

БИБЛИОГРАФИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ. 86



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЦЕЛЛЮЛОЗА И БУМАГА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КАЛЬЦИЯ

ГОСТ 9568-80

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

РАЗРАБОТАН Министерством целлюлозно-бумажной промышленности

ИСПОЛНИТЕЛЬ

Т. Н. Формальнова

ВНЕСЕН Министерством целлюлозно-бумажной промышленности

Зам. министра Г. Ф. Пронин

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15 июля 1980 г. № 3599

ЦЕЛЛЮЛОЗА И БУМАГА

Метод определения содержания кальция

Pulp and paper.

Method for determination of calcium content

ГОСТ

9568-80

Взамен

ГОСТ 9568-74

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 15 июля 1980 г. № 3599 срок действия установлен

с 01.07. 1981 г.

до 01.07. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

9001.01.96 4403-86

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу и бумагу и устанавливает метод определения содержания кальция.

Метод основан на переводе кальция, содержащегося в золе целлюлозы или бумаги, в солянокислый раствор с последующим определением его путем комплексонометрического титрования.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб целлюлозы — по ГОСТ 7004-78

1.2. Отбор проб бумаги — по ГОСТ 8047-78.

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

Печь муфельная с терморегулятором.

Баня водяная или песчаная.

Тигли фарфоровые по ГОСТ 9147-73.

Весы лабораторные рычажные с погрешностью извещивания не более 0,0002 г по ГОСТ 19491-74.

Палочка стеклянная.

Цилиндр мерный по ГОСТ 1770-74, вместимостью 250 мл.

Колба мерная по ГОСТ 1770-74, вместимостью 1000 мл.

Пипетки по ГОСТ 20292-74, вместимостью 1, 10, 20 мл.

Колба коническая по ГОСТ 10394-72, вместимостью 500 мл.

Бюретки по ГОСТ 20292-74, вместимостью 5,25 мл.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, ч.д.а., 1 н. раствор, 6 М-Тиомочевина по ГОСТ 6344-73, ч. д. а., 1%-ный раствор.

Триэтаноламин, ч., раствор 1:3.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, ч. д. а.

Натрий тетраборнокислый по ГОСТ 4199-76, х. ч.

Соль динатриевая этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б) по ГОСТ 10652-73, 0,01 н. раствор (хранят в полиэтиленовом сосуде).

Кальцион, ч. д. а., 0,1%-ный раствор (раствор устойчив в течение 2 мес.).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Кальций углекислый по ГОСТ 4530-76, х. ч.

0,01 н. стандартный раствор кальция готовят следующим образом: 0,5004 г углекислого кальция, предварительно высушенногопри температуре 105-110°C до постоянной массы, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, прибавляют 100 мл воды и около 5 мл 6 М раствора соляной кислоты до полного растворения соли. Затем раствор доливают водой до метки и тщательно перемешивают.

Буферный раствор с pH 12,6 готовят следующим образом: 10 г гидроокиси натрия и 10 г тетраборнокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в дистиллированной воде, после чего объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Перед испытанием тигель кипятят с 1 н. раствором соляной кислоты и тщательно промывают дистиллированной водой.

3.2. Для установления поправочного коэффициента (*K*) раствора трилона Б берут пипеткой 20 мл стандартного раствора углекислого кальция, помещают в колбу вместимостью 500 мл, добавляют 160 мл дистиллированной воды, 20 мл буферного раствора, 1 мл индикатора кальциона и медленно титруют раствором трилона Б при интенсивном перемешивании до отчетливого перехода окраски из розовой в синюю.

Параллельно проводят титрование контрольной пробы без добавления углекислого кальция.

Поправочный коэффициент раствора трилона Б (*K*) вычисляют по формуле

$$K = \frac{20}{V - V_1}.$$

где *V* — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование пробы, мл;

V₁ — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование контрольной пробы, мл.

Поправочный коэффициент раствора трилонна Б следует проверять не реже одного раза в неделю.

3.3. Перед испытанием целлюлозу или бумагу разрывают на куски размером 10×10 мм.

3.4. Влажность испытуемого образца определяют в отдельной навеске: целлюлозы — по ГОСТ 16932—71, бумаги — по ГОСТ 13525.19—71.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Навеску воздушно-сухой целлюлозы или бумаги массой 5—10 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в тигель, сжигают и прокаливают соответственно по ГОСТ 18461—73 и ГОСТ 7629—77.

Тигель с зольным остатком охлаждают, осторожно приливают 3 мл 1 н. соляной кислоты и выпаривают содержимое тигля на водяной бане досуха. Сухой остаток вторично обрабатывают 1 мл 1 н. соляной кислоты и 4 мл дистиллированной воды и нагревают в течение 1—2 мин до полного растворения сухого остатка.

В содержимое тигля прибавляют 10 мл раствора тиомочевины, 10 мл раствора триэтаноламина, перемешивают стеклянной палочкой и полученный испытуемый раствор количественно переносят в колбу для титрования, смывая тигель несколько раз 155 мл дистиллированной воды при тщательном перемешивании. Объем пробы должен составлять 200 мл.

