МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

ISO 779

Третье издание
2005-05-01

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

Paper, board and pulps — Determination of acid-soluble iron

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-e704-410a-8093-c7e3a1f32592/iso-779-2005

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

Ссылочный номер
ISO 779:2005 (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 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-e704-410a-8093-c7e3a1f32592/iso-779-2005

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

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 организации, правительственные и неправительственные, 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, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основной задачей технических комитетов является разработка международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Для опубликования их в качестве международного стандарта требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Возможно, некоторые элементы данной части стандарта могут являться предметом патентных прав. ISO не должна нести ответственности за идентификацию этих прав.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Международный стандарт ISO 779 подготовлен техническим комитетом ISO/ТК 6, *Бумага, картон и целлюлоза*.

Данное третье издание отменяет и заменяет второе издание (ISO 779:2001) и является его техническим пересмотром. Кроме незначительной редакционной правки, изменено только название для согласования с международным стандартом ISO 1830:2005 и в отличие от ISO 17812 (готовящегося к публикации), который устанавливает метод определения общей массовой доли кальция, марганца, железа и меди.

Iso 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/ba2b362c-570f-410a-8592-7e3a1f32592/iso-779-2005

Первое издание настоящего международного стандарта включало светоизмерительную методику и методику, основанную на атомно-абсорбционном спектральном анализе. Во втором издании светоизмерительная методика была отменена, т.к. в настоящее время она используется редко. Область применения расширена включением бумаги и картона дополнительно к целлюлозе.

© ISO 2005 – Все права сохраняются

Введение

Настоящий международный стандарт соответствует ISO 777[1] и ISO 778[2] для обеспечения возможности конечного измерения всех трех элементов на одном и том же растворе.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-e704-410a-8093-c7e3a1f32592/iso-779-2005

© ISO 2005 – Все права сохраняются

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

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Метод, заданный в этом международном стандарте, включает использование некоторых опасных химикатов и газов, которые могут образовывать с воздухом взрывчатые смеси. Следует соблюдать соответствующие меры предосторожности.

1 Область применения

Настоящий международный стандарт задает метод определения железа, растворимого в кислоте, на основе атомно-абсорбционной спектрометрии или плазменной эмиссионной спектрометрии.

Он распространяется на все виды бумаги, картона и целлюлозы.

Он устанавливает метод определения кислоторастворимой части золы, т.е. той части остатка, полученного после сжигания, которая растворима в соляной кислоте. Если остаток растворим полностью, то результат, полученный согласно установленной в настоящем международном стандарте процедуре, принимается как общее количество железа в образце.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/iso/c7e3a113-359f-4b0c-a7e3-a113359f4b0c/iso-779-2005

2 Нормативные ссылки

Следующие нормативные документы обязательны для применения данного документа. Для ссылок, имеющих определенный год, применяется только указанное издание. Для ссылок, не имеющих года принятия, необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая все изменения).

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

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

ISO 638, *Целлюлоза. Определение содержания сухого вещества*

ISO 17162, *Бумага, картон и целлюлоза. Определение остатка (золы) при прокаливании при 525 °C*

ISO 7213, *Целлюлоза. Методы отбора проб для испытания*

3 Термин и определение

Применительно к настоящему международному стандарту приняты следующие термин и определение:

3.1
массовая доля железа
mass fraction of iron
количество элементарного железа в растворе, полученное после сжигания образца при 525 °C и обработки остатка соляной кислотой концентрацией 6моль/л, как установлено в этом международном стандарте.

© ISO 2005 – Все права сохраняются

4 Сущность метода

Часть образца прокаливают при 525 °C, и полученный зольный остаток обрабатывают соляной кислотой концентрацией 6 моль/л. Анализируемая проба вводится в пламя ацетилен/моноксид азота или ацетилен/воздух, и массовую долю железа определяют по одной из следующих процедур:

— измерение величины поглощения излучения при 248,3 нм, испускаемой лампой с полым катодом для железа; или

— измерение величины поглощения излучения при 248,3 нм, полученного на основе плазменной эмиссии.

5 Реактивы и материалы

Используют только химические материалы признанного аналитического качества и только дистиллированную или деионизированную воду.

5.1 Соляная кислота, около 6 моль/л.

Разбавляют 500 мл соляной кислоты (плотность 1,19 г/мл) в 500 мл воды.

5.2 Основной раствор железа, 100 мг/л Fe.

Растворяют 100 мг чистой железной проволоки в наименьшем по возможности количестве соляной кислоты (плотность 1,19 г/мл) в мерной колбе емкостью 1 000 мл. Доводят водой до метки и перемешивают.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

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

5.3 Стандартный раствор железа, 10 мг/л Fe.

ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-e704-410a-8093-
c7e3e1f32502/iso-779-2005

Помещают 100 мл основного раствора железа (5.2) в 1 000 мл мерную колбу и добавляют 200 мл соляной кислоты (5.1). Разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 мл этого стандартного раствора содержит 0,01 мг Fe. Раствор неустойчивый.

Можно использовать сертифицированные стандартные растворы железа, доступные для изобретения.

5.4 Ацетиленовый газ и/или **моноксид азота N_2O,** подходящего класса для атомно-абсорбционной спектрометрии.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ Ацетиленовый газ образует с воздухом взрывоопасную смесь.

5.5 Подходящий газ для плазменного спектрометра (6.4). В качестве газа-носителя обычно рекомендуется аргон.

6 Аппаратура и оборудование

Обычное лабораторное оборудование. Очищают все оборудование в соляной кислоте 0,1 моль/л.

6.1 Фильтровальная бумага, беззольная, удержание частиц размером 20 мкм – 25 мкм.

6.2 Чашки, платиновые или кварцевые.

 © ISO 2005 – Все права сохраняются

6.3 Атомно-абсорбционный спектрометр, с горелкой моноксид азота/ацетилен или воздух/ацетилен и с лампой с полым катодом для железа.

ПРИМЕЧАНИЕ Может быть использована многоэлементная лампа.

6.4 Индуктивно соединенный плазменный спектрометр

7 Отбор проб и приготовление образца

Если проводится анализ для оценки партии бумаги, картона или целлюлозы, то выборку отбирают согласно ISO 186 или ISO 7213, в соответствии с материалом. Если анализ проводится на другом типе выборки, то в отчете указывают источник и, если возможно, процедуру выборки. Экземпляры для испытания выбирают таким образом, чтобы они были репрезентативными для полученного лабораторного образца. Должно быть отобрано достаточное количество лабораторных проб, чтобы обеспечить, как минимум повторные определения. Не следует допускать отрезанных краев, пробитых отверстий и частей с загрязнением от металла.

Испытуемый образец приготовляют, отрывая мелкие кусочки как минимум по 30 г из различных мест лабораторного образца. Это количество является достаточным для проведения повторных определений, о которых говорится в Разделе 8.

8 Процедура

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

8.1 Прокаливание и растворение остатка

Проводят процедуры с дублированием.

ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-e704-410a-8093-c7e3a1f32592/iso-779-2005

Для этого образец высушивают на воздухе в лабораторной среде до обеспечения равновесия влажности.

Определяют содержание влаги в отдельной высушенной на воздухе порции согласно ISO 287 или ISO 638, в зависимости от материала. Взвешивают эту порцию одновременно с испытуемым образцом, используемым для прокаливания.

Проводят озоление испытуемого образца согласно ISO 1762. Порции массой от 2 г до 5 г обычно бывает достаточным.

Проводят растворение золы в вытяжном шкафу. Для предотвращения всплесков осторожно смачивают золу водой и добавляют в чашку 5 мл соляной кислоты (5.1). Выпаривают до сухости на кипящей водяной бане или аналогичном устройстве. Повторяют эту процедуру.

Для проб с высоким содержанием карбоната может потребоваться более 10 мл кислоты (2 мл × 5 мл), например 20 мл (2 мл × 10 мл).

Добавляют 2,5 мл соляной кислоты (5.1), чтобы растворить остаток. Если необходимо, нагревают чашку, накрытую смотровым стеклом, в течение нескольких минут.

Используя фильтровальную бумагу (6.1), фильтруют содержимое чашки в мерную колбу емкостью 25 мл. Для гарантии полного переноса добавляют в чашку еще одну порцию кислоты размером 2,5 мл и вновь нагревают. Отфильтровывают эту последнюю порцию кислоты в основную порцию в мерной колбе с помощью некоторого количества воды. Наполняют до метки и перемешивают. Получается испытательный раствор.

© ISO 2005 – Все права сохраняются

8.2 Холостое испытание

Проводят холостое испытание с тем же количеством каждого из химических веществ, которые добавлялись к остатку прокаливания, но без какого-либо остатка.

9 Приготовление калибровочных растворов

Важно, чтобы концентрация кислоты в калибровочных растворах была такой же, как и в испытательном растворе, поскольку концентрация кислоты влияет на аналитический результат.

Из стандартного раствора железа (5.3) готовят как минимум три калибровочных раствора и в дополнение один нулевой раствор для построения калибровочной кривой. (Нулевой раствор аналогичен калибровочным растворам, но без добавления железа. Не следует путать его с холостым раствором).

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

10 Определение

Проводят спектрометрическое измерение калибровочных растворов, включая нулевой раствор, испытательный раствор и холостой раствор. Используют прибор по инструкции, данной изготовителем.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

Растворы могут содержать лантан или цезий, если используют те же растворы, которые использовали для определения кальция. Эти соли не препятствуют определению железа, но такие же количества этих солей необходимо добавить в калибровочные растворы.

Если какая-либо полученная величина превышает диапазон калибровочных растворов, измерение нужно повторить с более разбавленным испытательным раствором. Добавляют кислоту, раствор цезия или раствор лантана, как требуется.

ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-e704-410a-8093-c7e3a1f32592/iso-779-2005

Большинство приборов имеет систему для автоматической оценки результатов. Если прибор не имеет автоматической системы оценки, строят калибровочную кривую зависимости абсорбции, скорректированной для холостой пробы, от концентрации железа в миллиграммах на литр. Затем считывают концентрацию железа в испытательном растворе с калибровочной кривой.

11 Вычисление

Определяют массовую долю железа из выражения

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

где

ω_{Fe} - массовая доля железа в пробе, в миллиграммах на килограмм;

ρ_{Fe} - концентрация железа в испытательном растворе, полученная по калибровочной кривой с поправкой на холостое испытание, в миллиграммах на литр;

V - объем, в миллилитрах, первоначального испытательного раствора (стандартный объем = 25 мл);

m - масса взятой пробы, на основе массы сушки в печи, в граммах;

f - коэффициент разбавления; f = 1, если первоначальный испытательный раствор не разбавлен.

Вычисляют среднее значение до двух значащих цифр.

 © ISO 2005 – Все права сохраняются

12 Точность

12.1 Общие вопросы

Исследование[1)] дало следующие результаты.

12.2 Повторяемость

Пробу картона без покрытия анализировали в одной лаборатории девять раз. Полученное среднее значение составило 13 мг/кг, и коэффициент вариации (CV) был 8 %.

ПРИМЕЧАНИЕ Так как вышеупомянутое исследование включает только одну пробу и одну лабораторию, результат является приблизительной оценкой повторяемости.

12.3 Воспроизводимость

Четыре пробы анализировали в восьми лабораториях. Результаты, приведенные в Таблице 1, были получены для среднего значения и коэффициента вариации (CV).

Таблица 1

Тип пробы	Среднее значение, мг/кг	Коэффициент вариации %
Беленая бумага	3,6	45
Картон с покрытием	430	19
Картон без покрытия	13	28
Копировальная бумага	180	4
ПРИМЕЧАНИЕ. Высокие значения коэффициента вариации, возможно, обусловлены неравномерным распределением железа в пробе		

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-d704-410a-8092-
7e2a1f8c5f92/iso-779-2005

13 Протокол испытания

Протокол испытаний должен включать следующую информацию:

a) ссылку на данный международный стандарт;

b) дату и место проведения испытания;

c) полную идентификацию испытанного образца;

d) результат, выраженный, как показано в Разделе 11;

e) любое отклонение от методики, описанной в этом международном стандарте, или любые другие обстоятельства, которые могли повлиять на результат.

---

1) Исследование проведено посредством SCAN-test в 1996.

© ISO 2005 – Все права сохраняются

Библиография

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

[2] ISO 778, *Бумага, картон и целлюлоза. Определение одержания меди*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)
ISO 779:2005
https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/bea3b362-e704-410a-8093-c7e3a1f32592/iso-779-2005

© ISO 2005 – Все права сохраняются