Norme internationale



302

INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION•МЕЖДУНАРОДНАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ•ORGANISATION INTERNATIONALE DE NORMALISATION

Pâtes — Détermination de l'indice Kappa

Pulps - Determination of Kappa number

Première édition - 1981-02-15

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 302:1981 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4b3562bc-1314-48ff-b002-13ac37e9cd81/iso-302-1981

CDU 676.1: 676.014.361 Réf. nº: ISO 302-1981 (F)

Descripteurs: papier, pâte à papier, essai, détermination, indice Kappa.

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 confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique correspondant. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO, participent également aux travaux.

Les projets de Normes internationales adoptés par les comités techniques sont soumis aux comités membres pour approbation, avant leur acceptation comme Normes internationales par le Conseil de l'ISO.

La Norme internationale ISO 302 a été élaborée par le comité technique ISO/1 Papiers, cartons et pâtes, et a été soumise aux comités membres en août 1979

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

st/4b3562bc-1314-48ff-b002-

https://standards.iteh.ai/catalog Egypte, Rép. arabe d Nouvelle-Zélande Afrique du Sud, Rép. d'

Pays-Bas Allemagne, R. F. Espagne Australie Finlande Pologne Autriche Roumanie France Belgique Hongrie Royaume-Uni Brésil Inde Suède

Suisse Canada Italie

Chili Jamahiriya arabe libyenne Tchécoslovaquie

Chine Mexique **URSS**

Corée, Rép. de Norvège

Le comité membre du pays suivant l'a désapprouvée pour des raisons techniques :

USA

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 302-1963, dont elle constitue une révision technique.

Pâtes — Détermination de l'indice Kappa

Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie une méthode de détermination de l'indice Kappa des pâtes. L'indice Kappa est une indication sur le degré de délignification (dureté) ou d'aptitude au blanchiment des pâtes.

On doit noter qu'il n'y a pas de relation générale et précise entre ross l'indice Kappa et la teneur en lignine d'une pâte. La relation /so-3 culée sur la base sèche à l'étuve). Les résultats sont ramenés varie en fonction de l'espèce du bois et du procédé de délignification. Si l'indice Kappa est destiné à être utilisé pour établir un coefficient de teneur en lignine de la pâte, des relations spécifiques doivent être établies pour chacun des types de pâtes. Des valeurs supérieures à 125 pour les pâtes kraft et à 100 pour les pâtes au sulfite doivent être interprétées avec prudence.

La présente méthode est applicable à toutes les sortes de pâtes non blanchies produites avec un rendement inférieur à environ 60 % (masse/masse). Le degré de délignification des pâtes produites avec un rendement plus élevé doit être déterminé par des méthodes qui n'impliquent pas d'oxydation au permanganate, telle la méthode de l'ISO 3260.

La méthode est également applicable pour des déterminations sur des pâtes semi-blanchies. En utilisant une prise d'essai de 10 g maximum, la limite inférieure pratique de cette méthode est un indice Kappa de 5.

Les détails relatifs aux variantes par rapport au mode opératoire normalisé, qui peuvent être utilisées pour des contrôles de fabrication, sont donnés dans l'annexe.

Références

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

ISO 3260, Pâtes - Détermination de la consommation en chlore (Degré de délignification).

Définition

Dans le cadre de la présente Norme internationale, la définition suivantes est applicable.

indice Kappa d'une pâte : Nombre de millilitres de solution de permanganate de potassium 0,02 mol/l consommés, dans les conditions spécifiées, par gramme de masse de pâte (calà une valeur correspondant à celle obtenue lorsque 50 % (masse/masse) du permanganate est consommé lors de l'essai.

Réactifs

Au cours de l'analyse, n'utiliser que des réactifs de qualité analytique reconnue et que de l'eau distillée ou de l'eau de pureté équivalente.