К испытуемому раствору приливают 20 мл буферного раствора, 1 мл индикатора кальция и медленно титруют раствором трилена Б до отчетливого перехода окраски от фиолетово-розовой или розовой, в зависимости от концентрации кальция, до синей.

При подсчете результатов испытания необходимо внести поправку на содержание кальция в применяемой воде и реактивах. С этой целью параллельно с испытанием целлюлозы и бумаги проводят испытания контрольной пробы.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю кальция (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot K \cdot 0,2004 \cdot 10}{m \cdot (100 - W)} ,$$

где V — объем раствора трилена Б, израсходованный на титрование пробы, мл;

V_1 — объем раствора трилена Б, израсходованный на титрование контрольной пробы, мл;

K — поправочный коэффициент 0,01 н. раствора трилена Б;

m — масса воздушно-сухой целлюлозы или бумаги, г;

W — влажность испытуемого образца, %.

(1 мл 0,01 н. раствора трилона Б соответствует 0,2004 мг кальция.)

5.2. Результаты единичных определений выражают с точностью до 0,0001 %.

5.3. За результат испытания целлюлозы и бумаги принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождения между которыми не должны превышать величин, указанных в таблице.

Массовая доля кальция, %	Пределная погрешность, %	Допустимые расхождения между параллельными определениями (при $P=0,95$), %
До 0,0100	0,0005	0,0010
Св. 0,010	0,001	0,002

Группа К59

Изменение № 1 ГОСТ 9568—80 Целлюлоза и бумага. Метод определения содержания кальция

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.12.85 № 3862 срок введения установлен

с 01.04.86

Наименование стандарта, вводная часть. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли»; английский текст изложить в новой редакции:

«Pulp and Paper. Method for determination of mass percentage of calcium».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 5409

По всему тексту стандарта заменить единицу: мл на см³.

Раздел 2. Первый абзац после слов «с терморегулятором» дополнить словами: «обеспечивающая нагрев от 0 до 1000 °С»;

третий абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 9147—73 на ГОСТ 9147—80;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ценой наименьшего деления 0,0001 г, второго класса точности по ГОСТ 24104—80»;

девятый абзац изложить в новой редакции: «Колба типа Ки-500 по ГОСТ 25330—82»;

одиннадцатый абзац после обозначения «ч. д. а.» изложить в новой редакции: «растворы концентрацией с (HCl) = 1 моль/дм³ (1 н.) и с (HCl) = 6 моль/дм³ (6 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83»;

тринадцатый абзац после обозначения ч. изложить в новой редакции: «раствор триэтаноламина в воде в соотношении 1:3»;

шестнадцатый абзац. Заменить слова: «0,01 н. раствор» на «раствор кон-

(Продолжение см. с 210)

(Продолжение изменения к ГОСТ 9568-80)

центрацией с $(\frac{1}{2} \text{Na}_2\text{H}_2\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{O}_4\text{N}_2\cdot2\text{H}_2\text{O}) = 0,01 \text{ моль/дм}^3 (0,01 \text{ н.})$ ».

девятнадцатый абзац. Заменить слова: «0,01 н. стандартный раствор кальция» на «стандартный раствор кальция концентрацией с $(\frac{1}{2} \text{CaCO}_3) = 0,01 \text{ моль/дм}^3 (0,01 \text{ н.})$ », «6 М раствора» на «6 моль/дм³ (6 н.) раствора».

Пункт 3.1. Заменить слова: «1 н. раствором» на «1 моль/дм³ (1 н.) раствором».

Пункт 3.2. Первый абзац. Исключить слово: «углекислого»; второй абзац после слова «пробы» изложить в новой редакции: «приготовленной без добавления стандартного раствора кальция».

Пункт 3.3 изложить в новой редакции: «3.3. Перед испытанием отбирают пробу целлюлозы подготавливают по ГОСТ 19318-73, бумагу разрывают на кусочки размером $10 \times 10 \text{ мм}^2$.

Пункт 3.4. Заменить ссылку: ГОСТ 16932-71 на ГОСТ 16932-82.

Пункт 4.1. Первый абзац. Исключить слова: «взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г»; после ссылки на ГОСТ 7629-77 дополнить словами: «Результат взвешивания записывают с точностью до четвертого десятичного знака»; второй абзац. Заменить слова: «1 н. соляной кислоты» на «1 моль/дм³ (1 н.) соляной кислоты»;

пятый абзац после слов «параллельно с» изложить в новой редакции: «титрованием испытуемого раствора проводят титрование контрольной пробы, приготовленной без зольного остатка бумаги или целлюлозы».

Пункт 5.1. Заменить слова: «титрование пробы» на «титрование испытуемого раствора», «0,01 н. растворах» на «0,01 моль/дм³ (0,01 н.) раствора».

Пункт 5.3. Таблица. Заменить наименование графы: «Предельная погрешность, %» на «Предельная погрешность (точность записи среднего результата), %».

Редактор *Т. В. Смыка*
Технический редактор *Л. Б. Семенова*
Корректор *Е. А. Богачкова*

Сдано в наб. 24.07.80 Подп. в печ. 22.09.80 0,5 п. л. 0,31 уч.-изд. л. Тир. 12000 Цела 3 хов.
Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, Новопресненский пер., 3
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2247