons et pâtes —
Détermination du manganèse soluble
dans l'acide**

Paper, board and pulps — Determination of acid-soluble manganese

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1830:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa619283-7976-4f84-8e34-b684d76b0743/iso-1830-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa619283-7976-4f84-8e34-b684d76b0743/iso-1830-2005>



PDF – Exonération de responsabilité

Le présent fichier PDF peut contenir des polices de caractères intégrées. Conformément aux conditions de licence d'Adobe, ce fichier peut être imprimé ou visualisé, mais ne doit pas être modifié à moins que l'ordinateur employé à cet effet ne bénéficie d'une licence autorisant l'utilisation de ces polices et que celles-ci y soient installées. Lors du téléchargement de ce fichier, les parties concernées acceptent de fait la responsabilité de ne pas enfreindre les conditions de licence d'Adobe. Le Secrétariat central de l'ISO décline toute responsabilité en la matière.

Adobe est une marque déposée d'Adobe Systems Incorporated.

Les détails relatifs aux produits logiciels utilisés pour la création du présent fichier PDF sont disponibles dans la rubrique General Info du fichier; les paramètres de création PDF ont été optimisés pour l'impression. Toutes les mesures ont été prises pour garantir l'exploitation de ce fichier par les comités membres de l'ISO. Dans le cas peu probable où surviendrait un problème d'utilisation, veuillez en informer le Secrétariat central à l'adresse donnée ci-dessous.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1830:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa619283-7976-4f84-8e34-b684d76b0743/iso-1830-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa619283-7976-4f84-8e34-b684d76b0743/iso-1830-2005>

© ISO 2005

Droits de reproduction réservés. Sauf prescription différente, 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 et les microfilms, sans l'accord écrit de l'ISO à l'adresse ci-après ou du comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 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 Réactifs et matières | 2 |
| 6 Appareillage et équipement | 2 |
| 7 Prélèvement et préparation de l'échantillon | 3 |
| 8 Mode opératoire | 3 |
| 8.1 Incinération et dissolution du résidu | 3 |
| 8.2 Essai à blanc | 4 |
| 9 Préparation des solutions d'étalonnage | 4 |
| 10 Détermination | 4 |
| 11 Calculs | 4 |
| 12 Fidélité | 5 |
| 12.1 Répétabilité | 5 |
| 12.2 Reproductibilité | 5 |
| 13 Rapport d'essai | 5 |
| Bibliographie | 6 |

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 (CEI) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les Normes internationales sont rédigées conformément aux règles données dans les Directives ISO/CEI, Partie 2.

La tâche principale des comités techniques est d'élaborer les Normes internationales. Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour vote. Leur publication comme Normes internationales requiert l'approbation de 75 % au moins des comités membres votants.

L'attention est appelée 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.

L'ISO 1830 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*.

Cette deuxième édition annule et remplace la première édition (ISO 1830:1982), qui comprenait la méthode photométrique ainsi que la procédure basée sur la spectrométrie d'absorption atomique de flamme. La méthode photométrique a été éliminée, puisqu'elle est maintenant rarement utilisée. Le domaine d'application a été élargi pour inclure le papier et le carton, en plus des pâtes.

L'ISO 1830 a été harmonisée avec l'ISO 777^[1], l'ISO 778^[2] et l'ISO 779^[3] afin de permettre la détermination de la teneur finale des quatre éléments d'une même solution.

Papiers, cartons et pâtes — Détermination du manganèse soluble dans l'acide

AVERTISSEMENT — La méthode spécifiée dans la présente Norme internationale prévoit l'emploi de produits chimiques dangereux et de gaz qui peuvent former des mélanges explosifs avec l'air. Il convient de s'assurer que les mesures appropriées de sécurité ont été prises.

1 Domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie la procédure pour la détermination de la teneur en manganèse soluble dans l'acide par spectrométrie d'absorption atomique de flamme ou par spectroscopie d'émission de plasma.

