МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 12830— 2022

ЦЕЛЛЮЛОЗА, БУМАГА И КАРТОН

Определение растворимых в кислоте магния, кальция, марганца, железа, меди, натрия и калия

(ISO 12830:2019, Paper, board, pulps and cellulose nanomaterials — Determination of acid-soluble magnesium, calcium, manganese, iron, copper, sodium and potassium, IDT)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «РСТ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 157 «Бумага, картон и изделия из них различного назначения. Древесная масса»

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 14 июля 2022 г. № 61)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 1 августа 2022 г. № 710-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 12830—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2023 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 12830:2019 «Бумага, картон, целлюлоза и наноматериалы на основе целлюлозы. Определение растворимых в кислоте магния, кальция, марганца, железа, меди, натрия и калия» («Paper, board, pulps and cellulose nanomaterials — Determination of acid-soluble magnesium, calcium, manganese, iron, copper, sodium and potassium», IDT).

Международный стандарт ISO 12830:2019 разработан Техническим комитетом ISO/TC 6.

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им межгосударственные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА.

Дополнительные сноски в тексте стандарта, выделенные курсивом, приведены для пояснения текста оригинала

6 ВЗАМЕН ГОСТ ISO 12830—2014

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2019
© Оформление. ФГБУ «РСТ», 2022



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Сущность метода 2
5 Реактивы и материалы 3
6 Аппаратура и оборудование 4
7 Отбор проб 4
7.1 Общие положения 4
7.2 Отбор образцов бумаги, картона и целлюлозы 4
7.3 Отбор образцов наноматериала на основе целлюлозы 4
8 Процедура приготовления анализируемых растворов 5
8.1 Общие положения 5
8.2 Озоление испытуемой навески бумаги, картона и целлюлозы 5
8.3 Озоление испытуемой навески наноматериала на основе целлюлозы 5
8.4 Растворение остатка после озоления бумаги, картона и целлюлозы 6
8.5 Растворение остатка после озоления наноматериала на основе целлюлозы 6
9 Рекомендации по проведению градуировки 7
9.1 Общие положения 7
9.2 Градуировочные растворы для метода AAS 7
9.3 Градуировочные растворы для метода ICP/ES 7
10 Раствор холостого опыта 7
10.1 Раствор холостого опыта для метода AAS 7
10.2 Раствор холостого опыта для метода ICP/ES 8
11 Проведение измерений 8
12 Обработка результатов 8
13 Протокол испытаний 9
Приложение А (справочное) Прецизионность 10
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам 18
Библиография 19

Введение

Настоящий стандарт объединяет в единый документ методы определения растворимых в кислоте соединений магния (Mg), кальция (Ca), марганца (Mn), железа (Fe), меди (Cu), натрия (Na) и калия (K). Настоящий стандарт распространяется исключительно на соединения указанных элементов, растворимые в кислоте.

В ISO 17812 [1] установлена процедура определения общего магния, общего кальция, общего марганца, общего железа и общей меди методом атомно-абсорбционной спектрометрии (AAS) или эмиссионным спектрометрическим методом с индуктивно связанной плазмой (ICP/ES).

В контексте настоящего стандарта термин «наноматериал на основе целлюлозы» относится, главным образом, к целлюлозным нанообъектам (см. 3.1—3.3). Вследствие того, что подобные целлюлозные нанообъекты имеют размеры, находящиеся в нанодиапазоне, их внутренние свойства, поведение и функциональные характеристики отличаются от свойств, поведения и характеристик бумаги, картона и целлюлозы.

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ЦЕЛЛЮЛОЗА, БУМАГА И КАРТОН

Определение растворимых в кислоте магния, кальция, марганца, железа, меди, натрия и калия

Paper, board and pulps. Determination of acid-soluble magnesium, calcium, manganese, iron, copper, sodium and potassium

Дата введения — 2023—01—01

Внимание — Метод, регламентированный настоящим стандартом, подразумевает использование определенных опасных химических реактивов и газов, которые могут образовывать взрывоопасные смеси с воздухом. В связи с чем следует принимать соответствующие меры предосторожности.

Внимание — Метод, регламентированный настоящим стандартом, включает использование наноматериалов. Следует иметь в виду необходимость соблюдения соответствующих мер предосторожности, требований руководств по безопасности нанотехнологических лабораторий и передовых практик.

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все типы бумаги, картона, целлюлозы и наноматериалов на основе целлюлозы и устанавливает методы определения растворимых в кислоте магния, кальция, марганца, железа, меди, натрия и калия: метод атомно-абсорбционной спектрометрии (AAS) или метод эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ICP/ES). Перечисленные элементы представляют собой растворимую в кислоте часть зольного остатка, которая растворяется в соляной или азотной кислотах. Если остаток растворим в кислоте полностью, то результат испытания, полученный в соответствии с установленной настоящим стандартом процедурой, будет равен общему содержанию каждого элемента в пробе.

Диапазон содержаний зависит от определяемого элемента и применяемой измерительной аппаратуры.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты [для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения к нему)]:

ISO 186, Paper and board — Sampling to determine average quality (Бумага и картон. Отбор проб для определения среднего уровня качества)

ISO 638[1)], Paper, board and pulps — Determination of dry matter content — Oven-drying method (Бумага, картон и целлюлоза. Определение содержания сухой массы. Метод высушивания в сушильном шкафу)

[1)] Заменен на ISO 638-1:2021, ISO 638-2:2021. Однако для однозначного соблюдения требования настоящего стандарта, приведенного в датированной ссылке, рекомендуется использовать только указанное в этой ссылке издание.

Издание официальное

ISO 1762, Paper, board and pulps — Determination of residue (ash) on ignition at 525 °C [Бумага, картон, целлюлоза и наноцеллюлоза. Определение остатка (золы) при прокаливании при температуре 525 °C]

ISO 3696, Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для аналитических лабораторий. Технические требования и методы испытания)

ISO 7213, Pulps — Sampling for testing (Целлюлоза. Отбор проб для испытаний)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

Использована терминологическая база данных ISO и IEC для целей стандартизации, размещенная по следующим адресам:

- онлайн-платформа ISO, доступная по адресу: gost.e-ecolog.ru
- Электропедия IEC, доступная по адресу: gost.e-ecolog.ru

3.1 **наноматериал на основе целлюлозы** (cellulose nanomaterial): Материал, состоящий преимущественно из целлюлозы, с любыми внешними размерами приблизительно между 1 и 100 нм или материал, имеющий внутреннюю структуру или структуру поверхности с размерами структурных элементов *нанодиапазона* (3.4), состоящую преимущественно из целлюлозы.

