

---

---

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

*Paper, board and pulp – Determination of acid-soluble calcium*

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 777:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/832210bc-3706-4573-9256-2e1171b510e5/iso-777-2005>

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



Ссылочный номер  
ISO 777:2005(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 777:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/832210bc-3706-4573-9256-2e1171b510e5/iso-777-2005>



**ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН 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](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## 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 777 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 6, *Бумага, картон и целлюлоза*.

Настоящее третье издание отменяет и замещает второе издание (ISO 777:2001) после его некоторого пересмотра. Не считая незначительные редакторские правки, изменен заголовок, чтобы не противоречить ISO 1830:2005 и различать от стандарта ISO 17812 (планируемого к изданию), который задает метод определения общей массовой доли кальция, марганца, железа и меди.

Первое издание настоящего международного стандарта включает метод титрования, а также процедуру на основе атомно-абсорбционной спектроскопии. Во втором издании метод титрования исключен, так как в настоящее время этот метод используется редко, а область применения стандарта расширена, чтобы охватить бумагу и картон в дополнение к целлюлозе.

## Введение

Настоящий международный стандарт соответствует ISO 778 <sup>[1]</sup> и ISO 779 <sup>[2]</sup>, чтобы сделать возможным конечное измерение содержания всех трех элементов путем анализа одного и того же раствора.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 777:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/832210bc-3706-4573-9256-2e1171b510e5/iso-777-2005>

# Бумага, картон и целлюлоза. Определение содержания кальция, 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 кальция, растворимого в кислоте, на основе атомной абсорбционной или плазменной эмиссионной спектроскопии.

Он применяется ко всем видам бумаги, картона и целлюлозы.

Этот стандарт задает метод, чтобы определять растворимый в кислоте зольный остаток 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 кальция в образце для анализа.

## 2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы являются обязательными для применения с настоящим международным стандартом. Для жестких ссылок применяются только указанное по тексту издание. Для плавающих ссылок 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 7213, *Целлюлоза. Отбор образцов для испытаний*

## 3 Термины и определения

В настоящем документе применяются следующие термины и определения.

### 3.1

#### **массовая доля кальция** **mass fraction of calcium**

количество элементарного кальция в растворе, полученном после прокаливания образца при 525 °C и обработки зольного остатка соляной кислотой с концентрацией 6 моль/л, как задано в настоящем международном стандарте

## 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/закись азота или ацетилен/воздух, а массовая доля кальция устанавливается одним из следующих методов:

- измерение поглощения по атомному спектру на длине волны 422,7 нм при излучении на кальций спектральной лампы с полым катодом; или
- измерение поглощения на длине волны 422,7 нм путем плазменной эмиссионной спектроскопии.

## 5 Реактивы и материалы

Используйте химические реактивы признанного аналитического качества и только дистиллированную или деионизированную воду.

### 5.1 Соляная кислота, концентрация около 6 моль/л

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

### 5.2 Запас раствора кальция, 500 мг/л кальция.

Взвесьте  $1,249 \pm 0,001$  г карбоната кальция, высушенного до постоянной массы при температуре не выше 200 °С, в мерной колбе вместимостью 1000 мл. Добавьте 50 мл воды. Добавьте минимальный объем соляной кислоты (5.1), капля за каплей (приблизительно 10 мл), чтобы осуществить полное растворение карбоната кальция. Разбавьте водой до отметки и перемешайте.

1 мл этого запасного раствора содержит 0,500 мг кальция (Ca).

### 5.3 Эталонный раствор кальция, 50 мг/л Ca

Перенесите 100 мл раствора (5.2) в мерную колбу на 1 000 мл, разбавьте водой до отметки и перемешайте.

1 мл этого эталонного раствора содержит 0,05 мг Ca.

Можно использовать сертифицированные эталонные растворы, доступные для приобретения.

### 5.4 Раствор лантана, 50 г/л лантана (La)

Смочите водой 59 г оксида лантана ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ). Медленно и осторожно добавьте 250 г соляной кислоты (плотностью 1,19 г/мл), чтобы растворить оксид лантана. Разбавьте до отметки мерной колбы 1 000 мл и перемешайте.

Этот раствор используется для устранения влияния фосфата при определении содержания кальция в пламени ацетилен–воздух. В случае применения пламени ацетилен/закись азота раствор лантана обычно не требуется.

### 5.5 Раствор цезия, 50 г/л цезия (Cs)

В мерной колбе на 1 000 мл растворите в воде 63,5 г сверхчистого хлорида цезия ( $\text{CsCl}$ ) и заполните колбу водой до отметки.

Этот раствор используется для подавления ионизации кальция в пламени закись азота/ацетилен. В случае применения пламени воздух/ацетилен раствор цезия обычно не требуется.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Хлорид цезия может быть заменен соответствующим количеством хлорида калия, если содержание калия не определяется в этом же растворе.

**5.6 Газообразный ацетилен и/или газообразная закись азота** подходящего качества для атомно-абсорбционной спектрометрии.

**ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Ацетиленовый газ образует с воздухом взрывчатые смеси.**

**5.7 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 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 кальций с полым катодом.

ПРИМЕЧАНИЕ Может применяться спектральная лампа на много элементов.

**6.4 Спектрометр с индуктивно-связанной плазмой.**

## 7 Отбор образцов и приготовление пробы

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 выборки, то укажите источник и по возможности процедуру его отбора. Выбирайте пробы для анализа таким образом, чтобы выборка была репрезентативной. 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.

## 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, пока не будет достигнута равновесная влажность.

Установите содержание влаги в отдельной порции высушенного образца, как задано в ISO 287 или ISO 638, по обстоятельствам. 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 грамм.

Растворите эту порцию золы под вытяжным колпаком. Чтобы не допустить всплесков, осторожно размочите золу водой и добавьте в кювету 5 мл соляной кислоты (5.1). Испарите до сухого состояния на ванне с кипящей водой 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 (5.1) в сухой зольный остаток. Если необходимо, но 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 фильтрации, добавьте еще 2,5 мл кислоты в кювету и снова нагрейте. Путем фильтрации добавьте эту последнюю порцию кислоты к основной части в мерной колбе, используя некоторое количество воды. Заполните колбу до отметки и перемешайте. Содержимое колбы является раствором для проведения анализа.

Сделайте испытание холостой пробы с тем же самым количеством каждого реактива, который предполагается добавлять к зольному остатку после прокаливания, но в данном случае без золы .

**8.2** Сделайте испытание холостой пробы с тем же самым 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 кальция (5.3), 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 кальция. Не перепутайте нулевой раствор с холостой пробой.)

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

## 10 Определение <http://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/832210bc-3706-4573-9256-2e1171b510e5/iso-777-2005>

Если используется пламя закись азота/ацетилен, то добавьте раствор цезия (5.5) с концентрацией цезия 1 г/л для предотвращения ионизации. Если используется пламя воздух/ ацетилен, то добавьте раствор лантана (5.4) с концентрацией лантана 5 г/л.

Проведите спектрометрическое измерение калибровочных растворов, включая нулевой раствор, раствор для анализа на содержание кальция и раствор холостой пробы. Работайте с прибором в соответствии с инструкциями производителя.

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

Большинство приборов имеют систему автоматизированной оценки результатов. Если измерительный прибор не имеет такую систему, то постройте калибровочную кривую зависимости оптической плотности, скорректированной для холостой пробы, от концентрации кальция в миллиграммах на литр. Затем считывайте с нее концентрацию кальция в растворе для анализа.

## 11 Вычисление

Вычислите массовую долю кальция из следующего выражения.

$$w_{Ca} = \frac{f \rho_{Ca} v}{m}$$

где



- $\omega_{Ca}$  массовая доля кальция в образце, в миллиграммах на килограмм;
- $\rho_{Ca}$  концентрация кальция 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 после 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

### 12.1 Общие положения

Исследование <sup>1)</sup> дало следующие результаты

### 12.2 Повторяемость

Образец картона без покрытия проанализирован в одной лаборатории девять раз. Получено среднее значение 730 мг/кг и коэффициент вариации (CV) составил 10 %.

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

### 12.3 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<br>мг/кг | CV<br>% |
|----------------------|------------------|---------|
| Беленая целлюлоза    | 160              | 6       |
| Картон с покрытием   | 10 500           | 5       |
| Картон без покрытия  | 640              | 9       |
| Копировальная бумага | 86 400           | 11      |

## 13 Протокол анализа

Протокол анализа должен включать следующую информацию:

- ссылку на этот международный стандарт;
- дату и место проведения анализа;
- полную идентификацию анализируемого образца
- результат, выраженный согласно указанию в Разделе 11;
- любое отклонение от метода, изложенного в настоящем международном стандарте, или другие обстоятельства, которые могли влиять на результат.

<sup>1)</sup> Исследование проведено SCAN-test в 1996 г.

## Библиография

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

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 777:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/832210bc-3706-4573-9256-2e1171b510e5/iso-777-2005>