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

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 12830— 2014

ЦЕЛЛЮЛОЗА, БУМАГА И КАРТОН

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

(ISO 12830:2011, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2015

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены в ГОСТ 1.0—92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт целлюлозно-бумажной промышленности» (ОАО «ВНИИБ»), Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 177 «Целлюлоза, бумага, картон и материалы промышленно-технические разного назначения» на основе аутентичного перевода на русский язык указанного в пункте 5 международного стандарта, который выполнен ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 5 декабря 2014 г. № 46)

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
Азербайджан	AZ	Азстандарт
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт
Украина	UA	Минэкономразвития Украины

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 15 июня 2015 г. № 682-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 12830—2014 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2016 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 12830:2011 Paper, board and pulps — Determination of acid-soluble magnesium, calcium, manganese, iron, copper, sodium and potassium (Бумага, картон и целлюлоза. Определение растворимых в кислоте магния, кальция, марганца, железа, меди, натрия и калия).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC6/PC2 «Методы испытаний и технические требования к качеству бумаги и картона» Международной организации по стандартизации (ISO).

Перевод с английского языка (en).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

Официальные экземпляры международного стандарта, на основе которого подготовлен настоящий межгосударственный стандарт, и международных стандартов, на которые даны ссылки, имеются в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

В разделе «Нормативные ссылки» и тексте стандарта ссылки на международные стандарты актуализированы.

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандар-там приведены в дополнительном приложении ДА.

Степень соответствия — идентичная (IDT)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

© Стандартинформ, 2015

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 Сущность метода 1
4 Реактивы 2
5 Средства измерений, оборудование и материалы 3
6 Отбор проб и подготовка образцов для проведения испытания 3
7 Проведение испытания 3
8 Приготовление калибровочных растворов 4
9 Приготовление холостого раствора 5
10 Определение содержания элементов в пробе 5
11 Обработка результатов испытания 5
12 Протокол испытания 6
Приложение А (справочное) Точность метода 7
Библиография 11
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам 12

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА, БУМАГА И КАРТОН

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

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

Дата введения — 2016—01—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу, бумагу и картон (далее — продукция) и устанавливает два метода определения содержания растворимых в соляной кислоте элементов — магния, кальция, марганца, железа, меди, натрия и калия в продукции: метод атомно-абсорбционной спектрометрии и метод атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Перечисленные элементы составляют растворимую в соляной кислоте часть остатка (золы), полученного при сжигании продукции. Если остаток растворяется полностью, то результаты, полученные методами настоящего стандарта, определяют общее количество элементов в пробе.

Примечание — Поскольку методы настоящего стандарта, предполагают использование опасных химикатов и газов, которые могут образовывать взрывчатые смеси с воздухом, то необходимо соблюдать соответствующие меры безопасности.

2 Нормативные ссылки

Для применения настоящего стандарта необходимы следующие ссылочные документы. Для недатированных ссылок используют последнее издание ссылочного документа (включая все его измене-ния).

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

ISO 638 Pulps — Determination of dry matter content — Oven-drying method (Целлюлоза. Определе-ние содержания сухого вещества. Метод высушивания в сушильном шкафу)

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

ISO 3696 Water for analytical laboratory use — Specification and test methods (Вода для использова-ния в аналитической лаборатории. Спецификация и методы испытания)

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

3 Сущность метода

Сущность метода заключается в сжигании пробы продукции при температуре 525 °C, растворении остатка золы в соляной кислоте (HCl) молярной концентрации 6 моль/дм^3 и определении массовой доли элемента в пробе с использованием атомно-абсорбционного спектрометра или атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой.

Издание официальное

4 Реактивы

4.1 Все используемые для анализа реактивы должны быть химически чистыми (х. ч.) или чистыми для анализа (ч. д. а.).

Дистилированная или деионизированная вода должна быть 2-й степени очистки по ISO 3696.

4.2 Кислота соляная (HCl), раствор молярной концентрации c = 6 моль/дм^3, полученный при растворении 500 см^3 концентрированной соляной кислоты плотностью 1,19 г/см^3 в 1000 см^3 воды.

4.3 Кислота азотная (HNO_3), концентрированная плотностью 1,4 г/см^3.

4.4 Лантана хлорид ($LaCl_3$), раствор массовой концентрации лантана 50 г/дм^3. Для получения раствора в колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют 59 г оксида лантана (La_2O_3) в 200 см^3 соляной кислоты (4.2) и добавляют воду до отметки 1000 см^3.