Примечания

1 Синонимами термина «наноматериал на основе целлюлозы» являются термины «наоцеллюлоза» и «целлюлозный наноматериал».

2 Некоторые наноматериалы на основе целлюлозы могут состоять из химически модифицированной целлюлозы.

3 Этот общий термин включает нанообъекты из целлюлозы и материалы из целлюлозы, имеющие наноструктуру.

4 Определения понятий «целлюлоза», «наномасштаб», «нанообъект из целлюлозы» и «целлюлоза с наноструктурой» см. также в ISO/TS 20477:2017.

[ISO/TS 20477:2017, статья 3.3.1, с изменениями — «от 1 до 100 нм» заменено на «1 и 100 нм»; из примечания 1 исключены аббревиатуры; добавлено примечание 4]

3.2 **нанообъект** (nano-object): Дискретная часть материала, линейные размеры которой по одному, двум или трем измерениям находятся в *нанодиапазоне* (3.4).

Примечание — Второй и третий линейные размеры перпендикулярны первому размеру и друг другу.

[ISO/TS 80004-1:2015, статья 2.5]

3.3 **нанообъект на основе целлюлозы** (cellulose nano-object): *Нанообъект* (3.2), состоящий преимущественно из целлюлозы.

[ISO/TS 20477:2017, статья 3.3.2]

3.4 **нанодиапазон** (nanoscale): Диапазон линейных размеров приблизительно от 1 до 100 нм.

Примечание — Уникальные свойства нанообъектов проявляются преимущественно в пределах данного диапазона.

[ISO/TS 80004-1:2015, статья 2.1]

4 Сущность метода

Испытуемый образец озоляют при температуре 525 °C и полученный остаток растворяют в соляной или азотной кислоте. Концентрацию каждого элемента в анализируемом растворе определяют методом AAS или ICP/ES. Для определения может быть использована также измерительная аппаратура другого типа, например ICP масс-спектрометр (ICP/MS), при условии, что полученные при этом результаты имеют прецизионность такого же уровня, как и результаты по методу AAS или ICP/ES, а сама аппаратура аттестована в установленном порядке. Тип используемой измерительной аппаратуры должен быть указан в протоколе испытаний.

5 Реактивы и материалы

5.1 Общие положения

Все химические реактивы должны иметь степень чистоты «чистый для анализа» или выше, если не указано иное. Следует использовать дистиллированную или деионизованную воду 2-й степени чистоты или выше в соответствии с ISO 3696.

5.2 Соляная кислота (HCl), раствор 6 моль/дм^3 с содержанием примесей металлов на уровне следов. Растворяют 500 см^3 концентрированной соляной кислоты (плотностью 1,19 г/мл) в воде и доводят общий объем раствора водой до 1000 см^3.

5.3 Азотная кислота (HNO_3), концентрированная (плотностью 1,4 г/мл), с содержанием примесей металлов на уровне следов.

5.4 Хлорид лантана ($LaCl_3$), раствор с концентрацией лантана ρ(La) = 50 г/дм^3. В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 200 см^3 раствора соляной кислоты (5.2), в котором растворяют, добавляя небольшими порциями, 59 г оксида лантана (La_2O_3), после чего раствор разбавляют до метки водой.

Раствор хлорида лантана используют с целью устранения мешающего влияния других химических соединений при определении кальция и магния в пламени воздух/ацетилен. Добавления раствора не требуется при использовании пламени оксид азота/ацетилен или в случае определения методом ICP/ES.

5.5 Хлорид цезия (CsCl), раствор с концентрацией цезия ρ(Cs) = 50 г/дм^3. В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют в воде 63,5 г хлорида цезия (CsCl) особой чистоты и разбавляют раствор до метки водой.

Раствор хлорида цезия используют для подавления ионизации натрия и калия в пламени воздух/ацетилен, а также для подавления ионизации кальция в пламени оксид азота/ацетилен. Добавления раствора не требуется в случае определения методом ICP/ES.

5.6 Основные стандартные растворы элементов

В качестве основных стандартных растворов каждого из определяемых элементов могут быть использованы коммерчески доступные сертифицированные стандартные растворы для проведения атомно-абсорбционного или атомно-эмиссионного анализа. Основные стандартные растворы могут быть также приготовлены описанными ниже способами.

5.6.1 Магний, стандартный раствор 1000 мг/дм^3

Растворяют 1,000 г металлического магния в виде ленты в 100 см^3 раствора азотной кислоты (5.3) в соотношении 1:4, после чего разбавляют раствор в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 водой до метки.

5.6.2 Кальций, стандартный раствор 1000 мг/дм^3

Растворяют 2,497 г первичного стандарта карбоната кальция ($CaCO_3$) в минимальном объеме раствора азотной кислоты (5.3) в соотношении 1:4 и разбавляют раствор в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 водой до метки.

5.6.3 Марганец, стандартный раствор 1000 мг/дм^3

Растворяют 1,000 г металлического марганца в виде стружки или проволоки в минимальном объеме раствора азотной кислоты (5.3) в соотношении 1:1 и разбавляют раствор в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 водой до метки.

5.6.4 Железо, стандартный раствор 1000 мг/дм^3

Растворяют 1,000 г металлического железа в виде стружки или проволоки в 20 см^3 соляной кислоты (5.2) и разбавляют раствор в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 водой до метки.

5.6.5 Медь, стандартный раствор 1000 мг/дм^3

Растворяют 1,000 г металлической меди в виде стружки или проволоки в минимальном объеме раствора азотной кислоты (5.3) в соотношении 1:1 и разбавляют раствор в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 водой до метки.

5.6.6 Натрий, стандартный раствор 1000 мг/дм^3

Прокаливают порцию безводного сульфата натрия (Na_2SO_4) при температуре 550 °С в платиновом или фарфоровом тигле. Дают тиглю остыть до комнатной температуры в эксикаторе. Растворяют 3,089 г сухого сульфата натрия в воде и разбавляют водой в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 до метки. Раствор хранят в полиэтиленовой емкости.

5.6.7 Калий, стандартный раствор 1000 мг/дм^3

Прокаливают порцию безводного сульфата калия (K_2SO_4) при температуре 550 °С в платиновом или фарфоровом тигле. Дают тиглю остыть до комнатной температуры в эксикаторе. Растворяют 2,228 г сухого сульфата калия в воде и разбавляют водой в мерной колбе вместимостью 1000 см^3 до метки. Раствор хранят в полиэтиленовой емкости.

5.7 Ацетилен, газ и/или окись азота, газ степени чистоты, подходящей для их использования при анализе методом AAS. Окись азота используют только для измерения содержания кальция.