Elle est applicable à toutes les sortes de papiers, cartons et pâtes.

La présente Norme internationale spécifie une méthode pour la détermination du manganèse dans la partie soluble dans l'acide du résidu d'incinération, c'est-à-dire la partie du résidu restant après l'incinération qui est soluble dans l'acide chlorhydrique. Dans le cas où le résidu est complètement soluble, le résultat obtenu par la procédure spécifiée dans la présente Norme Internationale est une mesure de la quantité totale de manganèse dans l'échantillon.

[ISO 1830:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa619283-7976-4f84-8e34-b684d76b0743/iso-1830-2005)

2 Références normatives

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa619283-7976-4f84-8e34-b684d76b0743/iso-1830-2005>

Les documents de référence suivants sont indispensables pour l'application 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 l'humidité — Méthode par séchage à l'étuve*

ISO 638, *Pâtes — Détermination de la teneur en matières sèches*

ISO 1762, *Papier, carton et pâtes — Détermination du résidu (cendres) après incinération à 525 °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.

3.1

fraction massique de manganèse

quantité de l'élément manganèse, exprimé en milligrammes par kilogramme d'échantillon anhydre, dans la solution obtenue après incinération de l'éprouvette à 525 °C et traitement du résidu avec de l'acide chlorhydrique à 6 mol/l

4 Principe

Une prise d'essai est incinérée à 525 °C et le résidu est traité avec de l'acide chlorhydrique à 6 mol/l. La solution d'essai est aspirée dans une flamme d'acétylène/monoxyde de diazote ou une flamme d'acétylène/air, et la fraction massique de manganèse est déterminée par l'un des deux procédés suivants:

- mesure de l'absorption de la ligne 279,5 nm émise par une lampe à cathode creuse au manganèse, ou
- mesure de l'absorption de la ligne de 257,6 nm émise par un spectromètre à émission de plasma.

5 Réactifs et matières

N'utiliser que des produits chimiques de qualité analytique reconnue.

5.1 Eau, de l'eau distillée ou déionisée doit être utilisée tout au long de l'essai. La conductivité de l'eau ne doit pas dépasser 0,1 mS/m, après ébullition pendant 1 h et refroidissement jusqu'à une température entre 20 °C et 25 °C. Les instructions pour la détermination de la conductivité sont présentées dans l'ISO 3696.

5.2 Acide chlorhydrique, 6 mol/l environ.

Diluer 500 ml d'acide chlorhydrique (masse volumique 1,19 g/ml) dans 500 ml d'eau.

5.3 Solution mère de manganèse, 100 mg/l de Mn.

Peser 0,308 g ± 0,001 g de sulfate de manganèse monohydraté (MnSO₄·H₂O), préalablement séché à masse constante à une température de 400 °C à 450 °C, dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 0,5 ml d'acide chlorhydrique (5.2), diluer avec de l'eau jusqu'au trait et mélanger.

1 ml de cette solution mère contient 0,10 mg de Mn.

5.4 Solution étalon de manganèse, 10 mg/l de Mn.

Transférer 100 ml de la solution mère de manganèse (5.3) dans une fiole jaugée de 1 000 ml. Ajouter 200 ml d'acide chlorhydrique (5.2) et diluer avec de l'eau (5.1) jusqu'au trait et mélanger.

1 ml de cette solution étalon contient 0,01 mg de Mn.

Les solutions étalons de manganèse du commerce conviennent à l'essai.

5.5 Gaz acétylène et/ou **gaz de monoxyde de diazote**, de qualité appropriée pour la spectrométrie d'absorption atomique.

AVERTISSEMENT — Le gaz acétylène forme des mélanges explosifs avec l'air.

5.6 Gaz adéquat, pour le spectromètre à plasma (6.4). L'argon est généralement recommandé comme gaz porteur.

6 Appareillage et équipement

Matériel courant de laboratoire. Nettoyer tout le matériel avec une solution d'acide chlorhydrique à 0,1 mol/l.