Примечание — Раствор хлорида лантана используют для устранения химической интерференции при атомизации кальция и магния в ацетиленовоздушном пламени.

Раствор не применяют в случае использования оксида азота/ацетиленового пламени или индуктивно связанной плазмы (ICP).

4.5 Цезия хлорид (CsCl), раствор массовой концентрации цезия 50 г/дм^3. Для получения раствора в колбу вместимостью 1000 см^3 помещают 63,5 г ультрачистого хлорида цезия (CsCl) и добавляют воду до отметки 1000 см^3.

Примечание — Раствор хлорида цезия используют для подавления ионизации натрия и калия, а также для подавления ионизации кальция в оксиде азота/ацетиленовом пламени. В случае использования ацетиленовоздушного пламени или индуктивно связанной плазмы (ICP) раствор хлорида цезия не применяют.

4.6 Для определения каждого элемента в качестве основного раствора используют стандартные растворы, предназначенные для атомно-абсорбционной спектрометрии или атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой или растворы, приготовленные в лаборатории следующим образом.

4.6.1 Для приготовления основного раствора магния массовой концентрации 1000 мг/дм^3 в колбу помещают 1,000 г металлического магния, растворяют в 100 см^3 азотной кислоты (4.3), разбавленной в соотношении 1:4, и добавляют воду до отметки 1000 см^3.

4.6.2 Для приготовления основного раствора кальция массовой концентрации 1000 мг/см^3 в колбу помещают 2,497 г химически чистого карбоната кальция ($CaCO_3$), растворяют в минимальном объеме азотной кислоты (4.3), разбавленной в соотношении 1:4, и добавляют воду до отметки 1000 дм^3.

4.6.3 Для приготовления основного раствора марганца массовой концентрации 1000 мг/см^3 в колбу помещают 1,000 г металлического марганца, растворяют в минимальном объеме азотной кислоты (4.3), разбавленной в соотношении 1:1, и добавляют воду до отметки 1000 см^3.

4.6.4 Для приготовления основного раствора железа массовой концентрации 1000 мг/см^3 в колбу помещают 1,000 г металлического железа, растворяют в 20 см^3 соляной кислоты (4.2) и добавляют воду до отметки 1000 см^3.

4.6.5 Для приготовления основного раствора меди массовой концентрации 1000 мг/см^3 в колбу помещают 1,000 г металлической меди, растворяют в минимальном объеме азотной кислоты (4.3), разбавленной в соотношении 1:1, и добавляют воду до отметки 1000 см^3.

4.6.6 Для приготовления основного раствора натрия массовой концентрации 1000 мг/дм^3 в платиновом или фарфоровом тигле сжигают навеску безводного сульфата натрия (Na_2SO_4) при температуре 550 °С. Остаток золы охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе. Затем растворяют 3,089 г сухого сульфата натрия в воде и добавляют воду до отметки 1000 см^3. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

4.6.7 Для приготовления основного раствора калия массовой концентрации 1000 мг/дм^3 в платиновом или фарфоровом тигле сжигают навеску безводного сульфата калия (K_2SO_4) при температуре 550 °С и охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе. Затем растворяют 2,228 г сухого сульфата калия в воде и добавляют воду до отметки 1000 см^3. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

4.7 Ацетилен и/или оксид азота, степень чистоты которого достаточна для использования в атомно-абсорбционной спектрометрии. Оксид азота используют только для определения кальция.

Примечание — Ацетилен образует с воздухом взрывоопасную смесь.

4.8 Аргон газообразный, предназначенный для атомно-эмиссионной спектрометрии.

5 Средства измерений, оборудование и материалы

5.1 Используют обычное лабораторное оборудование. Перед использованием вся стеклянная и полиэтиленовая посуда должна быть промыта раствором соляной кислоты HCl молярной концентрации 0,1 моль/дм^3.

5.2 Бумага фильтровальная беззольная с удерживанием частиц 20-—25μm.

5.3 Тигли платиновые или фарфоровые минимальной вместимостью 50 см^3.

5.4 Печь муфельная с температурой сжигания (525 ± 25) °С.

5.5 Весы аналитические с пределом взвешивания 100 г и погрешностью взвешивания не более 0,1 мг.

5.6 Атомно-абсорбционный спектрометр (AAS), оборудованный ацетиленовоздушной или оксида азота/ацетиленовой горелкой с набором спектральных ламп с резонансным излучением для определения соответствующего элемента — магния (Mg), кальция (Ca), марганца (Mn), железа (Fe), меди (Cu), натрия (Na) и калия (K).

Примечание — Могут быть использованы спектральные лампы с резонансным излучением для определения одновременно всех перечисленных элементов.

5.7 Атомно-эмиссионный спектрометр с индуктивно связанной плазмой (ICP/OES).

5.8 Перчатки.

6 Отбор проб и подготовка образцов для проведения испытания

Отбор проб проводят по ISO 186 или ISO 7213, если целью испытания является определение среднего качества продукции в партии. Если для анализа применяют другую пробу или другие процедуры для отбора проб, то это должно быть указано в протоколе испытания. Отобранные образцы должны быть представительными для оценки качества всей испытуемой продукции. Отбирают образцы в количестве, необходимом для проведения не менее двух определений элементов. Не допускается наличие в отобранных образцах отверстий, полученных с применением металлических предметов (например, компостера), в которых могут находиться металлические вкрапления. Во избежание загрязнений при отборе проб используют перчатки (5.8).

Подготавливают испытуемые образцы, отрывая небольшие кусочки массой не менее 30 г от различных листов пробы в таком количестве, чтобы можно было провести параллельные определения элементов (см. раздел 7).

Примечание — Совокупность всех образцов представляет испытуемую пробу для определения элементов.

Рекомендуется использовать смешанную пробу, поскольку железо имеет тенденцию быть негомогенизированным в пробе.

7 Проведение испытания

7.1 Общие положения

Настоящий стандарт устанавливает метод сухого сжигания пробы с последующей обработкой соляной кислотой остатка, полученного при сжигании, но можно применять другие методы, такие как влажное озоление или микроволновое растворение с использованием смеси разных кислот.

Примечание — При определении магния и некоторых других элементов в пробах с высоким содержанием кремния микроволновое растворение с использованием азотной кислоты дает более низкие результаты.

7.2 Сжигание испытуемой пробы

Проводят испытание двух проб, отобранных для анализа по разделу 6, для параллельных определений содержания элементов.

Пробу в атмосферных условиях лаборатории выдерживают до достижения равновесной влажности.

Определяют влажность воздушно-сухих образцов в пробе по ISO 638.

Одновременно взвешивают часть пробы — навеску, предназначенную для сжигания.

Для определения элементов — магния, кальция, натрия и калия масса навески должна составлять 1—2 г (в пересчете на абсолютно сухую массу). Для определения остальных элементов — марганца, железа и меди — масса навески должна составлять 5—10 г. Для определения следов элементов масса навески должна составлять более 10 г.

Сжигание пробы проводят по ISO 1762.

Примечание — Чтобы избежать воспламенения пробы, тигель закрывают крышкой таким образом, чтобы оставался зазор между крышкой и тиглем. Зазор позволяет исключить образование в тигле кислотонерастворимых соединений. В этих условиях невозможно определить содержание меди из-за образования платинового сплава.

7.3 Растворение остатка, полученного при сжигании

После сжигания тигель с остатком пробы охлаждают. Полученный при сжигании остаток осторожно (избегая распыления) увлажняют водой и под тягой добавляют в тигель 5 $см^3$ соляной кислоты (4.2). Полученную смесь выпаривают, поместив тигель в водяную баню на горячую пластину или под инфракрасную лампу. Процедуру повторяют.

Примечание — Для проб с высоким содержанием карбонатов для растворения остатка требуется более 10 $см^3$ соляной кислоты (2 × 5 $см^3$).

К полученному остатку добавляют 5 $см^3$ соляной кислоты (4.2). Если остаток растворяется не полностью, то его нагревают, не доводя до кипения. Тигель закрывают стеклянной крышкой и выдерживают несколько минут. Содержимое тигля фильтруют в колбу вместимостью 100 $см^3$, используя фильтровальную бумагу (5.2). Для того чтобы обеспечить полное растворение содержимого тигля, добавляют еще 5 $см^3$ соляной кислоты (4.2) и снова нагревают. При необходимости последнюю дополнительную порцию соляной кислоты добавляют к основной порции в мерной колбе с добавлением некоторого количества воды (5.1). Если используют атомно-абсорбционную спектрометрию (AAS), то к растворенному остатку в мерной колбе добавляют 4 $см^3$ раствора хлорида лантана (4.4) или 2 $см^3$ раствора хлорида цезия (4.5). Добавляют воду до отметки 100 $см^3$ и перемешивают. Полученный раствор используют для испытания.

8 Приготовление калибровочных растворов

Необходимо, чтобы концентрация соляной кислоты и хлорида лантана или хлорида цезия в калибровочных растворах была такой же, как в испытуемом растворе, т. к. концентрация кислоты и соли оказывает влияние на показания прибора.

Калибровочные растворы нестабильны. Они должны приготовляться в день их использования и храниться в пластиковой посуде. Основные стандартные растворы более стабильны и могут храниться несколько месяцев.

При необходимости все определяемые элементы сразу могут быть помещены в одну колбу.

8.1 Атомно-абсорбционная спектрометрия (AAS)

При использовании атомно-абсорбционной спектрометрии приготавливают не менее 3 калибровочных растворов с известной массовой концентрацией каждого элемента в колбах вместимостью 100 $см^3$, разбавляя водой соответствующие основные растворы (4.6). В каждую колбу добавляют по 10 $см^3$ соляной кислоты (4.2). Готовят также холостые растворы, соответствующие калибровочным растворам, но не содержащие элементов.

Для определения содержания кальция и магния с использованием ацетиленовоздушного пламени в калибровочные растворы добавляют 4 $см^3$ раствора хлорида лантана (4.4) (массовая концентрация лантана должна быть 2 г/ $дм^3$).

Для определения содержания натрия, калия и кальция с использованием ацетиленовоздушного пламени в калибровочные растворы добавляют 2 $см^3$ раствора хлорида цезия (4.5) (массовая концентрация цезия должна быть 1 г/ $дм^3$).

8.2 Плазменно-эмиссионная спектрометрия (ICP/ES)

При использовании плазменно-эмиссионной спектрометрии достаточно приготовить 2 калибровочных раствора с известной массовой концентрацией каждого элемента. При этом в калибровочные растворы не добавляют хлорид лантана и хлорид цезия. Добавляют в колбу вместимостью 100 $см^3$ 10 $см^3$ соляной кислоты (4.2) перед разбавлением соответствующего основного раствора (4.6). Готовят холостой раствор, соответствующий калибровочным растворам, но без добавления элементов.

9 Приготовление холостого раствора

Холостой раствор должен быть приготовлен без добавления определяемых элементов и содержать одинаковое с калибровочным раствором количество соляной кислоты (4.2) , а также хлорида лантана (4.4) и хлорида цезия (4.5), если их используют.

10 Определение содержания элементов в пробе

Подготовку спектрометров к работе и работу на приборе проводят согласно инструкции производителя по эксплуатации прибора.

При определении содержания элементов с применением атомно-абсорбционного спектрометра рекомендуется использовать следующие длины волн:

- магния — 285,2 нм;
- кальция — 422,7нм;
- марганца — 279,5 нм;
- железа — 284,3 нм;
- меди — 324,8 нм;
- натрия — 589,0 нм;
- калия — 766,5 нм.

При определении содержания элементов с применением плазменно-эмиссионного спектрометра рекомендуется использовать следующие длины волн аналитических линий:

- магния: 279,55 нм — для низкого содержания элемента,
  280,27 нм — для высокого содержания элемента ;
- кальция: 396,85 нм — для низкого содержания элемента,
  317,93 нм — для высокого содержания элемента;
- марганца — 257,61 нм;
- железа — 259,94 нм;
- меди — 324,75 нм;
- натрия — 589,00 нм;
- калия — 766,50 нм.

Массовую концентрацию элемента в испытуемом растворе измеряют с помощью градуировочного графика, снимая показания прибора для испытуемого, калибровочного и холостого растворов.

Если показания прибора для испытуемого раствора выходят за пределы градуировочного графика, то раствор разбавляют водой.

Все растворы, приготовленные для испытания, должны иметь концентрацию соляной кислоты 10 $см^3$/100 $см^3$, соответствующую применяемому калибровочному раствору. Это относится также к концентрации хлорида лантана и хлорида цезия, в случае их применения.

Примечание — Если испытуемый раствор используют без разбавления, то в него не добавляют соляную кислоту (4.2), т. к. раствор уже содержит кислоту, добавленную после сжигания пробы.