Внимание — Ацетилен образует взрывоопасную смесь с воздухом.

5.8 Газ-носитель, применяемый при анализе методом эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. В качестве газа-носителя обычно рекомендуется использовать аргон.

6 Аппаратура и оборудование

6.1 Общие положения

Используют обычное лабораторное оборудование. Стеклянную и пластиковую посуду перед использованием тщательно моют, ополаскивают раствором соляной кислоты 0,1 моль/дм^3 или 10 %-ным раствором азотной кислоты, а затем дистиллированной водой.

6.2 Бумажные фильтры, обеззоленные, способные удерживать частицы размером от 20 до 25 мкм.

6.3 Тигли из платины или плавленого кварца минимальной вместимостью 50 см^3.

6.4 Муфельная печь, оборудованная устройством для поддержания температуры (525 ± 25) °С.

6.5 Аналитические весы с максимальной нагрузкой 100 г и ценой деления шкалы (дискретностью отсчета) 0,1 мг или менее.

6.6 Атомно-абсорбционный спектрометр, оборудованный горелками, работающими на смеси воздух/ацетилен и окись азота/ацетилен, а также лампами с полым катодом для определения магния (Mg), кальция (Ca), марганца (Mn), железа (Fe), меди (Cu), натрия (Na) и калия (K). Допускается также использовать многоэлементные лампы.

6.7 Эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой.

6.8 Защитные перчатки.

7 Отбор проб

7.1 Общие положения

В случае проведения анализа с целью оценки качества партии бумаги, картона, целлюлозы или наноцеллюлозы пробы отбирают в соответствии с ISO 186 или ISO 7213. Если анализ проводят на пробах другого типа, то указывают источник пробы и, при возможности, процедуру отбора пробы. Материал, отбираемый для испытания, должен быть представительным по отношению ко всей полученной пробе. Количество отбираемого для испытания материала должно быть достаточным для проведения как минимум двух параллельных определений. Следует избегать отбора материала, включающего края, сквозные отверстия, а также части материала, которые могут содержать металлические загрязнения.

При обращении с пробами необходимо надевать защитные перчатки (6.8) во избежание загрязнения пробы.

Также железо имеет тенденцию к неравномерному распределению, рекомендуется использовать для анализа составную пробу.

7.2 Отбор образцов бумаги, картона и целлюлозы

При отборе образцов бумаги, картона или целлюлозы для проведения испытания отрывают или отделяют небольшие кусочки материала от разных частей пробы общей массой не менее 30 г. Этого количества достаточно для проведения параллельных определений в соответствии с разделом 8.

7.3 Отбор образцов наноматериала на основе целлюлозы

В некоторых случаях может оказаться невозможным получить достаточное количество твердого материала от пробы наноматериала на основе целлюлозы. Если проба представляет собой твердый целлюлозный наноматериал, то от разных частей пробы отрывают или отделяют достаточное для проведения параллельных определений количество материала, находящегося в виде маленьких кусочков,

сухого порошка или чешуек, как описано в разделе 8. Если проба находится в форме водной суспензии, то из разных мест водной суспензии отбирают достаточное для проведения параллельных определений количество материала (рассчитанное на сухое состояние, т. е. без воды и влаги), как описано в разделе 8, высушивают его для получения предварительно высушенной пробы в какой-либо из твердых форм — в виде чешуек, порошка или др., после чего материал перемешивают до гомогенного состояния. От такой предварительно высушенной пробы отбирают навеску для испытания. Не рекомендуется перед высушиванием проводить фильтрацию жидкой пробы с целью ее концентрирования, так как это может привести к потере растворенного материала.

8 Процедура приготовления анализируемых растворов

8.1 Общие положения

Хотя настоящий стандарт устанавливает метод сжигания сухого вещества с последующей обработкой остатка кислотой, могут быть использованы и другие методы перевода вещества в раствор, такие как мокрое сжигание или микроволновое разложение с использованием различных комбинаций кислот, при условии подтверждения правильности результатов.

Внимание — Для проб с высоким содержанием кремния метод микроволнового разложения с азотной кислотой может приводить к заниженным результатам для магния и некоторых других элементов.

8.2 Озоление испытуемой навески бумаги, картона и целлюлозы

Испытание проводят параллельно на двух навесках пробы.

Пробу сушат на воздухе в атмосфере лаборатории до достижения ею состояния равновесия с окружающим воздухом по влажности.

Определяют массовую долю сухого вещества в высушенной на воздухе пробе, как описано в ISO 638. Для этой цели отбирают отдельную навеску одновременно с навеской, предназначенной для озоления.

Для определения макроэлементов, в число которых входят магний, кальций, натрий и калий, рекомендуется отбирать навеску для озоления массой от 1 до 2 г (в расчете на сухое состояние). Для определения микроэлементов, включающих марганец, железо и медь, рекомендуется отбирать навеску для озоления массой от 5 до 10 г. Если определяемый элемент содержится в следовых количествах, рекомендуется отбирать навеску для озоления массой более 10 г.

Проводят озоление навески в соответствии с ISO 1762.

Во избежание воспламенения тигель с навеской накрывают крышкой. Крышка должна лишь частично закрывать тигель, чтобы исключить возможность образования в нем не растворимых в кислоте соединений. Например, в восстановительной среде может произойти потеря меди, связанная с образованием ее сплава с платиной.

Если по каким-либо причинам минимальная масса испытуемой пробы не помещается в тигель, то допускается уплотнить пробу до меньшего объема.

8.3 Озоление испытуемой навески наноматериала на основе целлюлозы

Испытание проводят параллельно на двух навесках пробы.

Пробу сушат на воздухе в атмосфере лаборатории до достижения ею состояния равновесия с окружающим воздухом по влажности.

Определяют массовую долю сухого вещества в высушенной на воздухе пробе, как описано в ISO 638. Для этой цели отбирают отдельную навеску одновременно с навеской, предназначенной для озоления.

Для определения макроэлементов, в число которых входят магний, кальций, натрий и калий, рекомендуется отбирать навеску для озоления массой от 1 до 2 г (в расчете на сухое состояние). Для определения микроэлементов, включающих марганец, железо и медь, рекомендуется отбирать навеску для озоления массой от 5 до 10 г. Если определяемый элемент содержится в следовых количествах, рекомендуется отбирать навеску для озоления массой более 10 г. Однако, исходя из того, что не от всех проб наноматериалов на основе целлюлозы можно отобрать необходимое количество материала (примером таких целлюлозных наноматериалов могут служить разбавленные суспензии), допускается использовать навеску пробы меньшей массы при условии указания этой массы в протоколе испытаний

в соответствии с разделом 13. При этом возможно снижение прецизионности результатов испытания по сравнению с результатами, полученными на навесках с большей массой.

