
Norme internationale



1830

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

Pâtes — Détermination de la teneur en manganèse — Méthode photométrique au périodate de sodium et méthode par spectrométrie d'absorption atomique de flamme

Pulps — Determination of manganese content — Sodium periodate photometric and flame atomic absorption spectrometric methods

Première édition — 1982-08-15

ITeCh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1830:1982](#)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c8b0f177-738a-4a9d-83ec-293f5c68f96b/iso-1830-1982>

CDU 676.1 : 543.42/ .43 : 546.711

Réf. n° : ISO 1830-1982 (F)

Descripteurs : pâte, essai, dosage, manganèse, méthode colorimétrique, méthode spectroscopique d'absorption atomique.

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 1830 a été élaborée par le comité technique ISO/TC 6, *Papiers, cartons et pâtes*, et a été soumise aux comités membres en mars 1981.

Les comités membres des pays suivants l'ont approuvée :

[ISO 1830:1982](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c8b0f177-738a-4a9d-83ec-2935c0000000/iso-1830-1982)

| | | |
|-------------------------|------------------|-----------------|
| Afrique du Sud, Rép. d' | Espagne | Pologne |
| Allemagne, R. F. | Finlande | Roumanie |
| Australie | France | Royaume-Uni |
| Autriche | Hongrie | Suède |
| Belgique | Inde | Suisse |
| Bésil | Iran | Tchécoslovaquie |
| Canada | Italie | Turquie |
| Chine | Kenya | URSS |
| Corée, Rép. de | Norvège | USA |
| Corée, Rép. dém. p. de | Nouvelle-Zélande | Venezuela |
| Égypte, Rép. arabe d' | Pays-Bas | |

Aucun comité membre ne l'a désapprouvée.

Cette Norme internationale annule et remplace la Recommandation ISO/R 1830-1970, dont elle constitue une révision technique.

Pâtes — Détermination de la teneur en manganèse — Méthode photométrique au périodate de sodium et méthode par spectrométrie d'absorption atomique de flamme

AVERTISSEMENT — Les méthodes spécifiées dans la présente Norme internationale prévoient l'emploi de produits chimiques dangereux et de gaz qui peuvent former des mélanges explosifs avec l'air. S'assurer que les mesures de sécurité nécessaires ont été prises.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

0 Introduction

Dans la Recommandation ISO/R 1830, publiée en 1970, une méthode colorimétrique était spécifiée pour la détermination de la teneur en manganèse de la pâte. Cependant, en pratique, de telles déterminations sont fréquemment effectuées par application d'un mode opératoire par absorption atomique, lorsque l'on dispose de l'équipement approprié. Étant donné que des essais comparatifs ont montré que des résultats semblables étaient obtenus par les deux méthodes, la présente Norme internationale fournit les indications sur l'utilisation d'un appareillage spectrométrique d'absorption atomique de flamme comme second mode opératoire possible.

1 Objet et domaine d'application

La présente Norme internationale spécifie deux méthodes de détermination de la teneur en manganèse de la pâte, à savoir :

- une méthode photométrique au périodate de sodium (méthode A);
- une méthode par spectrométrie d'absorption atomique de flamme (méthode B).

Ces deux méthodes sont applicables à toutes les sortes de pâtes.

2 Références

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

ISO 1762, *Pâtes — Détermination des cendres.*

3 Méthode A : Méthode photométrique au périodate de sodium

3.1 Principe

Incinération de la pâte et dissolution des cendres dans l'acide chlorhydrique. Oxydation du manganèse(II) en manganèse(VII) par le périodate de sodium en présence d'acide phosphorique. Mesurage photométrique à une longueur d'onde aux environs de 525 nm.

3.2 Réactifs

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

3.2.1 Sulfite de sodium (Na_2SO_3), solution à 50 g/l.

3.2.2 Acide chlorhydrique, solution à 6 mol/l environ.

3.2.3 Périodate de sodium-acide phosphorique, solution contenant, par litre, 50 g de périodate de sodium (NaIO_4) et 200 ml d'acide phosphorique (H_3PO_4), ρ 1,70 g/ml.

3.2.4 Manganèse, solution étalon correspondant à 0,1 g de Mn par litre.

Peser 0,274 9 g de sulfate de manganèse (MnSO_4), séché à 300 °C, et l'introduire dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Dissoudre dans de l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

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

3.2.5 Manganèse, solution étalon correspondant à 0,01 g de Mn par litre.

Transvaser 100 ml de la solution étalon de manganèse (3.2.4) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

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

Cette solution n'est pas stable.

3.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

3.3.1 Spectrophotomètre, ou

3.3.2 Photocolorimètre, muni de filtres présentant un maximum de transmission à une longueur d'onde comprise entre 515 et 535 nm et de cuves avec couvercle.

3.4 Préparation de l'échantillon

Déchirer l'échantillon séché à l'air en morceaux de dimensions convenables. Ne pas utiliser de morceaux coupés ou découpés à l'emporte-pièce ou d'autres parties qui peuvent avoir subi une contamination métallique.

3.5 Mode opératoire

3.5.1 Nombre de déterminations et détermination de la teneur en matières sèches

La détermination doit être effectuée en double.

En même temps que la détermination, deux prises d'essai de 10 g doivent être prélevées pour déterminer la teneur en matières sèches conformément à l'ISO 638.

3.5.2 Prise d'essai

Peser, à 0,01 g près, environ 10 g de l'échantillon pour essai.

NOTE — Si la teneur en manganèse de l'échantillon est connue et excède 5 mg/kg, prélever une prise d'essai de 5 g.

3.5.3 Incinération de la prise d'essai

Nettoyer soigneusement une capsule en quartz ou en platine. Éliminer toute tache dans la capsule en platine avec du sable fin.

Incinérer la prise d'essai dans la capsule comme spécifié dans l'ISO 1762.

3.5.4 Essai à blanc

Effectuer, parallèlement à la détermination et en suivant le même mode opératoire, un essai à blanc en employant les mêmes quantités de tous les réactifs que celles utilisées pour la détermination, mais en omettant la prise d'essai.

3.5.5 Préparation de la courbe d'étalonnage

3.5.5.1 Préparation des solutions témoins se rapportant à des mesurages photométriques effectués en cuves de 1 cm de longueur de la voie optique

Dans une série de cinq fioles jaugées à un trait de 25 ml, introduire les volumes de la solution étalon de manganèse (3.2.5) indiqués dans le tableau 1.

Tableau 1

| Solution étalon de manganèse (3.2.5) | Masse correspondante de Mn |
|--------------------------------------|----------------------------|
| ml | mg |
| 0 * | 0 |
| 1,0 | 0,01 |
| 2,0 | 0,02 |
| 5,0 | 0,05 |
| 10,0 | 0,10 |

* Solution de compensation.

3.5.5.2 Développement de la coloration

Sans effectuer de dilution, chauffer les solutions en plaçant les fioles dans un bain de vapeur et ajouter 1 ml de la solution de périodate de sodium-acide phosphorique (3.2.3) dans chaque fiole. Laisser les fioles au bain de vapeur pendant encore 5 min. Compléter au volume et homogénéiser. Laisser refroidir à 20 ± 2 °C et ajuster les volumes. Les températures des solutions dans les fioles ne doivent pas différer entre elles de plus de ± 3 °C.

3.5.5.3 Mesurages photométriques

Effectuer les mesurages photométriques à l'aide du spectrophotomètre (3.3.1), à une longueur d'onde aux environs de 525 nm, ou à l'aide du photocolorimètre (3.3.2) muni de filtres appropriés, après avoir dans chaque cas réglé l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de compensation telle que préparée en 3.5.5.2 en omettant la solution étalon de manganèse (3.2.5).

3.5.5.4 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, les masses, en milligrammes, de manganèse (contenues dans 25 ml de solution témoin) sur l'axe des abscisses, et les valeurs correspondantes des absorbances sur l'axe des ordonnées.

3.5.6 Détermination

3.5.6.1 Dissolution des cendres et préparation de la solution d'essai

Ajouter aux cendres (3.5.3) 3 gouttes de la solution de sulfite de sodium (3.2.1) et dissoudre avec un maximum de 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (3.2.2). Placer la capsule au bain de vapeur et évaporer à sec. Ajouter quelques gouttes d'acide chlorhydrique et, à l'aide d'eau, transvaser le contenu de la capsule dans une fiole jaugée à un trait de 25 ml.

3.5.6.2 Développement de la coloration

Chauffer le contenu de la fiole en la plaçant dans un bain de vapeur. Ajouter 1 ml de la solution de periodate de sodium-acide phosphorique (3.2.3). Laisser la fiole au bain de vapeur pendant encore 5 min. Compléter au volume et homogénéiser. Laisser refroidir à 20 ± 2 °C et ajuster le volume. La température de la solution ne doit pas différer de celles des solutions témoins de plus de ± 3 °C. Si la solution est trouble, ce trouble peut être éliminé par centrifugation. Ne pas filtrer la solution.

3.5.6.3 Mesurage photométrique

Effectuer le mesurage photométrique sur la solution d'essai après développement de la coloration, en suivant le mode opératoire spécifié en 3.5.5.3, après avoir réglé l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc (3.5.4).

3.5.7 Expression des résultats

La teneur en manganèse, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$1\,000 \times \frac{m_1}{m_0}$$

où

m_1 est la quantité de manganèse, en milligrammes, de la solution d'essai, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage (3.5.5.4);

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (3.5.2), calculée sur la base sèche à l'étuve conformément à l'ISO 638.

Noter le résultat comme la moyenne des deux déterminations, à la première décimale près.

4 Méthode B : Méthode par spectrométrie d'absorption atomique de flamme

4.1 Principe

Incinération de la pâte et dissolution des cendres dans l'acide chlorhydrique. Pulvérisation de la solution d'essai au sein d'une flamme acétylène-monoxyde de diazote ou d'une flamme oxyacétylénique. Mesurage de l'absorption de la raie 279,5 nm, émise par une lampe à cathode creuse au manganèse.

4.2 Réactifs

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

4.2.1 Acide chlorhydrique, solution à 6 mol/l environ.

4.2.2 Manganèse, solution étalon correspondant à 0,1 g de Mn par litre.

Peser 0,274 9 g de sulfate de manganèse (MnSO_4), séché à 300 °C, et introduire dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml. Dissoudre dans de l'eau, compléter au volume et homogénéiser.

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

4.2.3 Manganèse, solution étalon correspondant à 0,01 g de Mn par litre.

Transvaser 100 ml de la solution étalon de manganèse (4.2.2) dans une fiole jaugée à un trait de 1 000 ml, compléter au volume et homogénéiser.

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

Cette solution n'est pas stable.

4.3 Appareillage

Matériel courant de laboratoire, et

4.3.1 Spectromètre d'absorption atomique, équipé d'un brûleur alimenté soit par l'acétylène et le monoxyde de diazote, soit par l'acétylène et l'air.

4.3.2 Lampe à cathode creuse au manganèse.

4.4 Préparation de l'échantillon

Voir 3.4.

4.5 Mode opératoire

4.5.1 Nombre de déterminations et détermination de la teneur en matières sèches

Voir 3.5.1.

4.5.2 Prise d'essai

Voir 3.5.2.

4.5.3 Incinération de la prise d'essai

Voir 3.5.3.

4.5.4 Essai à blanc

Voir 3.5.4.

4.5.5 Préparation de la courbe d'étalonnage

4.5.5.1 Préparation des solutions témoins

Dans une série de cinq fioles jaugées à un trait de 50 ml, introduire 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.1), puis les volumes de la solution étalon de manganèse (4.2.3) indiqués dans le tableau 2. Compléter au volume et homogénéiser.

Tableau 2

| Solution étalon de manganèse (4.2.3) | Masse correspondante de Mn |
|--------------------------------------|----------------------------|
| ml | mg |
| 0 * | 0 |
| 1,0 | 0,01 |
| 2,0 | 0,02 |
| 5,0 | 0,05 |
| 10,0 | 0,10 |

* Essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage.

4.5.5.2 Réglage de l'appareil

Équiper l'appareil (4.3.1) de la lampe à cathode creuse au manganèse (4.3.2), le mettre sous tension et le laisser se stabiliser. Régler le courant d'alimentation, ainsi que la sensibilité et l'ouverture de la fente, suivant les caractéristiques de l'appareil. Régler la longueur d'onde aux environs de 279,5 nm de façon à obtenir le maximum d'absorption. Régler la pression de l'acétylène, de l'air, et du monoxyde de diazote suivant les caractéristiques du brûleur. Pour éviter une explosion, il est important d'allumer le brûleur avec un mélange d'air et d'acétylène avant de charger au monoxyde de diazote.

Régler le débit de pulvérisation entre 2 et 4 ml/min.

4.5.5.3 Mesurages spectrométriques

Pulvériser successivement les solutions témoins (4.5.5.1) au sein de la flamme et mesurer l'absorbance de chacune d'elles. Prendre soin de maintenir constant le débit de solution pulvérisée pendant toute la durée de la préparation de la courbe d'étalonnage. Faire passer de l'eau à travers le brûleur après chaque mesurage.

4.5.5.4 Tracé de la courbe

Tracer un graphique en portant, par exemple, les masses, en milligrammes, de Mn^{2+} (contenues dans 50 ml de solution témoin) sur l'axe des abscisses, et les valeurs correspondantes des absorbances mesurées, diminuées de la valeur mesurée lors de l'essai à blanc des réactifs pour l'étalonnage (tableau 2, terme 0), sur l'axe des ordonnées.

4.5.6 Détermination

4.5.6.1 Dissolution des cendres et préparation de la solution d'essai

Ajouter aux cendres (4.5.3) 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique (4.2.1) et évaporer à sec au bain de vapeur. Répéter une fois cette opération, puis traiter le résidu avec une nouvelle portion de 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique et chauffer pendant 5 min au bain de vapeur.

À l'aide d'eau, transvaser le contenu de la capsule dans une fiole jaugée à un trait de 50 ml. Afin d'assurer une extraction complète, ajouter à nouveau 5 ml de la solution d'acide chlorhydrique au résidu dans la capsule et chauffer au bain de

vapeur. À l'aide d'eau, transvaser cette dernière portion dans la partie principale se trouvant dans la fiole, compléter au volume et homogénéiser.

Si la solution contient des matières en suspension, la laisser décanter.

4.5.6.2 Mesurage spectrométrique

Effectuer le mesurage spectrométrique sur la solution d'essai comme spécifié en 4.5.5.3, après avoir réglé l'appareil au zéro d'absorbance par rapport à la solution de l'essai à blanc (4.5.4).

4.5.7 Expression des résultats

La teneur en manganèse, exprimée en milligrammes par kilogramme, est donnée par la formule

$$1\,000 \times \frac{m_2}{m_0}$$

où

m_2 est la quantité de manganèse, en milligrammes, de la solution d'essai, obtenue à partir de la courbe d'étalonnage (4.5.5.4);

m_0 est la masse, en grammes, de la prise d'essai (4.5.2), calculée sur la base sèche à l'étuve conformément à l'ISO 638.

Noter le résultat comme la moyenne des deux déterminations, à la première décimale près.

5 Procès-verbal d'essai

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

- toutes indications nécessaires à l'identification de l'échantillon;
- référence de la présente Norme internationale et à la méthode utilisée (A ou B);
- nombre de déterminations, s'il est supérieur à 2;
- variante par rapport au mode opératoire spécifié, si elles ont été utilisées;
- résultats, exprimés exclusivement comme valeur numérique;
- tous détails particuliers éventuels relevés au cours de l'essai;
- toutes opérations non spécifiées dans la présente Norme internationale ou dans les Normes internationales auxquelles il est fait référence, ou considérées comme facultatives, susceptibles d'avoir eu une influence sur les résultats.

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1830:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c8b0f177-738a-4a9d-83ec-293f5c68f96b/iso-1830-1982>

Page blanche

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1830:1982

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c8b0f177-738a-4a9d-83ec-293f5c68f96b/iso-1830-1982>