6.1 Papier-filtre, sans cendre, pouvant retenir des particules de 20 µm à 25 µm.

6.2 Capsules, en platine ou en quartz.

6.3 Spectromètre d'absorption atomique, muni d'un brûleur pour l'acétylène/monoxyde de diazote et l'acétylène/air et d'une lampe à cathode creuse pour le manganèse.

NOTE Les lampes à éléments multiples peuvent être utilisés.

6.4 Spectromètre d'émission atomique à plasma induit.

7 Prélèvement et préparation de l'échantillon

Si l'analyse vise à évaluer un lot de papier, de carton ou de pâte, prélever l'échantillon conformément à l'ISO 186 ou à l'ISO 7213, 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. Choisir des éprouvettes représentatives de l'échantillon reçu. En prélever une quantité suffisante pour permettre à tout le moins des déterminations en double. Éviter les bords coupés, les trous perforés ou les portions contaminées par du métal.

Préparer une éprouvette en déchirant au moins 30 g de petits fragments, prélevés à divers endroits dans l'échantillon. Cette quantité suffit pour les déterminations en double spécifiées à l'Article 8. Lors des manipulations, utiliser des précautions spéciales pour éviter tout changement de la teneur en eau.

8 Mode opératoire

8.1 Incinération et dissolution du résidu

Effectuer l'essai en double.

Laisser l'éprouvette sécher à l'air dans l'atmosphère du laboratoire, jusqu'à ce que sa teneur en eau demeure stable.

Déterminer la teneur en eau d'un fragment distinct séché à l'air, conformément à l'ISO 287 ou à l'ISO 638, selon le cas. Peser cette portion en même temps que la prise d'essai utilisée pour l'incinération.

Incinerer la prise d'essai conformément à l'ISO 1762. Une quantité de 2 g à 5 g est adéquate pour de nombreux matériaux. Cependant, la masse exacte de la portion utilisée doit être ajustée tel que nécessaire, selon la quantité de manganèse présente dans l'échantillon et la procédure analytique utilisée, c'est-à-dire la spectrométrie d'absorption atomique de flamme ou la spectroscopie d'émission de plasma.

Procéder à la dissolution de la cendre sous une hotte. Pour éviter les éclaboussures, mouiller avec précaution la cendre avec de l'eau (5.1) et ajouter 5 ml d'acide chlorhydrique (5.2) dans la capsule. Évaporer jusqu'à siccité à l'aide d'un bain-marie, d'une plaque chauffante, d'une lampe chauffante ou d'un dispositif similaire. Répéter deux fois le mode opératoire.

Pour les échantillons ayant une forte teneur en carbonate, il peut être nécessaire d'utiliser une quantité d'acide supérieure à 10 ml (2 × 5 ml).

Ajouter 2,5 ml d'acide chlorhydrique (5.2) au résidu. Au besoin, chauffer la capsule durant quelques minutes, après l'avoir recouverte d'un verre de montre.

À l'aide du papier-filtre (6.1), filtrer le contenu de la capsule dans une fiole jaugée de 25 ml à l'aide d'eau (5.1). Afin de s'assurer que le transfert est complet, ajouter une autre portion de 2,5 ml d'acide dans la capsule et, si nécessaire, chauffer à nouveau. Filtrer cette dernière portion d'acide, avec l'assistance d'un peu d'eau (5.1), dans la portion principale contenue dans la fiole jaugée. Remplir jusqu'au trait et mélanger. La solution obtenue est la solution d'essai.

8.2 Essai à blanc

Effectuer un essai à blanc, en employant les mêmes quantités de chacun des même produits chimiques que ceux ajoutés au résidu de calcination, mais en omettant tout résidu.

9 Préparation des solutions d'étalonnage

Il est important que la concentration d'acide soit la même dans les solutions d'étalonnage que dans la solution d'essai, puisque la concentration d'acide influence le signal.