Проводят озоление навески в соответствии с ISO 1762.

Во избежание воспламенения тигель с навеской накрывают крышкой. Крышка должна лишь частично закрывать тигель, чтобы исключить возможность образования в нем не растворимых в кислоте соединений. Например, в восстановительной среде может произойти потеря меди, связанная с образованием ее сплава с платиной.

Если по каким-либо причинам минимальная масса испытуемой пробы не помещается в тигель, то допускается уплотнить пробу до меньшего объема.

При определении остатка (золы) после озоления при температуре 525 °С целлюлозных нанокристаллов часто необходим дополнительный этап озоления. При определении в целлюлозных нанокристаллах металлов, растворимых в кислоте, дополнительный этап озоления проводить не следует во избежание потерь металлов в случае длительного нагревания.

8.4 Растворение остатка после озоления бумаги, картона и целлюлозы

После озоления пробы дают тиглю остыть. Смачивают остаток от сожжения пробы водой, не допуская разбрызгивания, после чего в вытяжном шкафу осторожно добавляют в тигель 5 $см^3$ соляной кислоты (5.2) или азотной кислоты (5.3). Содержимое тигля выпаривают досуха на кипящей водяной бане, электроплитке или под инфракрасной лампой. Эту процедуру повторяют.

Для обработки проб с высоким содержанием карбонатов может потребоваться более 10 $см^3$ кислоты (2 × 5 $см^3$). При необходимости процедуру повторяют еще раз.

К полученному сухому остатку приливают следующие 5 $см^3$ раствора соляной кислоты (5.2). Если в тигле присутствует видимый нерастворимый осадок, нагревают тигель в течение нескольких минут, накрывая его часовым стеклом и не доводя до кипения. Содержимое тигля фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ через бумажный фильтр (6.2). Для обеспечения полноты переноса в тигель добавляют еще порцию раствора соляной кислоты (5.2) объемом 5 $см^3$ и при необходимости снова нагревают. Фильтруют последнюю порцию кислоты в ту мерную колбу, в которой находится основная порция содержимого, обмывая внутренние стенки тигля небольшим количеством воды (5.1). Если это необходимо для дальнейшего определения методом AAS, добавляют в колбу 4 $см^3$ раствора хлорида лантана (5.4) или 2 $см^3$ раствора хлорида цезия (5.5). Раствор в колбе разбавляют до метки водой и перемешивают. Полученный раствор является анализируемым раствором.

Размеры сосуда для микроволнового разложения могут ограничивать количество подвергаемой разложению пробы. При необходимости разлагаемая проба может быть упарена, а после разложения разбавлена до конечного объема раствора 25 $см^3$ с соблюдением указанных выше пропорций реактивов.

8.5 Растворение остатка после озоления наноматериала на основе целлюлозы

После озоления пробы дают тиглю остыть. Для растворения остатка от озоления пробы наноматериала на основе целлюлозы рекомендуется использовать азотную кислоту (5.3). Смачивают остаток водой, не допуская разбрызгивания, после чего в вытяжном шкафу осторожно добавляют в тигель 5 $см^3$ азотной кислоты (5.3). Содержимое тигля выпаривают досуха на кипящей водяной бане, электроплитке или под инфракрасной лампой. Эту процедуру повторяют.

Для обработки проб наноматериала на основе целлюлозы может потребоваться более 10 $см^3$ кислоты (2 × 5 $см^3$). При необходимости процедуру повторяют.

В ISO 21400 [2] представлен метод микроволнового растворения образцов нанокристаллов целлюлозы (с использованием азотной кислоты), применяемый к нанокристаллам целлюлозы или любым другим пробам, для которых метод микроволнового разложения прошел валидацию.

К полученному сухому остатку приливают следующие 5 $см^3$ азотной кислоты (5.3). Если в тигле присутствует видимый нерастворимый осадок, нагревают тигель в течение нескольких минут, накрывая его часовым стеклом и не доводя до кипения. Для обеспечения полноты переноса содержимого добавляют в тигель 5 $см^3$ воды (5.1) и при необходимости снова нагревают. Содержимое тигля переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, обмывая внутренние стенки тигля небольшим количеством воды (5.1). Если это необходимо для дальнейшего определения методом AAS, добавляют в колбу 4 $см^3$ раствора хлорида лантана (5.4) или 2 $см^3$ раствора хлорида цезия (5.5). Раствор в колбе разбавляют до метки водой и перемешивают. Если в растворе присутствуют нерастворенные частицы, раствор может

быть подвергнут обработке ультразвуком для растворения осадка. Если осадок не растворяется под воздействием ультразвука, раствор можно отфильтровать или дать ему отстояться и использовать для дальнейшего анализа осветленный раствор над осадком.

Размеры сосуда для микроволнового разложения могут ограничивать количество подвергаемой разложению пробы. При необходимости разлагаемая проба может быть упарена, а после разложения разбавлена до конечного объема раствора 25 $см^3$ с соблюдением указанных выше пропорций реактивов.

9 Рекомендации по проведению градуировки

9.1 Общие положения

Важно, чтобы концентрация кислоты и концентрация хлорида лантана/хлорида цезия в градуировочных растворах была такой же, как в анализируемых растворах проб, поскольку сигнал измерительного прибора зависит от концентрации кислоты и соли в растворе.

Градуировочные растворы нестабильны, поэтому их следует готовить в день их использования и содержать в пластиковых емкостях. Основные стандартные растворы более стабильны и могут храниться в течение нескольких месяцев.

Один градуировочный раствор (в одной колбе) может содержать несколько элементов.

9.2 Градуировочные растворы для метода AAS

При проведении определения методом AAS готовят как минимум три градуировочных раствора для каждого элемента путем разбавления соответствующих основных стандартных растворов (5.6) в мерных колбах вместимостью 100 $см^3$, в которые предварительно помещают 10 $см^3$ соляной кислоты (5.2) или 5 $см^3$ азотной кислоты (5.3), в зависимости от того, какая кислота использована для растворения остатка после озоления по 8.4 или 8.5. Кроме того, готовят холостой раствор таким же образом, как градуировочные растворы, но без добавления какого-либо стандартного раствора элемента.

