Экспертизы №1 ИУ 93-86

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЦЕЛЛЮЛОЗА И БУМАГА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КАЛЬЦИЯ

ГОСТ 9568—80

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством целлюлозно-бумажной промышленности

ИСПОЛНИТЕЛЬ

Т. Н. Формалькова

ВНЕСЕН Министерством целлюлозно-бумажной промышленности

Зам. министра **Г. Ф. Пронин**

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15 июля 1980 г. № 3599

УДК 676.1.062:546.41.06:006.354 Группа К59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦЕЛЛЮЛОЗА И БУМАГА

Метод определения содержания кальция

Pulp and paper.
Method for determination of calcium content

ГОСТ 9568—80

Взамен ГОСТ 9568—74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15 июля 1980 г. № 3599 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.
до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу и бумагу и устанавливает метод определения содержания кальция.

Метод основан на переводе кальция, содержащегося в золе целлюлозы или бумаги, в солянокислый раствор с последующим определением его путем комплексонометрического титрования.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб целлюлозы — по ГОСТ 7004—78.
1.2. Отбор проб бумаги — по ГОСТ 8047—78.

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Печь муфельная с терморегулятором.
Баня водяная или песчаная.
Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147—73.
Весы лабораторные рычажные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г по ГОСТ 19491—74.
Палочка стеклянная.
Цилиндр мерный по ГОСТ 1770—74, вместимостью 250 мл.
Колба мерная по ГОСТ 1770—74, вместимостью 1000 мл.
Пипетки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 10, 20 мл.
Колба коническая по ГОСТ 10394—72, вместимостью 500 мл.
Бюретки по ГОСТ 20292—74, вместимостью 5,25 мл.

Издание официальное Перепечатка воспрещена
© Издательство стандартов, 1980

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч.д.а., 1 н. раствор, 6 М.

Тиомочевина по ГОСТ 6344—73, ч. д. а., 1%-ный раствор.

Триэтаноламин, ч., раствор 1:3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч. д. а.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199—76, х. ч.

Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652—73, 0,01 н. раствор (хранят в полиэтиленовом сосуде).

Кальцион, ч. д. а., 0,1%-ный раствор (раствор устойчив в течение 2 мес).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530—76, х. ч.

0,01 н. стандартный раствор кальция готовят следующим образом: 0,5004 г углекислого кальция, предварительно высушенного при температуре 105—110°С до постоянной массы, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, прибавляют 100 мл воды и около 5 мл 6 М раствора соляной кислоты до полного растворения соли. Затем раствор доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Буферный раствор с pH 12,6 готовят следующим образом: 10 г гидроокиси натрия и 10 г тетраборнокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в дистиллированной воде, после чего объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Перед испытанием тигель кипятят с 1 н. раствором соляной кислоты и тщательно промывают дистиллированной водой.

3.2. Для установления поправочного коэффициента (K) раствора трилона Б берут пипеткой 20 мл стандартного раствора углекислого кальция, помещают в колбу вместимостью 500 мл, добавляют 160 мл дистиллированной воды, 20 мл буферного раствора, 1 мл индикатора кальциона и медленно титруют раствором трилона Б при интенсивном перемешивании до отчетливого перехода окраски из розовой в синюю.

Параллельно проводят титрование контрольной пробы без добавления углекислого кальция.

Поправочный коэффициент раствора трилона Б (K) вычисляют по формуле

$$K = \frac{20}{V - V_1},$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование пробы, мл;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование контрольной пробы, мл.

Поправочный коэффициент раствора трилона Б следует проверять не реже одного раза в неделю.

3.3. Перед испытанием целлюлозу или бумагу разрывают на куски размером 10×10 мм.

3.4. Влажность испытуемого образца определяют в отдельной навеске: целлюлозы — по ГОСТ 16932—71, бумаги — по ГОСТ 13525.19—71.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Навеску воздушно-сухой целлюлозы или бумаги массой 5—10 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в тигель, сжигают и прокаливают соответственно по ГОСТ 18461—73 и ГОСТ 7629—77.

Тигель с зольным остатком охлаждают, осторожно приливают 3 мл 1 н. соляной кислоты и выпаривают содержимое тигля на водяной бане досуха. Сухой остаток вторично обрабатывают 1 мл 1 н. соляной кислоты и 4 мл дистиллированной воды и нагревают в течение 1—2 мин до полного растворения сухого остатка.

В содержимое тигля прибавляют 10 мл раствора тиомочевины, 10 мл раствора триэтаноламина, перемешивают стеклянной палочкой и полученный испытуемый раствор количественно переносят в колбу для титрования, смывая тигель несколько раз 155 мл дистиллированной воды при тщательном перемешивании. Объем пробы должен составлять 200 мл.

К испытуемому раствору приливают 20 мл буферного раствора, 1 мл индикатора кальциона и медленно титруют раствором трилона Б до отчетливого перехода окраски от фиолетово-розовой или розовой, в зависимости от концентрации кальция, до синей.

При подсчете результатов испытания необходимо внести поправку на содержание кальция в применяемой воде и реактивах. С этой целью параллельно с испытанием целлюлозы и бумаги проводят испытания контрольной пробы.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0{,}2004 \cdot 10}{m \cdot (100 - W)},$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование пробы, мл;

V_1 — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование контрольной пробы, мл;

K — поправочный коэффициент 0,01 н. раствора трилона Б;

m — масса воздушно-сухой целлюлозы или бумаги, г;

W — влажность испытуемого образца, %.

(1 мл 0,01 н. раствора трилона Б соответствует 0,2004 мг кальция.)

5.2. Результаты единичных определений выражают с точностью до 0,0001%.

5.3. За результат испытания целлюлозы и бумаги принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождения между которыми не должны превышать величин, указанных в таблице.

Массовая доля кальция, %	Предельная погрешность, %	Допустимые расхождения между параллельными определениями (при P=0,95), %
До 0,0100	0,0005	0,0010
Св. 0,010	0,001	0,002

Группа К59

Изменение № 1 ГОСТ 9568—80 Целлюлоза и бумага. Метод определения содержания кальция

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.12.85 № 3862 срок введения установлен

с 01.04.86

Наименование стандарта, вводная часть. Заменить слово: **«содержания»** на **«массовой доли»**; английский текст изложить в новой редакции:

«Pulp and Paper. Method for determination of mass percentage of calcium».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 5409

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на $см^3$.

Раздел 2. Первый абзац после слов «с терморегулятором» дополнить словами: «обеспечивающая нагрев от 0 до 1000 °С;

третий абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 9147—73 на ГОСТ 9147—80;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ценой наименьшего деления 0,0001 г, второго класса точности по ГОСТ 24104—80»;

девятый абзац изложить в новой редакции: «Колба типа Кн-500 по ГОСТ 25336—82»;

одиннадцатый абзац после обозначения «ч. д. а.» изложить в новой редакции: «растворы концентрацией с (HCl) = 1 моль/$дм^3$ (1 н.) и с (HCl) = = 6 моль/$дм^3$ (6 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

тринадцатый абзац после обозначения ч, изложить в новой редакции: «раствор триэтаноламина в воде в соотношении 1:3»;

шестнадцатый абзац. Заменить слова: «0,01 н. раствор» на «раствор кон-

(Продолжение см. с 210)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9568—80)

центрацией с ($\frac{1}{2}$ $Na_2H_2C_{16}H_{12}O_8N_2 \cdot 2H_2O$) = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.)»;

девятнадцатый абзац. Заменить слова: «0,01 н. стандартный раствор кальция» на «стандартный раствор кальция концентрацией с ($\frac{1}{2}$ $CaCO_3$) = = 0,01 моль/дм³ (0,01 н.)», «6 М раствора» на «6 моль/дм³ (6 н.) раствора».

Пункт 3.1. Заменить слова: «1 н. раствором» на «1 моль/дм³ (1 н.) раствором».

Пункт 3.2. Первый абзац. Исключить слово: «углекислого»; второй абзац после слова «пробы» изложить в новой редакции: «приготовленной без добавления стандартного раствора кальция».

Пункт 3.3 изложить в новой редакции: **«3.3. Перед испытанием отобранную** пробу целлюлозы подготавливают по ГОСТ 19318—73, бумагу разрывают на кусочки размером 10×10 мм».

Пункт 3.4. Заменить ссылку: ГОСТ 16932—71 на ГОСТ 16932—82.

Пункт 4.1. Первый абзац. Исключить слова: «взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г»; после ссылки на ГОСТ 7629—77 дополнить словами: «Результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака»;

второй абзац. Заменить слова: «1 н. соляной кислоты» на «1 моль/дм³ (1 н.) соляной кислоты»;

пятый абзац после слов «параллельно с» изложить в новой редакции: «титрованием испытуемого раствора проводят титрование контрольной пробы, приготовленной без зольного остатка бумаги или целлюлозы».

Пункт 5.1. Заменить слова: «титрование пробы» на «титрование испытуемого раствора», «0,01 н. раствора» на «0,01 моль/дм³ (0,01 н.) раствора».

Пункт 5.3. Таблица. Заменить наименование графы: «Предельная погрешность, %» на «Предельная погрешность (точность записи среднего результата), %».

(ИУС № 3 1986 г.)

Редактор *Т. В. Смыка*
Технический редактор *Л. Б. Семенова*
Корректор *Е. А. Богачкова*

Сдано в наб. 24.07.80 Подп. в печ. 22.09.80 0,5 п. л. 0,31 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2247

gost.e-ecolog.ru