À partir de la solution étalon de manganèse (5.4), préparer au moins trois solutions d'étalonnage, ainsi qu'une solution zéro, pour pouvoir tracer la courbe d'étalonnage. (La solution zéro est semblable aux solutions d'étalonnage, sauf qu'elle ne contient pas de manganèse ajouté. Ne pas la confondre avec la solution d'essai à blanc.)

NOTE Deux solutions d'étalonnage suffisent pour l'essai effectué selon la méthode de la spectrométrie d'émission de plasma.

10 Détermination

Mesurer au spectromètre les solutions d'étalonnage, de même que la solution zéro, la solution d'essai et la solution d'essai à blanc. Suivre les directives du fabricant du spectromètre.

Ces solutions peuvent contenir du lanthane ou du césium, si ces mêmes solutions sont utilisées pour la détermination du calcium. Ces sels n'interfèrent pas avec la détermination du manganèse, mais les mêmes quantités de sels doivent être ajoutées aux solutions d'étalonnage.

Si l'une des valeurs obtenues excède la fourchette correspondant aux solutions d'étalonnage, répéter les mesures avec une solution d'essai plus diluée. Ajouter au besoin de l'acide, de la solution de césium ou de la solution de lanthane.

La plupart des appareils sont dotés d'un système permettant l'évaluation automatique des résultats. Dans le cas contraire, tracer la courbe d'étalonnage en portant l'absorbance, corrigée pour la solution d'essai à blanc, en fonction de la concentration de calcium, en milligrammes par litre. Lire ensuite la concentration de manganèse dans la solution d'essai sur le graphique d'étalonnage.

11 Calculs

Calculer la fraction massique de calcium à l'aide de la formule suivante:

$$w_{\text{Mn}} = \frac{f \times \rho_{\text{Mn}} \times V}{m}$$

où

w_{Mn} est la fraction massique en manganèse de l'échantillon, exprimée en milligrammes par kilogramme;

ρ_{Mn} est la concentration de manganèse de la solution d'essai, obtenue à partir du graphique d'étalonnage et corrigée pour la solution d'essai à blanc, exprimée en milligrammes par litre;

V est le volume de la solution d'essai originale (volume spécifié = 25 ml), exprimé en millilitres;

m est la quantité d'échantillon prélevée, en masse sèche à l'étuve, exprimée en grammes;

f est le facteur de dilution; $f = 1$, sauf si la solution d'essai originale a été diluée.

Calculer la moyenne avec deux chiffres significatifs.

12 Fidélité

Une étude faite par SCAN-test en 1996 a donné les résultats suivants.

12.1 Répétabilité

Un échantillon de carton non couché a été analysé dans un laboratoire à neuf reprises. La moyenne obtenue était de 33 mg/kg, et le coefficient de variation, CV, de 2 %.

NOTE Puisque l'étude ci-dessus ne contient qu'un échantillon dans un laboratoire, le résultat n'est qu'une estimation approximative de répétabilité.

12.2 Reproductibilité

Quatre échantillons ont été analysés dans huit laboratoires. Les résultats donnés dans le Tableau 1 ont été obtenus pour la moyenne et le coefficient de variation (CV).

Tableau 1

| Type d'échantillon | Moyenne mg/kg | CV % |
|-------------------------|------------------|---------|
| Pâte blanchie | 0,2 | 19 |
| Carton couché | 7,4 | 18 |
| Carton non couché | 32 | 10 |
| Papier pour duplicateur | 19 | 15 |

13 Rapport d'essai

Le rapport d'essai doit indiquer les informations suivantes:

- la référence de la présente Norme internationale;
- la date et le lieu de l'essai;
- toutes les informations nécessaires à l'identification complète de l'échantillon;
- le résultat, exprimé tel qu'indiqué dans l'Article 11;
- tout écart par rapport à la présente Norme internationale, ou toute circonstance pouvant avoir eu une influence sur le résultat.