
**Бумага, картон и целлюлоза.
Определение содержания марганца,
растворимого в кислоте**

Paper, board and pulps – Determination of acid-soluble manganese

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1830:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa619283-7976-4f84-8e34-b684d76b0743/iso-1830-2005>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 1830:2005(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 1830:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa619283-7976-4f84-8e34-b684d76b0743/iso-1830-2005>



ДОКУМЕНТ ОХРАНЯЕТСЯ АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2005

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Принцип	2
5 Реактивы и материалы.....	2
6 Аппаратура и оборудование	2
7 Взятие образцов и приготовление пробы для анализа	3
8 Метод	3
8.1 Прокаливание и растворение остатка.....	3
8.2 Холостая проба.....	4
9 Приготовление калибровочных растворов	4
10 Определение содержания марганца.....	4
11 Вычисление содержания марганца	4
12 Точность	5
12.1 Повторяемость	5
12.2 Воспроизводимость	5
13 Протокол испытания.....	5
Библиография.....	6

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. Что касается стандартизации в области электротехники, то ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC).

Проекты международных стандартов разрабатываются в соответствии с правилами Директив ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов заключается в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего международного стандарта могут быть объектом патентных прав. ISO не может нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

Документ ISO 1830 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 6, *Бумага, картон и целлюлоза*.

Настоящее второе издание отменяет и замещает первое (ISO 1830:1982), которое включало фотометрический метод, а также процедуру на основе атомно-абсорбционной спектроскопии. Фотометрический метод исключен, так как в настоящее время он используется редко, а область применения стандарта расширена, чтобы охватить бумагу и картон в дополнение к целлюлозе.

Международный стандарт ISO 1830 гармонизирован с ISO 777 ^[1], ISO 778 ^[2] и ISO 779 ^[3], чтобы сделать возможным конечное измерение всех четырех элементов на одном и том же растворе.

Бумага, картон и целлюлоза. Определение содержания марганца, растворимого в кислоте

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Метод, заданный в настоящем международном стандарте связан с использованием опасных химикатов и газов, которые могут составлять с воздухом взрывчатые смеси. Необходимо позаботиться об обеспечении соблюдения соответствующих мер предосторожности.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт задает метод для определения содержания марганца, растворимого в кислоте, на основе пламенной атомной абсорбционной спектрометрии или плазменной эмиссионной спектроскопии.

Он применяется ко всем видам бумаги, картона и целлюлозы.

Этот стандарт задает метод, для определения растворимого в кислоте зольного остатка после сжигания, т.е. золы, полученной после прокаливания и растворенной в соляной кислоте. Если остаток является полностью растворимым, то результат, полученный методом, который задан в настоящем международном стандарте, берется в качестве общего количества марганца в образце для анализа.

2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы являются обязательными для применения с настоящим международным стандартом. Для ссылок с датой (т.е. годом) применяются только указанное по тексту издание. Для ссылок без даты (т.е. года) необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 186, *Бумага и картон. Отбор образцов для определения среднего качества*

ISO 287, *Бумага и картон. Определение содержания влаги. Метод высушивания в печи*

ISO 638, *Целлюлоза. Определение содержания сухого вещества*

ISO 1762, *Бумага, картон и целлюлоза. Определение остатка (золы) при прокаливании при 525 °C*

ISO 3696, *Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний*

ISO 7213, *Целлюлоза. Отбор образцов для испытаний*

3 Термины и определения

В настоящем документе применяются следующие термины и определения.

3.1

массовая доля марганца **mass fraction of manganese**

доля марганца в растворе, полученном после прокаливания образца при 525 °C и обработки зольного остатка соляной кислотой с концентрацией 6 моль/л. Доля марганца выражается в миллиграммах на килограмм образца, высушиваемого в печи

4 Принцип

Часть образца для анализа прокаливается при 525 °С и полученный зольный остаток обрабатывается соляной кислотой с концентрацией 6 моль/л. Анализируемая проба вводится в пламя ацетилен/динитроген монооксид или ацетилен/воздуха, а массовая доля марганца устанавливается одним из следующих методов:

- измерение поглощения по атомному спектру на длине волны 279,5 нм при излучении на марганец спектральной лампы с полым катодом; или
- измерение поглощения на длине волны 257,6 нм путем плазменной эмиссионной спектроскопии.

5 Реактивы и материалы

Используйте химические реактивы признанного аналитического качества.

5.1 Вода: должна быть использована дистиллированная или деионизированная вода на всех этапах анализа. Удельная проводимость воды не должна превышать 0,1 мСм/м после кипячения в течение 1 ч и охлаждения до температуры между 20 °С и 25 °С. Инструкции по измерению удельной проводимости даны в ISO 3696.

5.2 Соляная кислота, концентрация около 6 моль/л.

Разбавьте 500 мл концентрированной соляной кислоты (плотностью 1,19 г/мл) в 500 мл воды.

5.3 Запас раствора марганца, 100 мг/л марганца

Взвесьте $0,308 \pm 0,001$ г моногидрат сульфата марганца ($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), высушенного перед использованием до постоянной массы при температуре 400 °С – 450 °С, в мерной колбе вместимостью 1 000 мл. Добавьте 0,5 мл соляной кислоты (5.2), разбавьте водой (5.1) до отметки и перемешайте.

1 мл этого запасного раствора содержит 0,10 мг марганца (Mn).

5.4 Эталонный раствор марганца, 10 мг/л Mn.

Перенесите из запаса 100 мл раствора марганца (5.3) в мерную колбу вместимостью 1 000 мл.

Добавьте 200 мл соляной кислоты (5.2), разбавьте водой (5.1) до отметки и перемешайте.

1 мл этого эталонного раствора содержит 0,01 мг Mn.

Можно использовать сертифицированные эталонные растворы, доступные для приобретения.

5.5 Ацетиленовый и/или динитроген монооксидный газ подходящего качества для атомно-абсорбционной спектроскопии.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Ацетиленовый газ образует с воздухом взрывчатые смеси.

5.6 Подходящий газ для плазменного спектрометра (6.4). Аргон обычно рекомендуется в качестве несущего газа.

6 Аппаратура и оборудование

Обычное лабораторное оборудование. Очищайте все оборудование соляной кислотой концентрацией 0,1 моль/л.

6.1 Фильтровальная бумага без содержания золы, способная удерживать частицы размером от 20 мкм до 25 мкм.

6.2 Кюветы платиновые или кварцевые.

6.3 Атомно-абсорбционный спектрометр с горелкой для создания пламени азот-водород/ацетилен или воздух/ацетилен и спектральной лампой на магний с полым катодом.

ПРИМЕЧАНИЕ Может применяться спектральная лампа на много элементов.

6.4 Спектрометр с индуктивно-связанной плазмой.

7 Взятие образцов и приготовление пробы для анализа

Если анализ выполняется для оценки партии бумаги, картона или целлюлозы, то образец должен быть взят в соответствии с ISO 186 или ISO 7213 в зависимости от ситуации. Если анализ делается на другом типе образца, то укажите источник образца и по возможности процедуру его отбора. Выбирайте пробы для анализа таким образом, чтобы выборка была представительной. Количество образца должно быть достаточным для проведения, по меньшей мере, повторных определений. При отборе образца избегайте срезанных кромок, пробитых отверстий и других частей, где возможно металлическое загрязнение.

Приготовьте пробу для анализа, отрывая, по меньшей мере, 30 г маленьких кусочков от разных частей образца. Это количество является достаточным для повторных определений, упомянутых в разделе 8. При обращении с образцом необходимо соблюдать меры предосторожности, чтобы не допустить какого-либо изменения содержания влаги.

8 Метод

8.1 Прокаливание и растворение остатка

Выполните эту процедуру с дублированием.

Сушите образец для анализа на воздухе в условиях лабораторной атмосферы до тех пор, пока не будет достигнута равновесная влажность.

Установите содержание влаги в отдельной порции высушенного образца, как задано в ISO 287 или ISO 638. Взвесьте эту порцию одновременно с взвешиванием анализируемой части образца, предназначенной для прокаливания.

Выполните озоление части образца для анализа согласно описанию в ISO 1762. Достаточно получить порцию золы весом от 2 до 5 г. Однако, для использования из этой порции должна быть точно взята необходимая масса на основе уровня марганца в образце и применяемого метода анализа, т.е. пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии или плазменной эмиссионной спектроскопии.

Растворите эту порцию золы под вытяжным колпаком. Чтобы не допустить всплесков, осторожно размочите золу водой (5.1) и добавьте в кювету 5 мл соляной кислоты (5.2). Испарите до сухого состояния на ванне с кипящей водой, плитке, нагревательной лампе или в эквивалентном устройстве. Повторите эту процедуру дважды.

Для образцов с высоким содержанием углекислой соли может потребоваться больше 10 мл соляной кислоты (два раза по 5 мл).

Добавьте 2,5 мл соляной кислоты (5.2) в сухой зольный остаток. Если необходимо, то нагревайте кювету, закрытую крышкой со смотровым стеклом, в течение нескольких минут.

Используя фильтровальную бумагу (6.1), отфильтруйте содержимое кюветы в мерную колбу на 25 мл. Убедитесь в завершении процесса фильтрования, добавьте еще 2,5 мл кислоты в кювету и снова нагрейте при необходимости. Путем фильтрования добавьте эту последнюю порцию кислоты к основной части в мерной колбе, используя некоторое количество воды (5.1). Заполните колбу до отметки и перемешайте. Содержимое колбы является раствором для проведения анализа.

8.2 Холостая проба

Сделайте прогон холостой пробы с некоторым количеством каждого реактива, который предполагается добавлять к зольному остатку после прокаливания, но в данном случае без золы.

9 Приготовление калибровочных растворов

Важно приготовить калибровочные растворы с такой же концентрацией кислоты, как в растворе для проведения анализа, так как кислотная концентрация влияет на результат.

Используя эталонный раствор марганца (5.4), приготовьте, по меньшей мере, три калибровочных раствора и дополнительно один нулевой раствор для построения калибровочной кривой. (Нулевой раствор подобен калибровочным растворам, но не содержит добавленного марганца. Не перепутайте нулевой раствор с холостой пробой.)

ПРИМЕЧАНИЕ Для плазменной эмиссионной спектрометрии требуется не больше двух калибровочных растворов.

10 Определение содержания марганца

Проведите спектрометрическое измерение калибровочных растворов, включая нулевой раствор, раствор для анализа содержания марганца и раствор холостой пробы. Работайте со спектрометром в соответствии с инструкциями производителя.

Растворы могут содержать лантан или цезий, если применяются для определения содержания кальция. Эти соли не влияют на определение содержания марганца, но некоторое количество этих солей должно быть добавлено в калибровочные растворы.

Если какое-либо полученное значение превышает диапазон, охватываемый калибровочными растворами, то должно быть сделано повторное измерение с более разбавленным раствором для анализа на марганец. Добавьте кислоту, раствор цезия или раствор лантана, как требуется.

Большинство спектрометров имеют систему автоматизированной оценки результатов. Если у измерительного прибора нет такой системы, то постройте калибровочную кривую зависимости абсорбции, скорректированной для холостой пробы, от концентрации марганца в миллиграммах на литр. Затем определите по этой кривой концентрацию марганца в растворе для анализа.

11 Вычисление содержания марганца

Вычислите массовую долю марганца из следующего выражения

$$w_{\text{Mn}} = \frac{f \times \rho_{\text{Mn}} \times V}{m}$$

где

w_{Mn} массовая доля марганца в образце, в миллиграммах на килограмм;

ρ_{Mn} концентрация марганца в растворе для анализа, полученная по графику калибровки с коррекцией для холостой пробы, в миллиграммах на литр;

V объем в миллилитрах исходного раствора для анализа (эталонный объем = 25 мл);

m масса взятого образца на основе сушки в печи, в граммах;

f коэффициент разбавления; $f=1$, если исходный раствор для анализа не был разбавлен.

Вычислите среднее с точностью до двух значащих цифр.

12 Точность

Исследование, проведенное методом SCAN-test в 1996 г., дало следующие результаты.

12.1 Повторяемость

Образец картона без покрытия проанализирован в одной и той же лаборатории девять раз. Получено среднее значение 33 мг/кг и коэффициент вариации (CV) составил 2 %.

ПРИМЕЧАНИЕ Так как упомянутое выше исследование проведено на одном образце и в одной лаборатории, то результат является грубой оценкой повторяемости.

12.2 Воспроизводимость

Четыре образца были проанализированы в восьми лабораториях. Результаты в Таблице 1 получены для среднего значения и коэффициента вариации (CV).

Таблица 1

Тип образца	Среднее мг/кг	CV %
Беленая целлюлоза	0,2	19
Картон с покрытием	7,4	18
Картон без покрытия	32	10
Копировальная бумага	19	15

13 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующую информацию: [ISO 1830:2005](https://www.iso.org/standard/6684d76b0743/iso-1830-2005)
:3-7976-4f84-8e34-b684d76b0743/iso-1830-2005

- a) ссылку на этот международный стандарт;
- b) дату и место проведения испытания;
- c) полную идентификацию анализируемого образца;
- d) результат, вычисленный согласно указанию в Разделе 11;
- e) любое отклонение от метода, изложенного в настоящем международном стандарте, или другие обстоятельства, которые могли влиять на результат.

Библиография

- [1] ISO 777, *Бумага картон и целлюлоза. Определение содержания кальция, растворимого в кислоте*
- [2] ISO 778, *Бумага картон и целлюлоза. Определение содержания меди, растворимой в кислоте*
- [3] ISO 779, *Бумага картон и целлюлоза. Определение содержания железа, растворимого в кислоте*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO 1830:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa619283-7976-4f84-8e34-b684d76b0743/iso-1830-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/aa619283-7976-4f84-8e34-b684d76b0743/iso-1830-2005>