В микропроцессорных спектрометрах массовую концентрацию элементов в испытуемой пробе определяют автоматически, поэтому нет необходимости в использовании градуировочного графика.

11 Обработка результатов испытания

Вычисляют массовую долю элемента в испытуемой пробе w_e, мг/кг, по формуле

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

где f — коэффициент разбавления растворов (при отсутствии разбавления $f = 1$);

ρ_e — массовая концентрация элемента в испытуемом растворе, найденная по градуировочному графику, мг/$дм^3$;

V — объем испытуемого раствора, $см^3$ (стандартный объем равен 100 $см^3$);

m — масса испытуемой пробы, использованной для сжигания (в пересчете на абсолютно сухую массу), г.

За результат испытания принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений показателя.

Результат округляют до двух значащих цифр для значения показателя менее 10 мг/кг и до трех значащих цифр — для значений более 10 мг/кг.

12 Протокол испытания

Протокол испытания должен содержать:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) дату и место проведения испытания;

c) всю информацию для полной идентификации испытуемой пробы продукции;

d) наименование приборов, используемых для проведения испытания (ICP/AAS);

e) результаты испытания;

f) все обстоятельства и отклонения от метода, которые могли повлиять на результаты испытания.

Приложение А
(справочное)

Точность метода

А.1 Общие положения

В декабре 2009 г. были проведены сравнительные испытания продукции по этому методу, в которых участвовали 6 лабораторий из 5 стран. Испытания по настоящему стандарту проводились на 6 пробах различных видов бумаги, картона и целлюлозы. В некоторых случаях результаты рассматривались как неудовлетворительные и не были учтены при расчете точности метода. Это касается содержания меди, которое в ряде лабораторий не определилось вследствие очень низкого содержания меди в образцах.

Расчеты были проведены по ISO/TC 24498. Были определены пределы сходимости и воспроизводимости, а также была установлена максимальная разница (получаемая в 19 случаях из 20) при сравнении двух результатов испытаний идентичной продукции, проведенных в одних и тех же условиях.

Полученные значения сходимости и воспроизводимости не распространяются на испытания различных видов продукции или различные условия испытания.

Примечание — Пределы сходимости и воспроизводимости рассчитаны умножением стандартных отклонений сходимости и воспроизводимости на коэффициент 2,77 ($2{,}77 = 1{,}96\sqrt{2}$).

А.2 Сходимость

Таблица А.1 — Оценка сходимости метода при испытании хвойной беленой целлюлозы

Наименование определяемого элемента	Количество лабораторий	Среднее значение показателя, мг/кг	Стандартное отклонение сходимости s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{v,r}$, %	Предел сходимости r, мг/кг
Магний	6	213	6,7	3,3	19,3
Кальций	6	38,5	2,4	6,1	6,5
Марганец	6	0,32	0,05	16,9	0,2
Железо	6	23,5	0,60	2,5	1,6
Медь	5	0,37	0,04	12,3	0,1
Натрий	6	186	3,2	1,7	9,0
Калий	6	7,8	0,69	8,7	1,9

Таблица А.2 — Оценка сходимости метода при испытании лиственной беленой целлюлозы

Наименование определяемого элемента	Количество лабораторий	Среднее значение показателя, мг/кг	Стандартное отклонение сходимости s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{v,r}$, %	Предел сходимости r, мг/кг
Магний	5	331	3,4	1,0	9,5
Кальций	6	45,7	1,4	3,2	4,0
Марганец	6	0,64	0,01	1,8	0,03
Железо	6	32,6	0,70	2,2	1,9
Медь	4	0,15	0,02	11,5	0,05
Натрий	6	281	5,2	1,8	14,3
Калий	6	8,0	0,26	3,2	0,7

Таблица А.3 — Оценка сходимости метода при испытании химико-термомеханической массы (ХТММ)

Наименование определяемого элемента	Количество лабораторий	Среднее значение показателя, мг/кг	Стандартное отклонение сходимости s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{v,r}$, %	Предел сходимости r, мг/кг
Магний	6	19,8	0,19	1,0	0,5
Кальций	6	142	7,8	5,5	21,6
Марганец	6	0,21	0,03	12,1	0,07
Железо	5	1,1	0,13	11,6	0,4
Медь	4	0,23	0,02	6,6	0,04
Натрий	6	1070	14,5	1,4	40,3
Калий	5	6,8	0,23	3,5	0,6

Таблица А.4 — Оценка сходимости метода при испытании немелованной бумаги

Наименование определяемого элемента	Количество лабораторий	Среднее значение показателя, мг/кг	Стандартное отклонение сходимости s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{v,r}$, %	Предел сходимости r, мг/кг
Магний	6	328	7,0	2,1	19,3
Кальций	5	39900	454	1,1	1260
Марганец	6	13,1	0,26	2,0	0,7
Железо	6	77,2	1,2	1,5	3,2
Медь	5	0,35	0,06	18,4	0,2
Натрий	6	1370	37,9	2,8	105
Калий	5	23,0	0,80	3,5	2,2

Таблица А.5 — Оценка сходимости метода при испытании мелованной бумаги

Наименование определяемого элемента	Количество лабораторий	Среднее значение показателя, мг/кг	Стандартное отклонение сходимости s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{v,r}$, %	Предел сходимости r, мг/кг
Магний	6	1830	104	5,7	289
Кальций	6	107000	365	0,3	1010
Марганец	6	8,6	0,12	1,4	0,3
Железо	6	267	10,3	3,9	28,6
Медь	5	0,71	0,09	12,2	0,2
Натрий	6	1560	54,4	3,5	151
Калий	6	42,7	1,3	3,0	3,5

Таблица А.6 — Оценка сходимости метода при испытании картона

Наименование определяемого элемента	Количество лабораторий	Среднее значение показателя, мг/кг	Стандартное отклонение сходимости s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{v,r}$, %	Предел сходимости r, мг/кг
Магний	6	234	4,1	1,7	11,3
Кальций	5	19800	471	2,4	1300
Марганец	6	10,1	0,27	2,6	0,7

Окончание таблицы А.6

Наименование определяемого элемента	Количество лабораторий	Среднее значение показателя, мг/кг	Стандартное отклонение сходимости s_r, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{v,r}$, %	Предел сходимости r, мг/кг
Железо	6	155	7,1	4,5	19,6
Медь	5	1,0	0,15	15,1	0,4
Натрий	6	620	8,5	1,4	23,6
Калий	6	21,0	0,51	2,4	1,4

А.3 Воспроизводимость

Таблица А.7 — Оценка воспроизводимости метода при испытании хвойной беленой целлюлозы

Наименование определяемого элемента	Количество лабораторий	Среднее значение показателя, мг/кг	Стандартное отклонение воспроизводимости ρ_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{v,R}$, %	Предел воспроизводимости R, мг/кг
Магний	6	213	44,8	21,0	124
Кальций	6	38,5	9,7	25,3	26,9
Марганец	6	0,32	0,06	17,2	0,15
Железо	6	23,5	3,4	14,6	9,49
Медь	5	0,37	0,36	97,6	0,99
Натрий	6	186	15,4	8,3	42,8
Калий	6	7,8	6,6	84,3	18,3

Таблица А.8 — Оценка воспроизводимости метода при испытании лиственной беленой целлюлозы

Наименование определяемого элемента	Количество лабораторий	Среднее значение показателя, мг/кг	Стандартное отклонение воспроизводимости ρ_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{v,R}$, %	Предел воспроизводимости R, мг/кг
Магний	5	331	78,6	23,7	218
Кальций	6	45,7	11,0	24,1	27,0
Марганец	6	0,64	0,08	12,7	0,23
Железо	6	32,6	9,7	29,9	27,0
Медь	4	0,15	0,13	84,0	0,36
Натрий	6	281	37,4	13,3	103
Калий	6	8,0	5,2	65,0	14,3

Таблица А.9 — Оценка воспроизводимости метода при испытании химико-термомеханической массы (ХТММ)

Наименование определяемого элемента	Количество лабораторий	Среднее значение показателя, мг/кг	Стандартное отклонение воспроизводимости ρ_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{v,R}$, %	Предел воспроизводимости R, мг/кг
Магний	6	19,8	1,3	6,6	3,64
Кальций	6	142	18,4	12,9	50,9
Марганец	6	0,21	0,07	33,2	0,20
Железо	5	1,1	0,40	35,3	1,12
Медь	4	0,23	0,21	89,0	0,57

Окончание таблицы А.9

Наименование определяемого элемента	Количество лабораторий	Среднее значение показателя, мг/кг	Стандартное отклонение воспроизводимости ρ_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{v,R}$, %	Предел воспроизводимости R, мг/кг
Натрий	6	1070	118	11,1	328
Калий	5	6,8	2,4	35,2	6,59

Таблица А.10 — Оценка воспроизводимости метода при испытании немелованной бумаги

Наименование определяемого элемента	Количество лабораторий	Среднее значение показателя, мг/кг	Стандартное отклонение воспроизводимости ρ_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{v,R}$, %	Предел воспроизводимости R, мг/кг
Магний	6	328	38,6	11,8	107
Кальций	5	39900	3450	8,6	9550
Марганец	6	13,1	2,9	22,1	8,0
Железо	6	77,2	20,5	26,5	56,7
Медь	5	0,35	0,17	49,0	0,56
Натрий	6	281	37,4	13,3	103
Калий	6	8,0	5,2	65,0	14,3

Таблица А.11 — Оценка воспроизводимости метода при испытании мелованной бумаги

Наименование определяемого элемента	Количество лабораторий	Среднее значение показателя, мг/кг	Стандартное отклонение воспроизводимости ρ_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{v,R}$, %	Предел воспроизводимости R, мг/кг
Магний	6	1830	288	15,8	799
Кальций	6	107000	11600	10,8	32200
Марганец	6	8,6	2,4	27,5	6,6
Железо	6	267	102	38,1	282
Медь	5	0,71	0,16	22,2	0,4
Натрий	6	1560	286	18,3	791
Калий	6	42,7	29,4	68,7	81,3

Таблица А.12 — Оценка воспроизводимости метода при испытании картона

Наименование определяемого элемента	Количество лабораторий	Среднее значение показателя, мг/кг	Стандартное отклонение воспроизводимости ρ_R, мг/кг	Коэффициент вариации $C_{v,R}$, %	Предел воспроизводимости R, мг/кг
Магний	6	234	25,2	10,8	69,9
Кальций	6	19800	2890	14,6	8000
Марганец	6	10,1	1,5	14,7	4,1
Железо	6	155	32,5	20,9	90,1
Медь	5	1,0	0,37	37,4	1,0
Натрий	6	620	139	22,4	385
Калий	6	21,0	12,1	57,6	33,5

Библиография

[1] ISO 777:2005 Paper, board and pulp — Determination of acid-soluble calcium (Бумага, картон и целлюлоза. Определение кислоторастворимого кальция)

[2] ISO 778:2005 Paper, board and pulp — Determination of acid-soluble copper (Бумага, картон и целлюлоза. Определение кислоторастворимой меди)

[3] ISO 779:2005 Paper, board and pulp — Determination of acid-soluble iron (Бумага, картон и целлюлоза. Определение кислоторастворимого железа)

[4] ISO 1830:2005 Paper, board and pulps — Determination of acid-soluble manganese (Бумага, картон и целлюлоза. Определение кислоторастворимого марганца)

[5] ISO 9668:1990 Pulps — Determination of magnesium content — Flame atomic absorption spectrometric method (Волокнистые полуфабрикаты. Определение содержания магния. Метод атомно-абсорбционной спектрометрии)

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии межгосударственных стандартов ссылочным международным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение и наименование международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование межгосударственного стандарта
ISO 186:2002 Бумага и картон. Отбор проб для определения среднего качества	MOD	ГОСТ 32546—2013 (ISO 186:2002) Бумага и картон. Отбор проб для определения среднего качества
ISO 638:2008 Целлюлоза. Определение содержания сухого вещества. Метод высушивания в сушильном шкафу	—	*
ISO 1762:2001 Бумага, картон и целлюлоза. Определение остатка (золы) при прокаливании при температуре 525 °С	—	*
ISO 3696:1987 Вода для использования в аналитической лаборатории. Спецификация и методы испытания	—	*
ISO 7213:1981 Целлюлоза. Отбор проб для испытаний	MOD	ГОСТ 7004—93 (ИСО 7213—81) Целлюлоза. Отбор проб для испытаний

* Соответствующий межгосударственный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

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

MOD — модифицированные стандарты.

УДК 661.728:543.42.006.354 МКС 85.040 85.060 IDT

Ключевые слова: целлюлоза, бумага, картон, определение, растворимые в кислоте элементы, соляная кислота, магний, кальций, марганец, железо, медь, натрий, калий

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.Е. Кругова*

Сдано в набор 16.09.2015. Подписано в печать 01.10.2015. Формат 60 ×84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 1,86. Уч.-изд. л. 1,40. Тираж 32 экз. Зак. 3188.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru