ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 70267— 2022 (ИСО 2144:2019)

БУМАГА, КАРТОН И ЦЕЛЛЮЛОЗА

Метод определения остатка (золы) при прокаливании при 900 °С

[ISO 2144:2019, Paper, board, pulps and cellulose nanomaterials — Determination of residue (ash con-tent) on ignition at 900 °C, MOD]

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2022

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Российский институт стандартизации» (ФГБУ «РСТ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 августа 2022 г. № 745-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 2144:2019 «Бумага, картон, целлюлоза и наноматериалы на основе целлюлозы. Определение остатка после прокаливания (золы) при 900 °С» [ISO 2144:2019 «Paper, board, pulps and cellulose nanomaterials — Determination of residue (ash content) on ignition at 900 °C», MOD] путем изменения отдельных фраз (слов, ссылок), которые выделены в тексте курсивом.

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных и национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

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

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 Аппаратура 3
6 Отбор проб и подготовка образца для испытания 3
6.1 Количество пробы 3
6.2 Отбор проб бумаги, картона и целлюлозы 3
6.3 Отбор пробы наноматериала на основе целлюлозы 3
7 Проведение испытания 4
7.1 Общие положения 4
7.2 Определение содержания влаги или сухого вещества 4
7.3 Озоление 5
7.4 Определение массы остатка (золы) 5
8 Обработка результатов 5
9 Протокол испытаний 6
Приложение А (справочное) Прецизионность 7
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных и национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте 9
Библиография 10

Введение

Такой показатель как остаток после озоления навески пробы при определенной температуре (массовая доля золы) может служить только для приблизительной оценки содержания минеральных компонентов в пробе, поскольку количество и состав золы не идентичны количеству и составу минеральных веществ, содержащихся в исходной навеске пробы. Для материалов, содержащих минеральные добавки в покрытии или в виде наполнителя, количество добавленных минеральных составляющих может быть рассчитано из конечного результата испытания только в том случае, если известна потеря массы каждой минеральной составляющей при прокаливании при данной температуре. Для фарфоровой глины остаток после прокаливания при 900 °С варьирует от 89 % до 86 %, а для карбоната кальция он составляет приблизительно 56 %.

Испытание применяют, в основном, в качестве предварительного теста на соответствие общего качества продукции техническим требованиям. Процедура озоления, описанная в настоящем стандарте, может быть использована в качестве первого этапа при определении отдельных минеральных составляющих.

Определение остатка (золы) после озоления при температуре 525 °С бумаги, картона, целлюлозы и наноматериалов на основе целлюлозы регламентировано в *ГОСТ Р ИСО 1762*.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БУМАГА, КАРТОН И ЦЕЛЛЮЛОЗА

Метод определения остатка (золы) при прокаливании при 900 °С

Paper, board and pulps. Determination of residue (ash) at a temperature of 900 °C

Дата введения — 2023—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на все типы бумаги, картона, целлюлозы и наноматериалов на основе целлюлозы и устанавливает метод определения остатка после озоления при температуре 900 °С (массовой доли золы). Настоящий стандарт регламентирует процедуру измерения, обеспечивающую прецизионность результатов определения остатка после озоления при 900 °С не хуже 0,01 %.

В контексте настоящего стандарта термин «наноматериал на основе целлюлозы» относится конкретно к нанообъектам на основе целлюлозы (см. 3.2—3.4). В связи с нанодиапазоном размеров такие объекты могут обладать свойствами, поведением и функциональными характеристиками, отличными от подобных параметров, присущих бумаге, картону и целлюлозе.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 7004 (ИСО 7213—81) Целлюлоза. Отбор проб для испытаний

ГОСТ 16932 (ИСО 638—78) Целлюлоза. Определение содержания сухого вещества

ГОСТ 32546 (ISO 186:2002) Бумага и картон. Отбор проб для определения среднего качества

ГОСТ ISO 287 Бумага и картон. Определение влажности продукции в партии. Метод высушивания в сушильном шкафу

ГОСТ Р ИСО 1762 Бумага, картон и целлюлоза. Метод определения остатка (золы) при прокаливании при 525 °С

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

Издание официальное

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **остаток после озоления, массовая доля золы** (residue on ignition, ash content): Отношение массы остатка, полученного при озолении испытуемого образца бумаги, картона, целлюлозы или наноматериала на основе целлюлозы при температуре (900 ± 25) °С, к массе испытуемого образца до озоления, высушенного в сушильном шкафу.

3.2 **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, состоящую преимущественно из целлюлозы.

Примечания

1 Синонимами термина «наноматериал на основе целлюлозы» являются термины «наноцеллюлоза» 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 [*1*].

5 См. [2], статья 3.3.1.

3.3

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

[ГОСТ ISO/TS 80004-1—2017, статья 2.5]

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

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

Примечание — См. [1], статья 5.2.

3.5

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

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

[ГОСТ ISO/TS 80004-1—2017, статья 2.1]

4 Сущность метода

Навеску пробы взвешивают в тигле из термостойкого материала и озоляют при температуре (900 ± 25) °С в муфельной печи. Из отдельной навески пробы определяют содержание влаги или сухого вещества. Остаток после озоления, выраженный на сухое состояние пробы (без влаги) в процентах, вычисляют исходя из массы остатка (золы) после озоления и содержания влаги или сухого вещества в пробе.

Целлюлозные и органические материалы, а также карбонаты, содержащиеся в пробе, полностью удаляются в условиях озоления при 900 °С. Для материалов с покрытием или наполнителем количество добавленных минеральных составляющих может быть рассчитано из конечного результата испытания только в том случае, если известна потеря массы каждой минеральной составляющей в условиях озоления при данной температуре. Эта потеря массы различна для разных наполнителей, а также для разных партий многих наполнителей. При повышении температуры озоления потеря массы соответственно увеличивается, но при любой температуре отсутствует гарантия того, что она может стать равной 100 %. Для целлюлозы и других материалов, не содержащих минеральных добавок, остаток после озоления является мерилом количества нежелательных минеральных составляющих, таких как

диоксид кремния, силикаты и другие минералы. Некоторые растворимые неорганические составляющие, такие как хлорид натрия, при испытании улетучиваются, в то время как сульфаты, как правило, остаются в золе.

5 Аппаратура

5.1 Тигли из платины, керамики или кварца, способные вместить приблизительно 10 г пробы. Как правило, бывает достаточной вместимость тигля 50 $см^3$.

Тигли не должны терять или увеличивать массу при испытании или вступать в химическую реакцию с пробой или остатком после озоления.

При испытании материалов малой плотности допускается использование тиглей большего объема, позволяющего поместить в них достаточное количество пробы.

Допускается использовать крышки из соответствующего материала, которыми не полностью закрывают тигли, оставляя доступ воздуху, необходимому для горения, что позволяет избежать потери легко разлетающихся и неплотных материалов при озолении.

Если ожидаемая масса остатка очень мала, рекомендуется использовать тигли из платины.

5.2 Муфельная печь, оборудованная устройством для поддержания температуры (900 ± 25) °С.

Рекомендуется размещать муфельную печь в вытяжном шкафу для обеспечения отвода дыма и газообразных продуктов горения.

5.3 Аналитические весы с ценой деления шкалы (точностью взвешивания) 0,1 мг или менее для обеспечения прецизионности результатов 0,01 % или лучше.

5.4 Эксикатор.

6 Отбор проб и подготовка образца для испытания

Метод, регламентированный настоящим стандартом, включает в себя использование наноматериалов. Следует обратить внимание на необходимость соблюдения соответствующих мер предосторожности, требований руководств по безопасности нанотехнологических лабораторий и передовых практик.

6.1 Количество пробы

Количества материала, отобранного для испытания, должно быть достаточно для проведения как минимум двух параллельных определений остатка после озоления, а также для определения содержания влаги или сухого вещества.

6.2 Отбор проб бумаги, картона и целлюлозы

При необходимости оценить качество партии продукции для получения представительных проб бумаги и картона следует руководствоваться требованиями *ГОСТ 32546*, для получения представительных проб целлюлозы, поставляемой в кипах или рулонах, — *ГОСТ 7004*. В этих случаях, а также если испытания проводят на пробах другого типа, навеску для испытания отбирают из разных частей пробы, обеспечивая таким образом ее представительность.

Навеска пробы, отобранная для озоления, должна состоять из небольших кусочков размером не более 1 $см^2$. Аналогичным образом отбирают навеску пробы для определения содержания влаги или сухого вещества.

Навеска, отобранная для озоления, должна иметь массу на сухое состояние не менее 1 г и быть достаточной для получения остатка после озоления массой не менее 10 мг.

При испытании материалов с очень низким выходом остатка после озоления (например, так называемых, обеззоленных марок) масса навески для испытания должна быть достаточной для получения не менее 2 мг остатка. В таких случаях может возникнуть необходимость разделить навеску на две или более частей и озолять их последовательно в одном и том же тигле, чтобы получить остаток общей массой как минимум 10 мг.

6.3 Отбор пробы наноматериала на основе целлюлозы

При отборе проб наноматериалов на основе целлюлозы следует учитывать, что процедура отбора должна соответствовать опробуемому материалу. Стандартная процедура для отбора проб нанокри-

сталлов целлюлозы в виде водных суспензий или в сухих формах, а также разбавленных (влажных) нановолокон из целлюлозы, отсутствует. Если исходная проба наноматериала из целлюлозы находится в жидкой форме или в виде свободной водной суспензии (разбавленной или концентрированной), ее высушивают подходящим методом, например нагреванием, замораживанием или распылением, переводя пробу в твердую форму в виде чешуек, порошка или др., после чего перемешивают до гомогенного состояния. От такой, предварительно высушенной пробы, отбирают навеску для испытания. Аналогичным образом отбирают навеску для определения содержания влаги или сухого вещества. Не рекомендуется перед высушиванием проводить фильтрование жидкой пробы с целью ее концентрирования, поскольку это может привести к потере растворенного материала, который может образовать золу при нагревании до 900 °С.

Химически модифицированную целлюлозу для производства целлюлозных нановолокон получают путем ТЕМПО-опосредованного окисления, карбоксиметилирования или фосфорилирования. Химически модифицированная целлюлоза, нановолокна из химически модифицированной целлюлозы, а также целлюлозные нанокристаллы, выделенные из целлюлозы путем сернокислотного гидролиза или окисления, могут содержать различные катионы, ассоциированные с ионными карбоксилатными или фосфатными группами, внесенными на поверхность при производстве. Если такая целлюлоза или наноматериал на основе целлюлозы находятся в кислотной форме (т. е. содержат в качестве катионов только протоны), их зольность очень мала. У целлюлозы и наноматериалов на основе целлюлозы, содержащих катионы металлов, например натрия, кальция или органические катионы (алкил аммония), зольность выше.

Примечание — ТЕМПО — обозначение гетероциклического соединения (2,2,6,6-тетраметилпиперидин-1-оксил), *химическая формула* $C_9H_{18}NO$.

Масса навески для испытания должна составлять как минимум 1 г в пересчете на сухое состояние. Для наноматериалов на основе целлюлозы (особенно материалов в виде разбавленных суспензий и/или материалов с очень низкой зольностью, таких как кислотные формы целлюлозных наноматериалов) часто бывает невозможно собрать достаточное количество вещества для навески, чтобы получить при сжигании хотя бы 10 мг золы. Остаток массой менее 10 мг допускается и соответствует требованиям настоящего стандарта.

Примечание — При массе золы менее 10 мг показатели прецизионности метода могут быть хуже.

Если материал имеет очень низкую плотность и/или легко разлетается (например, нанокристаллы, высушенные методом замораживания), его можно уплотнить (например, путем сжатия вручную в тигле или с помощью приспособления, которое гарантированно не внесет посторонних минеральных примесей в пробу), чтобы увеличить его насыпную плотность и вместить в тигли достаточное количество материала. Однако, такой способ снижает скорость озоления.

7 Проведение испытания

Метод, регламентированный настоящим стандартом, включает в себя использование наноматериалов. Следует обратить внимание на необходимость соблюдения соответствующих мер предосторожности, требований руководств по безопасности нанотехнологических лабораторий и передовых практик.

7.1 Общие положения

Проводят как минимум два параллельных определения. Влажные пробы для испытания, а также пробы, предназначенные для определения содержания влаги или сухого вещества, выдерживают на воздухе до достижения ими состояния равновесия с атмосферой лаборатории по влажности (воздушно-сухого состояния). Другие пробы для испытания кондиционируют в атмосфере лаборатории, очищенной от пыли, до достижения ими состояния равновесия с атмосферой лаборатории по влажности.

7.2 Определение содержания влаги или сухого вещества

Содержание влаги или сухого вещества определяют из подготовленных для этой цели проб (воздушно-сухих) согласно процедурам, установленным в *ГОСТ ISO 287* или *ГОСТ 16932* соответственно. Не допускается пробы, предназначенные для определения содержания влаги или сухого вещества, использовать для озоления. Тигель с навеской пробы для определения содержания влаги или сухо-

го вещества взвешивают одновременно с тиглем, содержащим навеску этой пробы (воздушно-сухую), предназначенную для озоления (см. 7.3).

7.3 Озоление

Пустой тигель (5.1) выдерживают в течение 30—60 мин в муфельной печи (5.2) при температуре (900 ± 25) °С. После этого охлаждают тигель в эксикаторе (5.4) до комнатной температуры. Золы (особенно, содержащие CaO) могут абсорбировать влагу из обычно используемого осушителя $CaSO_4$, поэтому рекомендуется использовать в эксикаторе более эффективные осушители, такие как цеолит.

Взвешивают пустой тигель с точностью до 0,1 мг. В тигель помещают навеску испытуемой пробы и немедленно взвешивают снова с точностью до 0,1 мг. Чтобы избежать при озолении потерь материалов с низкой плотностью, таких как высушенные методом замораживания целлюлозные нанокристаллы, навески таких материалов можно уплотнить (увеличив их насыпную плотность), как описано в 6.3.

Тигель с навеской помещают в муфельную печь при комнатной температуре и медленно нагревают таким образом, чтобы проба выгорала, но не вспыхивала с образованием пламени. Необходимо следить, чтобы не было уноса частиц из тигля.

Примечание — Процедура данного этапа испытания зависит от типа применяемого оборудования. Некоторые муфельные печи имеют дверцу, которая при ее открывании образует перед входом в камеру печи горизонтальную площадку. Эта площадка или похожие устройства могут быть использованы для сжигания органического вещества пробы.

После завершения сжигания или достижения состояния пробы, когда только небольшое количество углеродистого вещества остается видимым, доводят температуру в камере муфельной печи до (900 ± 25) °С и выдерживают тигель при этой температуре в течение 1 ч. Не следует увеличивать период нагревания и стараться довести тигель до постоянной массы. Некоторые компоненты способны медленно терять массу в течение довольно долгого времени.

7.4 Определение массы остатка (золы)

Вынимают тигель из муфельной печи и дают ему остыть до комнатной температуры в эксикаторе (5.4). Взвешивают тигель с его содержимым с точностью до 0,1 мг.

8 Обработка результатов

Массу остатка после озоления (золы), выраженную в процентах по отношению к массе навески сухой пробы, X, вычисляют для каждого тигля по формуле

$$X = \frac{100 m_r}{m_s}, \quad (1)$$

где m_r — масса остатка (масса тигля с остатком за вычетом массы пустого тигля), г;

m_s — масса навески, выраженная на сухое состояние, г. Этот параметр вычисляют, исходя из среднеарифметического значения результатов параллельных определений содержания влаги или сухого вещества.

Приемлемость полученных результатов устанавливают проверкой расхождения между результатами параллельных определений. Для проб с остатком после озоления свыше 0,1 % расхождение считают приемлемым, если отклонение каждого результата от среднеарифметического значения результатов параллельных определений не превышает 10 % этого среднеарифметического значения. В противном случае всю процедуру определения повторяют с новой навеской пробы, предпочтительно большей массы.

За окончательный результат испытания принимают среднее значение результатов параллельных определений. Среднее значение округляют до 0,1 % для проб с остатком после озоления более 1 % и до 0,01 % или менее — для проб с остатком после озоления менее 1 %. Если среднее значение менее 0,1 %, то окончательный результат может быть представлен как «менее 0,1 %» или в виде индивидуальных результатов параллельных определений.

Примечание — Данные о прецизионности (повторяемости и воспроизводимости) приведены в приложении А.

9 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) результаты, выраженные в соответствии с разделом 8;

e) 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 и бумага

В межлабораторных испытаниях, проведенных службой совместного тестирования (CTS, Collaborative Testing Services, Inc.), приняли участие 12 лабораторий, которые провели определение зольности различных проб целлюлозы и бумаги в соответствии с настоящим стандартом. В шести пробах были проведены по два параллельных определения в каждой лаборатории. После отбраковки нескольких очевидных выбросов, результаты были обработаны. Они представлены в таблицах А.1 и А.2. Все результаты были представлены в виде доли остатка, выраженной в процентах к массе исходной навески пробы.

Проведение вычислений — см. [2].

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 и бумага

Таблица А.1 — Повторяемость результатов определения остатка после озоления при 900 °С для целлюлозы и бумаги

Проба	Среднее значение, %	Стандартное отклонение S_r, %	Коэффициент вариации $S_{V,r}$, %	Предел повторяемости r, %
Хвойная крафт-целлюлоза	0,1	0,01	10	0,028
Лиственная крафт-целлюлоза	0,5	<0,01	2,0	0,028
Немелованная бумага с $CaCO_3$	8,3	0,08	0,96	0,22
Немелованная бумага без $CaCO_3$	8,8	0,05	0,57	0,14
Мелованная бумага с $CaCO_3$	21,2	0,15	0,71	0,42
Мелованная бумага без $CaCO_3$	28,2	0,15	0,53	0,42

А.3 Воспроизводимость. Целлюлоза и бумага

Таблица А.2 — Воспроизводимость результатов определения остатка после озоления при 900 °С для целлюлозы и бумаги

Проба	Среднее значение, %	Стандартное отклонение S_R, %	Коэффициент вариации $S_{V,R}$, %	Предел повторяемости R, %
Хвойная крафт-целлюлоза[a]	0,1	0,07	70	0,19
Лиственная крафт-целлюлоза	0,5	0,11	22	0,30
Немелованная бумага с $CaCO_3$	8,3	0,46	5,5	1,3
Немелованная бумага без $CaCO_3$	8,8	0,10	1,1	0,23
Мелованная бумага с $CaCO_3$	21,2	0,26	1,2	0,72
Мелованная бумага без $CaCO_3$	28,2	0,24	0,85	0,66

[a] Значение для хвойной крафт-целлюлозы (0,1 %) ниже нижнего предела, на который распространяется настоящий стандарт (0,2 %).

А.4 Общие положения. Наноматериалы на основе целлюлозы

Данные о прецизионности получены на основе результатов испытаний проб типичных целлюлозных нанокристаллов (CNC) и целлюлозных нановолокон (CNF).

В межлабораторных испытаниях по определению остатков после озоления в соответствии с настоящим стандартом приняли участие 16 лабораторий. Для четырех проб были проведены по три параллельных определения в каждой лаборатории. Данные некоторых проб, полученные в одной или двух лабораториях, были признаны выбросами и исключены из исследования. Данные о прецизионности представлены в таблицах А.3 и А.4.

Проведение вычислений — см. [2].

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.

Примечания

1 Пределы повторяемости и воспроизводимости были вычислены умножением стандартных отклонений в условиях повторяемости и воспроизводимости на 2,77, где $2{,}77 = 1{,}96\sqrt{2}$.

2 Для пробы CNF 1 в трех лабораториях были получены результаты значительно выше, чем в остальных лабораториях. Возможно это произошло в результате неполного озоления.

А.5 Повторяемость. Наноматериалы на основе целлюлозы

Таблица А.3 — Повторяемость результатов определения остатка после озоления при 900 °С для целлюлозных наноматериалов

Проба	Число лабораторий	Среднее значение, %	Стандартное отклонение S_r, %	Коэффициент вариации $S_{V,r}$, %	Предел повторяемости r, %
CNC 1[a, b]	15	1,7	0,12	7,1	0,34
CNC 2[a, b]	14	1,8	0,033	1,8	0,091
CNF 1	16	0,17	0,016	9,4	0,045
CNF 2	14	0,80	0,023	2,9	0,064

[a] Эти две пробы отобраны от одной партии, но приготовлены отдельно друг от друга.

[b] В одной лаборатории для каждой из этих двух проб k-я порядковая статистика — критерий постоянства параметра — оказалась больше критического значения. Однако, результаты были включены в расчеты, поскольку среднее значение было приемлемым, находящимся в диапазоне значений, полученных в других лабораториях.

А.6 Воспроизводимость. Наноматериалы на основе целлюлозы

Таблица А.4 — Воспроизводимость результатов определения остатка после озоления при 900 °С для целлюлозных наноматериалов

Проба	Число лабораторий	Среднее значение, %	Стандартное отклонение S_R, %	Коэффициент вариации $S_{V,R}$, %	Предел повторяемости R, %
CNC 1[a, b]	15	1,7	0,19	10,8	0,52
CNC 2[a, b]	14	1,8	0,077	4,2	0,21
CNF 1	16	0,17	0,048	27,4	0,13
CNF 2	14	0,80	0,047	5,9	0,13

[a] Эти две пробы отобраны от одной партии, но приготовлены отдельно друг от друга.

[b] В одной лаборатории для каждой из этих двух проб k-я порядковая статистика — критерий постоянства параметра — оказалась больше критического значения. Однако, результаты были включены в расчеты, поскольку среднее значение было приемлемым, находящимся в диапазоне значений, полученных в других лабораториях.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных межгосударственных и национальных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного межгосударственного, национального стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ 7004—93 (ИСО 7213—81)	MOD	ISO 7213:1981 «Целлюлоза. Отбор проб для испытаний»
ГОСТ 16932—93 (ИСО 638—78)	MOD	ISO 638:1978 «Целлюлоза. Определение содержания сухого вещества»
ГОСТ 32546—2013 (ISO 186:2002)	MOD	ISO 186:2002 «Бумага и картон. Отбор проб для определения среднего качества»
ГОСТ ISO 287—2014	IDT	ISO 287:2009 «Бумага и картон. Определение содержания влаги в партии. Метод высушивания в сушильном шкафу»
ГОСТ Р ИСО 1762—2013	IDT	ISO 1762:2001 «Бумага, картон и целлюлоза. Определение остатка (золы) при прокаливании при 525 °С»

Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты;
- MOD — модифицированные стандарты.

Библиография

[1] ISO/TS 20477:2017 Нанотехнологии. Термины и определения, относящиеся к наноматериалам на основе целлюлозы (Nanotechnologies — Standard terms and their definition for cellulose nanomaterial)

[2] ISO/TR 24498:2019* Бумага, картон и целлюлоза. Оценка неопределенности методов испытаний путем межлабораторных сравнений (Paper, board and pulps — Estimation of uncertainty for test methods by interlaboratory comparisons)

* Заменен на ISO/TR 24498:2022.

УДК 676.01:006.354 ОКС 85.060

Ключевые слова: бумага, картон, целлюлоза, наноматериалы на основе целлюлозы, остаток после озоления, массовая доля золы

Редактор *Н.В. Таланова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А, Королева*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 08.08.2022. Подписано в печать 19.08.2022. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,70.

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

gost.e-ecolog.ru