МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO 778

Третье издание
2005-05-01

Бумага, картон и целлюлоза. Определение содержания меди, растворимой в кислоте

Paper, board and pulp – Determination of acid-soluble copper

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 778:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfa14877-4ffe-4143-ae16-6dbbeec33137/iso-778-2005

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

Ссылочный номер
ISO 778:2005(R)

© ISO 2005

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 778:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfa14877-4ffe-4143-ae16-6dbbeec33137/iso-778-2005

ДОКУМЕНТ ОХРАНЯЕТСЯ АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2005

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 22 734 09 47
E-mail copyright @ iso.org
Web 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Документ ISO 778 подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 6, *Бумага, картон и целлюлоза*.

Настоящее третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 778:2001), которое подверглось незначительному пересмотру. Не считая незначительных редакторских правок, изменен только заголовок в соответствии ISO 1830:2005 и для отличия от стандарта ISO 17812 (планируемого к изданию), который задает метод определения общей массовой доли кальция, марганца, железа и меди.

ISO 778:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6d4e37-4f8e-4441-a216-6dbbee3a3376/iso-778-2005

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

© ISO 2005 – Все права сохраняются

Введение

Настоящий международный стандарт соответствует ISO 777 [1] и ISO 779 [2], чтобы сделать возможным конечное измерение содержания всех трех элементов путем анализа одного и того же раствора.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 778:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfa14877-4ffe-4143-ae16-6dbbeec33137/iso-778-2005

© ISO 2005 – Все права сохраняются

Бумага, картон и целлюлоза. Определение содержания меди, растворимой 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 меди, растворимой в кислоте, на основе атомной абсорбционной или плазменной эмиссионной спектрометрии.

Он распространяется на все виды бумаги, картона и целлюлозы.

Этот стандарт задает метод определения растворимой 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 меди в образце для анализа. Предел определения обычно составляет 0,1 мг на кг бумаги, картона или целлюлозы, но зависит от применяемого спектрометра.

iTeh Standards (https://standards.iteh.ai) Document Preview
ISO 778:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfa14877-4ffe-4143-ae16-6dbbeec33137/iso-778-2005

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 меди
mass fraction of copper
доля меди 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

© ISO 2005 – Все права сохраняются

4 Сущность метода

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

– измерение поглощения по атомному спектру на длине волны 324,7 нм, излучаемой лампой с полым медным катодом; или

– измерение поглощения на длине волны 324,7 нм, излучаемой при плазменной эмиссионной спектрометрии.

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 Азотная кислота, плотность 1,4 г/мл.

5.3 Запас раствора меди, 100 мг/л меди.

iTeh STANDARD PREVIEW
(STANDARDS ITEH.AI)

Растворите 100 мг чистой электролитической меди в возможном наименьшем количестве азотной кислоты (плотностью 1,4 г/мл). Кипятите для того, чтобы удалить азотистые пары, и оставьте для охлаждения. Перенесите раствор полностью в мерную колбу на 1 000 мл. Разбавьте водой до отметки и перемешайте.

1 мл этого основного раствора содержит 0,10 мг Cu.

ISO 778:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfa14877-4ffe-4143-ae16-6dbbeec33137/iso-778-2005

5.4 Эталонный раствор меди, 10 мг/л Cu.

Перенесите 100 мл раствора меди (5.3) в мерную колбу на 1 000 мл и добавьте 200 мл соляной кислоты (5.1). Разбавьте водой до отметки и перемешайте.

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

Можно использовать сертифицированные эталонные растворы, доступные для приобретения.

5.5 Ацетиленовый газ и/или **закись азота** подходящего качества для атомно-абсорбционной спектрометрии.

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 Чашки, платиновые или кварцевые.

 © ISO 2005 – Все права сохраняются

6.3 Атомно-абсорбционный спектрометр с горелкой для создания пламени закись азота/ацетилен или воздух/ацетилен и спектральной лампой на медь 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 проба должна быть взята в соответствии с ISO 186 или ISO 7213 в зависимости от ситуации. Если анализ делается на другом типе пробы, то укажите источник пробы и по возможности процедуру получения выборки. Выбирайте пробы для анализа таким образом, чтобы выборка была репрезентативной. Количество пробы должно быть достаточным для проведения, по меньшей мере, повторных определений. Избегайте резаных кромок, пробитых отверстий и других частей, где возможно металлическое загрязнение.

Приготовьте пробу для анализа, отрывая, по меньшей мере, 50 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.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

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

ISO 778:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfa14877-4ffe-4143-ae16-6dbbeec33137/iso-778-2005

Выполните озоление части образца для анализа согласно описанию в ISO 1762. Рекомендуется получить порцию золы весом от 10 г до 20 г, потому что содержание меди в бумаге, картоне или целлюлозе обычно очень низкое.

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.

Для образцов с высоким содержанием углекислой соли может потребоваться больше соляной кислоты 10 мл (2 × 5 мл), например, 20 мл (2 × 10 мл).

Добавьте 2,5 мл соляной кислоты (5.1) для того, чтобы растворить 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. Путем фильтрования 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.

8.2 Холостой опыт

Выполняют холостой опыт с тем же количеством каждого реактива, который предполагается добавлять к зольному остатку после прокаливания, но в данном случае без золы.

© ISO 2005 – Все права сохраняются

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 меди (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 добавленной меди. Не перепутайте нулевой раствор с холостой пробой).

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

10 Определение содержания меди

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

Растворы могут содержать лантан или цезий, если используются для определения содержания кальция. Эти соли не влияют на определение содержания меди, но тоже самое 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 медь. Добавьте кислоту, раствор цезия или раствор лантана, как требуется.

Большинство спектрометров имеют систему автоматизированной оценки результатов. Если измерительный прибор не имеет такую систему, то постройте калибровочную кривую зависимости абсорбции, скорректированной для холостой пробы, от концентрации меди в миллиграммах на литр. Затем определите по этой кривой концентрацию меди в растворе для анализа.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 778:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfa14877-4ffe-4143-ae16-6dbbeec33137/iso-778-2005

11 Вычисление содержания меди

Вычислите массовую долю меди из следующего выражения

$$\omega_{Cu} = \frac{f \cdot \rho_{Cu} \cdot V}{m}$$

где

ω_{Cu} массовая доля меди в образце, в миллиграммах на килограмм;

ρ_{Cu} концентрация меди в растворе для анализа, полученная по калибровочной кривой 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 значение с точностью до двух значащих цифр для значений свыше 1 мг/кг и до одной значащей цифры для значений в диапазоне от 0,1 мг/кг до 1 мг/кг.

 © ISO 2005 – Все права сохраняются

12 Прецизионность

12.1 Общие положения

Исследование[1)] дало следующие результаты.

12.2 Повторяемость

Образец картона без покрытия проанализирован в одной лаборатории девять раз. Получено среднее значение 0,5 мг/кг и коэффициент вариации (CV) составил 24 %.

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 мг/кг	CV %
Беленая целлюлоза	0,4	73
Картон с покрытием	2,2	29
Картон без покрытия	0,4	63
Копировальная бумага	1,6	28
ПРИМЕЧАНИЕ Высокие значения CV получаются из-за массовой доли меди, близкой к пределу определения.		

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 778:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/c6a1487a-ffe-4143-ae16-dbbeec3137/iso-778-2005

13 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

a) ссылку на этот международный стандарт;

b) дату и место проведения анализа;

c) полную идентификацию анализируемого образца;

d) результат, выраженный согласно указанию в разделе 11;

e) любое отклонение от метода, изложенного в настоящем международном стандарте, или другие обстоятельства, которые могли влиять на результат.

---

1) Исследование проведено путем SCAN-test в 1996 г.

© ISO 2005 – Все права сохраняются

Библиография

[1] ISO 777, *Бумага картон и целлюлоза. Определение содержания кальция, растворимого в кислоте*

[2] ISO 779, *Бумага картон и целлюлоза. Определение содержания железа, растворимого в кислоте*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 778:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/cfa14877-4ffe-4143-ae16-6dbbeec33137/iso-778-2005

© ISO 2005 – Все права сохраняются