- 4.1 Acide sulfurique, solution à 2,0 mol/l, contenant 196,0 g d'acide sulfurique (H_2SO_4 , ϱ 1,84 g/ml) par litre.
- **4.2 lodure de potassium**, solution à 1 mol/l, contenant 166,0 g d'iodure de potassium (KI) par litre.
- 4.3 Permanganate de potassium, solution volumétrique décimale à 0,02 ± 0,001 mol/l, contenant 3,161 g de permanganate de potassium (KMnO₄) par litre.
- **4.4** Thiosulfate de sodium, solution à environ 0,2 mol/i, de concentration connue à 0,000 5 mol/l près, 0,2 mol/l correspondant à 49,64 g de thiosulfate de sodium pentahydraté (Na₂S₂O₃.5H₂O) par litre.
- **4.5** Empois d'amidon, solution à 2 g/l.

5 Appareillage

Matériel courant de laboratoire et

- **5.1 Agitateur**, du type à hélice, en verre ou en un autre matériau insensible à la corrosion (un agitateur magnétique recouvert de plastique ou de verre peut également être utilisé).
- **5.2** Appareil de désintégration humide, mélangeur à grande vitesse, capable de désintégrer complètement la pâte avec le minimum de dégradation des fibres.
- **5.3** Bain à température constante, capable de maintenir une température de 25.0 \pm 0.2 °C dans le vase à réaction.
- 5.4 Chronomètre, capable de mesurer 10 min à 1 s près.

6 Préparation de l'échantillon

Déchirer ou découper en petits morceaux 3 à 10 g d'un échantillon représentatif¹⁾ de pâte séchée à l'air.

Avant de peser la prise d'essai, conditionner l'échantillon pen 2 %, tenir compte d'une troisième détermination da dant au moins 20 min, dans l'air ambiant au voisinage de la l'écha valeur movenne de l'indice Kappa. (Voir 8.1). balance.

mélange à 25 °C et l'ajouter rapidement à la prise d'essai désintégrée, tout en déclenchant le chronomètre (5.4). Rincer le bécher de 250 ml, en utilisant au moins 10 ml d'eau distillée, et ajouter le rinçage au mélange de réaction. Le volume total doit être de 1 000 ml. Au bout de 10,0 min exactement, terminer la réaction en ajoutant 20 ml de la solution d'iodure de potassium (4.2) à l'aide d'une éprouvette graduée.

Immédiatement après avoir mélangé, mais sans filtrer les fibres, doser l'iode libre avec la solution de thiosulfate de sodium (4.4). Ajouter quelques gouttes de l'empois d'amidon (4.5) vers la fin du dosage. (Voir la note.)

NOTE — La volatilité de l'iode a été reconnue comme étant un important facteur de dispersion dans la détermination de l'indice Kappa. L'intervalle de temps entre l'addition de solution d'iodure de potassium pour terminer la réaction et l'achèvement du dosage consécutif doit être aussi court que possible, particulièrement pour l'essai à blanc.

Effectuer un essai à blanc en procédant exactement comme ci-dessus, mais en omettant la pâte. La solution d'iodure de potassium peut être ajoutée immédiatement après l'addition de permanganate de potassium et d'acide sulfurique.

Effectuer deux déterminations dont les résultats doivent se situer, pour des valeurs d'indices Kappa supérieures à 20, à ± 1,0 % de la valeur moyenne de l'indice Kappa. Si la différence entre deux déterminations parallèles est supérieure à 2 %, tenir compte d'une troisième détermination dans le calcul de la valeur moyenne de l'indice Kappa. (Voir 8.1).

ISO 302:1981

https://standards.iteh.ai/catalog/stand&ds/Galcul(et/expression)des résultats

13ac37e9cd81/iso-302-1981

7 Mode opératoire

Peser, à 0,001 g près, la quantité de pâte qui consommera environ 50 % (masse/masse) de la solution de permanganate de potassium (4.3). La consommation de permanganate doit être comprise entre 30 et 70 % (masse/masse). En même temps, peser une prise d'essai séparée pour la détermination de la teneur en matières sèches conformément à l'ISO 638.

Désintégrer la prise d'essai dans un maximum de 500 ml d'eau distillée, jusqu'à disparition des pâtons et des gros faisceaux de fibres. Éviter les méthodes de désintégration qui entraînent une fragmentation excessive des fibres. Transvaser la prise d'essai désintégrée dans un bécher à réaction de 1 500 ml et rincer le désintégrateur (5.2) avec suffisamment d'eau pour porter le volume total à 790 ml.

Placer le bécher dans le bain à température constante (5.3), réglé de telle sorte que la température soit maintenue à $25,0\pm0,2\,^{\circ}\text{C}$ durant toute la réaction. Régler l'agitateur (5.1) de manière à obtenir un tourbillon d'environ 25 mm de profondeur dans la solution.

À l'aide d'une pipette, ajouter 100.0 ± 0.1 ml de la solution de permanganate de potassium (4.3) et 100 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1), dans un bécher de 250 ml. Porter ce

8.1 Calcul

L'indice Kappa, X, exprimé exclusivement comme une valeur numérique, est donné par la formule

$$V_1 = \frac{(V_2 - V_3) c}{0.02 \times 5}$$

$$X = \frac{V_1 d}{m}$$

οù

 $V_1\,$ est le volume, en millilitres, de la solution de permanganate de potassium (4.3) consommé au cours de la détermination;

 $V_2\,$ est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (4.4) consommé au cours de l'essai à blanc;

 V_3 est le volume, en millilitres, de la solution de thiosulfate de sodium (4.4) consommé au cours de la détermination;

c est la concentration, exprimée en moles par litre, de la solution de thiosulfate de sodium (4.4);

¹⁾ L'échantillonnage des pâtes sera le sujet d'une future Norme internationale.

d est le facteur de correction pour une consommation de 50 % (masse/masse) de permanganate; d dépend de la valeur de V_1 (voir le tableau);

m est la masse, en grammes, de la prise d'essai sur la base sèche à l'étuve.

8.2 Expression des résultats

Exprimer l'indice Kappa de la pâte comme la moyenne de deux déterminations, avec la précision suivante :

indice Kappa ≤ 50 : à 0,1 près;

50 < indice Kappa ≤ 100 : à 0,5 près;

indice Kappa > 100 : sans décimale.

8.3 Exemple de calcul

Masse de la prise d'essai sèche à l'air

2.200 a

Teneur en matières sèches de

l'échantillon

91,5 % (masse/masse)

Masse de la prise d'essai sèche à l'étuve $\frac{91,5}{100} \times -2,200 \text{ g} = 2,013 \text{ g}$

ISO 302:1981 Valeur de la solution de thiosulfate de

sodium (4.4) consommé aurcolurs idends itehai/catalog/standards/sist/4bgb63botés1op/erations2-non spécifiées dans la présente la détermination, V_3

Concentration de la solution de thiosulfate de sodium (4.4), c

0.191 0 mol/l

Volume de la solution de permanganate de potassium (4.3) $(52,4 - 21,0) \times 0,1910 = 60,0 \text{ m}$ consommé au cours de la détermination, V_1

Facteur de correction, d

Indice Kappa, X

 $\frac{60,0\times 1,022}{2,013}=30,5$

Procès-verbal d'essai

Le procès-verbal d'essai doit contenir les indications suivantes :

- a) toutes indications nécessaires à l'identification de l'échantillon:
- référence de la présente Norme internationale;
- nombre de déterminations, s'il est supérieur à deux;
- d) variantes par rappport au mode opératoire spécifié, si elles ont été utilisées:

e) résultats, exprimés exclusivement comme valeur numé-rique;

Volume de la solution de thiosulfate de standards.iteh.ai sodium (4.4) consommé dans l'essai à blanc, V₂ 52,4 ml f) tous détails particuliers éventuels relevés au cours de

13ac3721001m1/iso-302-1Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou considérées comme facultatives, susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

Tableau — Facteur de correction d, exprimé en fonction de V_1

V_1	d									
ml	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
30	0,958	0,960	0,962	0,964	0,966	0,968	0,970	0,973	0,975	0,977
40	0,979	0,981	0,983	0,985	0,987	0,989	0,991	0,994	0,996	0,998
50	1,000	1,002	1,004	1,006	1,009	1,011	1,013	1,015	1,017	1,019
60	1,022	1,024	1,026	1,028	1,030	1,033	1,035	1,037	1,039	1,042
70	1,044									

 $\mathsf{NOTE} - \mathsf{Le}$ facteur de correction d est basé sur une étude expérimentale qui a conduit à la formule suivante :

$$\log_{10} X = \log_{10} \frac{V_1}{m} + 0,000 \ 93 \ (V_1 - 50)$$

Annexe

Variantes par rapport au mode opératoire spécifié

(Cette annexe fait partie de la norme.)

Les variantes par rapport au mode opératoire spécifié données dans la présente annexe ne doivent être utilisées que pour des contrôles de fabrication.

Les résultats obtenus en utilisant ces variantes peuvent être similaires à ceux obtenus par la méthode spécifiée, mais ils ne peuvent pas être considérés comme conformes au mode opératoire normalisé.

Le fait que les variantes aient été employées doit être mentionné dans le procès-verbal d'essai.

Préparation de l'échantillon

A.1.1 Pâtes liquides épurées

Constituer un échantillon représentatif de la pâte et confectionner un tampon de 3 à 10 g, séché à l'air, par filtration sur un entonnoir Buchner, en évitant toute perte de fibres ou charges. Sécher le tampon à l'air ou à l'étuve, à une température n'excédant pas 105 °C, et le déchirer en petits morceaux Standarons pâte facile à désintégrer peut être disposée directement

A.1.2 Pâtes non épurées normalement destinées ISO ment

Éliminer les bûchettes et les nœuds de l'échantillon par tamisage. La méthode de tamisage doit être mentionnée dans le procès-verbal d'essai et doit être choisie pour donner des résultats similaires à ceux obtenus avec les procédés industriels d'épuration de la pâte. Compléter la préparation de la pâte épurée comme spécifié en A.1.1.

A.1.3 Pâtes non épurées n'étant pas normalement destinées à être épurées avant un traitement ultérieur

Laver soigneusement la pâte avant de compléter la préparation de l'échantillon, comme spécifié pour les pâtes épurées en A.1.1.

A.2 Variantes du mode opératoire

Le mode opératoire doit être celui spécifié au chapitre 7, sauf en ce qui concerne les variantes autorisées suivantes.

A.2.1 Emploi de quantités plus faibles

Une méthode de contrôle, proposée pour les pâtes chimiques, utilise 50 ml de la solution de permanganate de potassium (4.3), 50 ml de la solution d'acide sulfurique (4.1), 400 ml d'eau distillée et la quantité appropriée de pâte. Dans ce cas, où l'on n'emploie que la moitié des volumes, la consommation de permanganate V_1 du tableau (8.1) doit être remplacée par $2V_1$. Ainsi, si $V_1 = 25$ ml, $2V_1 = 50$ ml et le facteur de conversion dest égal à 1,000. Le mode opératoire spécifié est suivi pour tous les autres points.

A.2.2 Désintégration dans le bécher à réaction

dans le bécher à réaction. Pour la variante utilisant des quantités plus faibles (voir A.2.1), on recommande l'emploi d'un bécher de 1 litre, du modèle utilisé dans les mélangeurs de cuià être épurées avant blanchiment ou autre traite log/standards/aiste dois comme desintegrateur et comme bécher à réac-13ac37e9cd8tion; 30us reserve que la désintégration ne se poursuive pas durant la réaction.

A.2.3 Corrections pour la température de réaction

Si l'on ne dispose pas d'un bain à température constante, mesurer la température du mélange fibreux après 5 min de réaction et considérer qu'il s'agit de la température moyenne durant l'essai. Si cette température n'est pas supérieure à 30 °C ni inférieure à 20 °C, corriger l'indice Kappa X comme suit :

$$X = \frac{V_1 d}{m} [1 + 0,013 (25 - t)]$$

où t est la température moyenne de réaction, en degrés Celsius.

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 302:1981 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4b3562bc-1314-48ff-b002-13ac37e9cd81/iso-302-1981

iTeh STANDARD PREVIEW (standards.iteh.ai)

ISO 302:1981 https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/4b3562bc-1314-48ff-b002-13ac37e9cd81/iso-302-1981