При приготовлении градуировочных растворов кальция и магния с целью их дальнейшего определения в пламени воздух/ацетилен в каждую колбу добавляют от 4 до 20 $см^3$ раствора хлорида лантана (5.4) [ρ(La) будет равна от 2 до 10 $г/дм^3$]. Требуемая концентрация лантана зависит от концентрации мешающих элементов в растворе пробы, таких как P. При приготовлении градуировочных растворов натрия и калия с целью их дальнейшего определения в пламени воздух/ацетилен в каждую колбу добавляют 2 $см^3$ раствора хлорида цезия (5.5) [ρ(Cs) будет равна 1 $г/дм^3$]. При приготовлении градуировочного раствора кальция с целью его дальнейшего определения в пламени окись азота/ацетилен в колбу добавляют 2 $см^3$ раствора хлорида цезия (5.5) [ρ(Cs) будет равна 1 $г/дм^3$].

9.3 Градуировочные растворы для метода ICP/ES

При проведении определения методом ICP/ES готовят как минимум три градуировочных раствора для каждого элемента; при этом добавления растворов хлорида лантана или хлорида цезия не требуется. Перед разбавлением основных стандартных растворов элементов (5.6) в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$ добавляют 10 $см^3$ соляной кислоты (5.2) или 5 $см^3$ азотной кислоты (5.3). Кроме того, готовят холостой раствор таким же образом, как градуировочные растворы, но без добавления какого-либо стандартного раствора элемента.

10 Раствор холостого опыта

10.1 Раствор холостого опыта для метода AAS

Готовят раствор холостого опыта, в котором отсутствует раствор определяемого элемента, но содержится определенное количество соляной кислоты (5.2) или азотной кислоты (5.3) в соответствии с тем, какую кислоту использовали для растворения остатка после озоления пробы по 8.4 или 8.5, и такое же количество хлорида лантана (5.4) и/или хлорида цезия (5.5), в зависимости от типа пламени, используемого для измерений, как и градуировочные растворы.

10.2 Раствор холостого опыта для метода ICP/ES

Готовят раствор холостого опыта, в котором отсутствует раствор определяемого элемента, но содержится определенное количество соляной кислоты (5.2) или азотной кислоты (5.3) в соответствии с тем, какую кислоту использовали для растворения остатка после озоления пробы по 8.4 или 8.5, как и градуировочные растворы.

11 Проведение измерений

При определении каждого элемента необходимо оптимизировать условия измерения и настройку атомно-абсорбционного спектрометра или атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой и проводить измерения в соответствии с рекомендациями изготовителя прибора.

Для метода AAS рекомендуется использовать следующие длины волн для измерений:

- магния — 285,2 нм;
- кальция — 422,7 нм;
- марганца — 279,5 нм;
- железа — 248,3 нм;
- меди — 324,8 нм;
- натрия — 589,0 нм;
- калия — 766,5 нм.

Для метода ICP/ES рекомендуется использовать следующие длины волн для измерений:

- магния — 279,55 нм (низкое содержание элемента), 280,27 нм (высокое содержание элемента);
- кальция — 396,85 нм (низкое содержание элемента), 317,93 нм (высокое содержание элемента);
- марганца — 257,61 нм;
- железа — 259,94 нм;
- меди — 324,75 нм;
- натрия — 589,00 нм;
- калия — 766,50 нм.

Проводят измерения градуировочных растворов, анализируемого раствора и раствора холостого опыта. Если измеренные значения для анализируемого раствора выходят за пределы градуировочного диапазона, скорректированного на величину холостого опыта, анализируемый раствор разбавляют водой так, чтобы получить значение, попадающее в область градуировочного графика. Все конечные разбавленные анализируемые растворы должны иметь такую же концентрацию кислоты [10/100 $см^3$ для соляной кислоты (5.2) или 5/100 $см^3$ для азотной кислоты (5.3)], как и соответствующий градуировочный раствор, и такую же концентрацию хлорида лантана или хлорида цезия.

Если анализируемый раствор не требует разбавления, то в дальнейшем не надо добавлять в него соляную кислоту (5.2) или азотную кислоту (5.3), так как он уже содержит необходимое количество кислоты, добавленное на этапе растворения остатка после озоления.

В ISO 21400 [2] установлен метод ICP/ES для определения серы в нанокристаллах целлюлозы, основы которого могут быть использованы для определения металлов в нанокристаллах целлюлозы или других пробах, для которых этот метод получил подтверждение.

Если результат измерения анализируемого раствора попадает в градуировочный диапазон, то по градуировочному графику определяют концентрацию определяемого элемента в анализируемом растворе.

В спектрометрах с микропроцессорным управлением концентрации элементов определяются автоматически и построения градуировочных графиков не требуется.

12 Обработка результатов

Содержание каждого растворимого в кислоте элемента в испытуемой пробе w_e, мг/кг, вычисляют по формуле

$$w_e = \frac{f\rho_e V}{m}, \quad (1)$$

где f — фактор разбавления. Если анализируемый раствор не подвергался разбавлению, то $f = 1$;

ρ_e — концентрация конкретного элемента в анализируемом растворе за вычетом холостого опыта, полученная по градуировочному графику, мг/дм^3;

V — объем исходного анализируемого раствора (стандартный объем равен 100 см^3), см^3;

m — масса образца, взятая для озоления, выраженная на сухое состояние (высушенное в сушильном шкафу), г.

За окончательный результат испытания принимают среднее значение результатов параллельных определений. Среднее значение округляют до двух значащих цифр для значений менее 10 мг/кг и до трех значащих цифр для значений 10 мг/кг и более. Если элемент не обнаружен, результат записывают как «менее предела обнаружения (x мг/кг)», где x — предел обнаружения данного элемента данным прибором, мг/кг.

Примечание — Данные о прецизионности метода приведены в приложении А.

13 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) дату и место проведения испытания;

c) полную идентификацию испытуемой пробы;

d) аппаратуру, использованную для определения элемента (методом AAS или ICP/ES);

e) результаты, выраженные в соответствии с разделом 12;

f) любые отклонения от процедуры, описанной в настоящем стандарте, или любые обстоятельства, которые могли повлиять на результат.

Приложение А
(справочное)

Прецизионность

А.1 Общие положения. Целлюлоза, бумага и картон

В декабре 2009 г. проведены международные сравнительные испытания, в которых приняли участие шесть лабораторий из пяти стран.

Испытаниям были подвергнуты шесть проб целлюлозы, бумаги и картона разного типа. Пробы предоставлены лабораториям-участникам для проведения испытания в соответствии с настоящим стандартом. В некоторых случаях результаты признаны выбросами и не включены в обработку для определения прецизионности. Например, содержание растворимой в кислоте меди оказалось заниженным во многих случаях, и результаты ее определения в нескольких лабораториях не были учтены. Данные о воспроизводимости и повторяемости (включая средние значения и коэффициенты вариации) настоящего метода для каждого типа проб приведены в таблицах А.1—А.12.

Вычисления проведены в соответствии с ISO/TR 24498 [3].

Представленные пределы повторяемости и воспроизводимости являются оценками максимального расхождения, ожидаемого в 19 случаях из 20 при сравнении двух результатов, полученных для одного и того же материала при одинаковых условиях испытания. Данные оценки не могут быть распространены на другие материалы и другие условия испытания.

Примечание — Пределы повторяемости и воспроизводимости вычислены путем умножения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости на 2,77, где 2,77 = $1{,}96\sqrt{2}$.

А.2 Повторяемость. Целлюлоза, бумага и картон

Таблица А.1 — Повторяемость результатов испытаний беленой древесины хвойных пород

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,r}$, %	Предел повторяемости r, мг/кг
Магний (Mg)	6	213	6,7	3,3	19,3
Кальций (Ca)	6	38,5	2,4	6,1	6,5
Марганец (Mn)	6	0,32	0,05	16,9	0,2
Железо (Fe)	6	23,5	0,60	2,5	1,6
Медь (Cu)	5	0,37	0,04	12,3	0,1
Натрий (Na)	6	186	3,2	1,7	9,0
Калий (K)	6	7,8	0,69	8,7	1,9

Таблица А.2 — Повторяемость результатов испытаний беленой древесины лиственных пород

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,r}$, %	Предел повторяемости r, мг/кг
Магний (Mg)	5	331	3,4	1,0	9,5
Кальций (Ca)	6	45,7	1,4	3,2	4,0
Марганец (Mn)	6	0,64	0,01	1,8	0,03
Железо (Fe)	6	32,6	0,70	2,2	1,9
Медь (Cu)	4	0,15	0,02	11,5	0,05
Натрий (Na)	6	281	5,2	1,8	14,3
Калий (K)	6	8,0	0,26	3,2	0,7

Таблица А.3 — Повторяемость результатов испытаний химико-термомеханической древесной массы (CTMP[1)])

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,r}$, %	Предел повторяемости r, мг/кг
Магний (Mg)	6	19,8	0,19	1,0	0,5
Кальций (Ca)	6	142	7,8	5,5	21,6
Марганец (Mn)	6	0,21	0,03	12,1	0,07
Железо (Fe)	5	1,1	0,13	11,6	0,4
Медь (Cu)	4	0,23	0,02	6,6	0,04
Натрий (Na)	6	1 070	14,5	1,4	40,3
Калий (K)	5	6,8	0,23	3,5	0,6

Таблица А.4 — Повторяемость результатов испытаний немелованной бумаги

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,r}$, %	Предел повторяемости r, мг/кг
Магний (Mg)	6	328	7,0	2,1	19,3
Кальций (Ca)	5	39 900	454	1,1	1260
Марганец (Mn)	6	13,1	0,26	2,0	0,7
Железо (Fe)	6	77,2	1,2	1,5	3,2
Медь (Cu)	5	0,35	0,06	18,4	0,2
Натрий (Na)	6	1 370	37,9	2,8	105
Калий (K)	5	23,0	0,80	3,5	2,2

Таблица А.5 — Повторяемость результатов испытаний мелованной бумаги

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,r}$, %	Предел повторяемости r, мг/кг
Магний (Mg)	6	1 830	104	5,7	289
Кальций (Ca)	6	107 000	365	0,3	1010
Марганец (Mn)	6	8,6	0,12	1,4	0,3
Железо (Fe)	6	267	10,3	3,9	28,6
Медь (Cu)	5	0,71	0,09	12,2	0,2
Натрий (Na)	6	1 560	54,4	3,5	151
Калий (K)	6	42,7	1,3	3,0	3,5

Таблица А.6 — Повторяемость результатов испытаний картона

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,r}$, %	Предел повторяемости r, мг/кг
Магний (Mg)	6	234	4,1	1,7	11,3
Кальций (Ca)	6	19 800	471	2,4	1300

[1)] *Chemo-thermo-mechanical pulp*.

Окончание таблицы А.6

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,r}$, %	Предел повторяемости r, мг/кг
Марганец (Mn)	6	10,1	0,27	2,6	0,7
Железо (Fe)	6	155	7,1	4,5	19,6
Медь (Cu)	5	1,0	0,15	15,1	0,4
Натрий (Na)	6	620	8,5	1,4	23,6
Калий (K)	6	21,0	0,51	2,4	1,4

А.3 Воспроизводимость. Целлюлоза, бумага и картон

Таблица А.7 — Воспроизводимость результатов испытаний беленой древесины хвойных пород

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,R}$, %	Предел повторяемости R, мг/кг
Магний (Mg)	6	213	44,8	21,0	124
Кальций (Ca)	6	38,5	9,7	25,3	26,9
Марганец (Mn)	6	0,32	0,06	17,2	0,15
Железо (Fe)	6	23,5	3,4	14,6	9,49
Медь (Cu)	5	0,37	0,36	97,6	0,99
Натрий (Na)	6	186	15,4	8,3	42,8
Калий (K)	6	7,8	6,6	84,3	18,3

Таблица А.8 — Воспроизводимость результатов испытаний беленой древесины лиственных пород

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,R}$, %	Предел повторяемости R, мг/кг
Магний (Mg)	5	331	78,6	23,7	218
Кальций (Ca)	6	45,7	11,0	24,1	27,0
Марганец (Mn)	6	0,64	0,08	12,7	0,23
Железо (Fe)	6	32,6	9,7	29,9	27,0
Медь (Cu)	4	0,15	0,13	84,0	0,36
Натрий (Na)	6	281	37,4	13,3	103
Калий (K)	6	8,0	5,2	65,0	14,3

Таблица А.9 — Воспроизводимость результатов испытаний химико-термомеханической древесной массы (CTMP)

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,R}$, %	Предел повторяемости R, мг/кг
Магний (Mg)	6	19,8	1,3	6,6	3,64
Кальций (Ca)	6	142	18,4	12,9	50,9
Марганец (Mn)	6	0,21	0,07	33,2	0,20
Железо (Fe)	5	1,1	0,40	35,3	1,12

Окончание таблицы А.9

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,R}$, %	Предел повторяемости R, мг/кг
Медь (Cu)	4	0,23	0,21	89,0	0,57
Натрий (Na)	6	1 070	118	11,1	328
Калий (K)	5	6,8	2,4	35,2	6,59

Таблица А.10 — Воспроизводимость результатов испытаний немелованной бумаги

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,R}$, %	Предел повторяемости R, мг/кг
Магний (Mg)	6	328	38,6	11,8	107
Кальций (Ca)	5	39 900	3450	8,6	9550
Марганец (Mn)	6	13,1	2,9	22,1	8,0
Железо (Fe)	6	77,2	20,5	26,5	56,7
Медь (Cu)	5	0,35	0,17	49,0	0,5
Натрий (Na)	6	1370	183	13,4	508
Калий (K)	5	23,0	7,6	33,2	21,1

Таблица А.11 — Воспроизводимость результатов испытаний мелованной бумаги

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,R}$, %	Предел повторяемости R, мг/кг
Магний (Mg)	6	1830	288	15,8	799
Кальций (Ca)	6	107 000	11 600	10,8	32 200
Марганец (Mn)	6	8,6	2,4	27,5	6,6
Железо (Fe)	6	267	102	38,1	282
Медь (Cu)	5	0,71	0,16	22,2	0,4
Натрий (Na)	6	1560	286	18,3	791
Калий (K)	6	42,7	29,4	68,7	81,3

Таблица А.12 — Воспроизводимость результатов испытаний картона

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,R}$, %	Предел повторяемости R, мг/кг
Магний (Mg)	6	234	25,2	10,8	69,9
Кальций (Ca)	6	19 800	2 890	14,6	8000
Марганец (Mn)	6	10,1	1,5	14,7	4,1
Железо (Fe)	6	155	32,5	20,9	90,1
Медь (Cu)	5	1,0	0,37	37,4	1,0
Натрий (Na)	6	620	139	22,4	385
Калий (K)	6	21,0	12,1	57,6	33,5

А.4 Общие положения. Наноматериалы на основе целлюлозы

Содержание растворимых в кислоте металлов определено в четырех пробах наноматериалов на основе целлюлозы в ходе международных круговых испытаний, в которых приняли участие девять лабораторий из восьми стран.

В некоторых случаях результаты признаны выбросами и исключены из обработки при определении прецизионности. В частности, содержание растворимых в кислоте марганца и меди, а также в меньшей степени растворимых в кислоте железа и калия во всех пробах было настолько низким, что было трудно получить четкую повторяемость результатов определения этих элементов. Поэтому некоторые выбивающиеся из общего ряда данные исключены из расчетов. Данные о воспроизводимости и повторяемости (включая средние значения и коэффициенты вариации) для каждого типа проб приведены в таблицах А.13—А.20.

Вычисления проведены в соответствии с ISO/TR 24498 [3].

Представленные пределы повторяемости и воспроизводимости являются оценками максимального расхождения, ожидаемого в 19 случаях из 20 при сравнении двух результатов, полученных для одного и того же материала при одинаковых условиях испытания. Данные оценки не могут быть распространены на другие материалы и другие условия испытания.

Примечание — Пределы повторяемости и воспроизводимости вычислены путем умножения стандартных отклонений повторяемости и воспроизводимости на 2,77, где 2,77 = $1{,}96\sqrt{2}$.

А.5 Повторяемость. Наноматериалы на основе целлюлозы

Таблица А.13 — Повторяемость результатов испытания пробы целлюлозных нанокристаллов CNC 1[a]

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,r}$, %	Предел повторяемости r, мг/кг
Магний (Mg)	9	82,8	5,7	6,9	15,8
Кальций (Ca)	8	81,9	2,9	3,5	8,0
Марганец (Mn)	8	0,28	0,033	11,6	0,091
Железо (Fe)	7	14,2	0,65	4,6	1,80
Медь (Cu)	6	0,28	0,046	16,3	0,13
Натрий (Na)	9	5892	252	4,3	699
Калий (K)	8	41,3	2,3	5,5	6,2

[a] Две пробы, CNC 1 и CNC 2, отобраны от одной партии, но приготовлены отдельно друг от друга.

Таблица А.14 — Повторяемость результатов испытания пробы целлюлозных нанокристаллов CNC 2[a]

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,r}$, %	Предел повторяемости r, мг/кг
Магний (Mg)	8	81,7	3,8	4,7	10,6
Кальций (Ca)	8	75,7	4,8	6,3	13,2
Марганец (Mn)	8[b]	0,28	0,019	6,6	0,051
Железо (Fe)	7	13,4	0,64	4,8	1,77
Медь (Cu)	6[c]	0,27	0,058	21,2	0,16
Натрий (Na)	8	5746	250	4,4	693
Калий (K)	8	38,8	3,0	7,7	8,3

[a] Две пробы, CNC 1 и CNC 2, отобраны от одной партии, но приготовлены отдельно друг от друга.

[b] В одной из лабораторий значение статистического критерия k (мера стабильности данных) несколько выше критического значения k. Однако эти данные включены в расчет, поскольку среднее значение показателя четко укладывалось в диапазон этого показателя для других лабораторий.

Окончание таблицы А.14

[c] В одной из лабораторий значения статистических критериев *h* и *k* несколько выше критических значений. Однако эти данные были включены в расчет, поскольку общее среднее значение показателя было предельно близким к среднему значению, полученному для пробы CNC 1 (отобранной от такой же партии продукции, как и проба CNC 2).

Таблица А.15 — Повторяемость результатов испытания пробы целлюлозных нановолокон CNF 1

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,r}$, %	Предел повторяемости *r*, мг/кг
Магний (Mg)	9[a]	86,3	4,6	5,3	12,6
Кальций (Ca)	7	369	16,5	4,5	45,6
Марганец (Mn)	9	3,10	0,19	6,2	0,54
Железо (Fe)	8	26,0	2,2	8,4	6,0
Медь (Cu)	8	0,89	0,10	11,0	0,27
Натрий (Na)	8[a]	255	15,7	6,1	43,4
Калий (K)	8	18,6	2,1	11,1	5,7

[a] В случае одной лаборатории для данного элемента значение статистического критерия *k* (мера стабильности данных) было несколько выше критического значения *k*. Однако эти данные включены в расчет, поскольку среднее значение показателей четко укладывалось в диапазон значений этого показателя для других лабораторий.

Таблица А.16 — Повторяемость результатов испытания пробы целлюлозных нановолокон CNF 2

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,r}$, %	Предел повторяемости *r*, мг/кг
Магний (Mg)	9	632	57,9	9,2	160
Кальций (Ca)	8	515	23,4	4,6	65,0
Марганец (Mn)	9	2,22	0,16	7,4	0,45
Железо (Fe)	8	64,2	5,1	7,9	14,1
Медь (Cu)	8	1,34	0,14	10,7	0,40
Натрий (Na)	9[a]	908	28,6	3,2	79,4
Калий (K)	8	49,6	2,9	5,8	8,0

[a] В случае одной лаборатории значение статистического критерия *k* (мера стабильности данных) несколько выше критического значения *k*. Однако эти данные включены в расчет, поскольку среднее значение показателя четко укладывалось в диапазон значений этого показателя для других лабораторий.

А.6 Воспроизводимость. Наноматериалы на основе целлюлозы

Таблица А.17 — Воспроизводимость результатов испытания пробы целлюлозных нанокристаллов CNC 1[a]

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,R}$, %	Предел повторяемости *R*, мг/кг
Магний (Mg)	9	82,8	9,2	11,1	25,4
Кальций (Ca)	8	81,9	7,7	9,4	21,4
Марганец (Mn)	8	0,28	0,09	30,7	0,24

Окончание таблицы А.17

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,R}$, %	Предел повторяемости R, мг/кг
Железо (Fe)	7	14,2	1,2	8,7	3,4
Медь (Cu)	6	0,28	0,13	45,7	0,35
Натрий (Na)	9	5892	511	8,7	1416
Калий (K)	8	41,3	11,1	26,9	30,8
[a] Две пробы, CNC 1 и CNC 2, отобраны от одной партии, но приготовлены отдельно друг от друга.					

Таблица А.18 — Воспроизводимость результатов испытания пробы целлюлозных нанокристаллов CNC 2[a]

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,R}$, %	Предел повторяемости R, мг/кг
Магний (Mg)	8	81,7	11,0	13,5	30,5
Кальций (Ca)	8	75,7	11,9	15,7	32,9
Марганец (Mn)	8[b]	0,28	0,10	36,8	0,28
Железо (Fe)	7	13,4	2,0	14,8	5,5
Медь (Cu)	6[c]	0,27	0,18	64,8	0,49
Натрий (Na)	8	5746	507	8,8	1405
Калий (K)	8	38,8	8,2	21,1	22,7

[a] Две пробы, CNC 1 и CNC 2, отобраны от одной партии, но приготовлены отдельно друг от друга.

[b] В одной из лабораторий значение статистического критерия k (мера стабильности данных) несколько выше критического значения k. Однако эти данные включены в расчет, поскольку среднее значение показателя четко укладывалось в диапазон этого показателя для других лабораторий.

[c] В одной из лабораторий значение статистических критериев h и k несколько выше критических значений. Однако эти данные включены в расчет, поскольку общее среднее значение показателя было предельно близким к среднему значению, полученному для пробы CNC 1 (отобранной от такой же партии продукции, как и проба CNC 2).

Таблица А.19 — Воспроизводимость результатов испытания пробы целлюлозных нановолокон CNF 1

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,R}$, %	Предел повторяемости R, мг/кг
Магний (Mg)	9[a]	86,3	9,0	10,5	25,0
Кальций (Ca)	7	369	30,0	8,1	83,3
Марганец (Mn)	9	3,10	0,36	11,6	1,0
Железо (Fe)	8	26,0	3,7	14,4	10,4
Медь (Cu)	8	0,89	0,28	32,0	0,79
Натрий (Na)	8[a]	255	34,4	13,5	95,5
Калий (K)	8	18,6	4,1	22,2	11,4

[a] В случае одной лаборатории для данного элемента значение статистического критерия k (мера стабильности данных) несколько выше критического значения k. Однако эти данные включены в расчет, поскольку среднее значение показателей четко укладывалось в диапазон значений этого показателя для других лабораторий.

Таблица А.20 — Воспроизводимость результатов испытания пробы целлюлозных нановолокон CNF 2

Элемент	Число лабораторий	Среднее значение, мг/кг	Стандартное отклонение s_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{V,R}$, %	Предел повторяемости R, мг/кг
Магний (Mg)	9	632	182	28,8	504
Кальций (Ca)	8	515	33,6	6,5	93,1
Марганец (Mn)	9	2,22	0,37	16,9	1,0
Железо (Fe)	8	64,2	10,5	16,4	29,1
Медь (Cu)	8	1,34	0,25	18,7	0,70
Натрий (Na)	9[a]	908	95,5	10,5	265
Калий (K)	8	49,6	6,6	13,3	18,3

[a] В случае одной лаборатории значение статистического критерия k (мера стабильности данных) несколько выше критического значения k. Однако эти данные включены в расчет, поскольку среднее значение показателя четко укладывалось в диапазон значений этого показателя для других лабораторий.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов межгосударственным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 186	MOD	ГОСТ 32546—2013 (ISO 186:2002) «Бумага и картон. Отбор проб для определения среднего качества»
ISO 638	MOD	ГОСТ 16932—93 (ИСО 638—78) «Целлюлоза. Определение содержания сухого вещества»
ISO 1762	—	*,[1]
ISO 3696	—	*,[2]
ISO 7213	MOD	ГОСТ 7004—93 (ИСО 7213—81) «Целлюлоза. Отбор проб для испытаний»

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- MOD — модифицированные стандарты.

[1] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 1762—2022 «Бумага, картон, целлюлоза и наноматериалы на основе целлюлозы. Определение остатка после озоления (золы) при температуре 525 °С».

[2] В Российской Федерации действует ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987) «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

Библиография

[1] ISO 17812 Paper, board and pulps — Determination of total magnesium, total calcium, total manganese, total iron and total copper (Бумага, картон и целлюлоза. Определение общего магния, общего кальция, общего марганца, общего железа и общей меди)

[2] ISO 21400 Pulp — Determination of cellulose nanocrystal sulfur and sulfate half-ester content (Целлюлоза. Определение содержания серы и сульфат-замещенных кислых эфиров в нанокристаллах целлюлозы)

[3] ISO/TR 24498 Paper, board and pulps — Estimation of uncertainty for test methods by interlaboratory comparisons (Бумага, картон и целлюлоза. Оценка неопределенности методов испытаний путем межлабораторных сравнений)

[4] ISO/TS 20477 Nanotechnologies — Standard terms and their definition for cellulose nanomaterial (Нанотехнологии. Термины и определения, относящиеся к наноматериалам на основе целлюлозы)

УДК 676.01:006.354 МКС 85.060 IDT

Ключевые слова: бумага, картон, целлюлоза, наноматериалы на основе целлюлозы, остаток после озоления, растворимые в кислоте металлы, атомно-абсорбционная спектрометрия, эмиссионная спектрометрия с индуктивно связанной плазмой

Редактор *Л.С. Зимилова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 04.08.2022. Подписано в печать 09.08.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 3,26. Уч.-изд. л. 2,95.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «РСТ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru