

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

БУМАГА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ МЫШЬЯКА

Издание официальное

БЗ 3—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т**БУМАГА****Метод определения массовой доли мышьяка**

Paper. Method for determination of fraction
of total mass of arsenic

ГОСТ
8434—77

ОКСТУ 5409

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт распространяется на бумагу и устанавливает метод определения массовой доли мышьяка.

Сущность метода заключается в получении уксуснокислой вытяжки из бумаги с последующим колориметрическим определением в ней мышьяка по арсеномолибденовой сини.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 8047.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения испытания применяют следующую аппаратуру, посуду, реактивы и растворы:

фотоэлектроколориметр типа ФЭК-56М;

весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью не более 0,0002 г по ГОСТ 24104;

баню водянную;

колбы 1—50—2 или 2—50—2, 1—100—2 или 2—100—2, 1—1000—2 или 2—1000—2 по ГОСТ 1770; бюретка 6—2—5 по НТД;

пипетка 6,7—2—10, 2,2—20 по НТД;

колбы Кн-2—250 ТХС по ГОСТ 25336;

воронки фильтрующие типа ВФ-1—56,75 ХС или ВФ-2—75, 110 ХС, или ВФ-3—100 ХС по ГОСТ 25336;

сосуд из полизтилена по ГОСТ 16338, вместимостью 1000 см³;

термометр ТЛ-2 1-А2 по ГОСТ 28498;

фильтры бумажные;

кислоту уксусную по ГОСТ 61, х. ч. раствор с массовой долей 1 %;

кислоту серную по ГОСТ 4204, х. ч. концентрированную, $c(1/2 H_2SO_4) = 2$ моль/дм³ и раствор с массовой долей 1 %;

гидроокись натрия по ГОСТ 2263, х. ч. раствор с массовой долей 20 %;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х. ч.;

тидразин сернокислый по ГОСТ 5841;

йод по ГОСТ 4159, раствор концентрации $c(1/2 I_2) = 0,05$ моль/дм³;

натрий двууглекислый по ГОСТ 4201, х. ч.;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1977

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Переиздание с Изменениями

метиловый красный по ТУ 6—09—5169, раствор с массовой долей 1 %;

ангидрид мышьяковистый по ГОСТ 1973, ч. д. а.;

стандартный раствор, содержащий 0,1 мг мышьяка в 1 см³ раствора, готовят следующим образом: навеску мышьяковистого ангидрида массой 1,32 г, взвешенную с погрешностью не более 0,001, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в 25 см³ раствора с массовой долей гидроокиси натрия 20 %.

Раствор нейтрализуют раствором серной кислоты концентрацией 2 моль/дм³, применяя индикатор метиловый красный и доливают раствор до метки раствором с массовой долей серной кислоты 1 %.

10 см³ полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки раствором с массовой долей серной кислоты 1 %;

раствор молибдатгидразинсульфата, приготовленный следующим образом: 6,85 г аммония молибденовокислого и 0,40 г сернокислого гидразина, взвешенных с погрешностью не более 0,001 г, помещают в полиэтиленовый сосуд и растворяют в 100 см³ дистиллированной воды и 100 см³ концентрированной серной кислоты.

Темно-голубой раствор после охлаждения разбавляют 500 см³ дистиллированной воды и после повторного охлаждения доводят объем раствора до 1000 см³.

Раствор при этом приобретает светло-коричневый цвет.

Раствор необходимо хранить в полиэтиленовом сосуде в холодильнике.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Построение градуировочного графика

3.1.1. Для построения градуировочного графика готовят серию растворов с массовой концентрацией мышьяка от 0,0005 до 0,005 кг/см³.

Для этого в сухие мерные колбы вместимостью 100 см³ бюреткой вливают по 0,5; 1; 2; 3; 4 и 5 см³ стандартного раствора и доводят раствор до метки раствором с массовой долей серной кислоты 1 %.

3.1.2. Затем в мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают по 30 см³ приготовленных растворов, добавляют по 1 г двууглекислого натрия и оттитровывают раствор раствором йода концентрацией 0,05 моль/дм³ до появления светло-желтого окрашивания.

3.1.1, 3.1.2. (Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.1.3. К оттитрованным растворам приливают по 10 см³ молибдатгидразинсульфатного раствора и нагревают на кипящей водяной бане в течение 20 мин. Образующаяся арсеномолибденовая синь придает раствору устойчивую синюю окраску.

3.1.4. Раствор охлаждают при комнатной температуре и доводят его до метки дистиллированной водой. Затем измеряют светопоглощение на фотозлектроколориметре при длине волны, соответствующей максимуму пропускания 597 нм, в кювете с толщиной поглащающего свет слоя 50 мм. Измерение проводят относительно холостой пробы, состоящей из 10 см³ раствора молибдатгидразинсульфата и 40 см³ дистиллированной воды.

3.1.3, 3.1.4. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.5. По полученным данным строят градуировочную кривую, откладывая на оси ординат показания прибора, а на оси абсцисс — массовую концентрацию мышьяка в кг/см³.

Точки должны лежать на прямой, проходящей через начало координат. Градуировочный график проверяют один раз в три месяца, а также при замене реактивов и прибора.

Для каждой концентрации раствора при построении градуировочного графика измеряют оптическую плотность трех параллельных проб и берут среднее арифметическое значение полученных результатов.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Подготовка пробы к испытанию

3.2.1. Из пяти образцов бумаги нарезают кусочки размером 10 × 10 мм и перемешивают их.

3.2.2. Масса полученной пробы должна быть не менее 30 г.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Из подготовленной пробы берут навеску массой 10 г, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г (влажность бумаги определяют в отдельной навеске по ГОСТ 13525.19). Навеску помещают в коническую колбу, заливают 100 см³ раствора с массовой долей уксусной кислоты 1 % и выдержива-

вают в течение 24 ч при комнатной температуре. При этом необходимо, чтобы вся проба была покрыта кислотой. Полученную вытяжку отфильтровывают на воронке для удаления волокон бумаги. Затем фильтрат подготавливают и фотометрируют, как указано в пп. 3.1.2; 3.1.3; 3.1.4. По полученной величине оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массовую концентрацию мышьяка в испытуемом растворе.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю мышьяка (X) в процентах к абсолютно сухой бумаге вычисляют по формуле

$$X = \frac{100 \cdot 50 \cdot a \cdot 100}{30 \cdot m (100 - W) \cdot 1000},$$

где a — массовая концентрация мышьяка, определенная по градуировочному графику, $\text{кг}/\text{см}^3$;

m — масса воздушно-сухой навески бумаги, г;

W — влажность бумаги, %;

100 — объем уксуснокислой вытяжки, см^3 ;

30 — часть вытяжки, взятой для фотометрирования, см^3 ;

50 — объем пробы для фотометрирования, см^3 .

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений (округленное до миллионных долей процента), расхождения между которыми не должны превышать 0,000002 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством лесной, целлюлозно-бумажной и деревообрабатывающей промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

В.Ф. Филатенков, Э.М. Генова, канд. техн. наук

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 05.04.77 № 860

3. ВЗАМЕН ГОСТ 8434—67

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта |
|--|--------------|--|--------------|
| ГОСТ 61—75 | 2.1 | ГОСТ 6709—72 | 2.1 |
| ГОСТ 1770—74 | 2.1 | ГОСТ 8047—93 | 1.1 |
| ГОСТ 1973—77 | 2.1 | ГОСТ 13525.19—91 | 4.1 |
| ГОСТ 2263—79 | 2.1 | ГОСТ 16338—85 | 2.1 |
| ГОСТ 3765—78 | 2.1 | ГОСТ 24104—88 | 2.1 |
| ГОСТ 4159—79 | 2.1 | ГОСТ 25336—82 | 2.1 |
| ГОСТ 4201—79 | 2.1 | ГОСТ 28498—90 | 2.1 |
| ГОСТ 4204—77 | 2.1 | ТУ 6—09—5169—84 | 2.1 |
| ГОСТ 5841—74 | 2.1 | | |

5. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (октябрь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1982 г., июне 1987 г. (ИУС 1—83, 11—87)

Редактор *М.И. Максимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. №021007 от 10.08.95. Сдано в набор 30.09.98. Подписано в печать 23.11.98. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,36. Тираж 145 экз. СУД 941. Зак. 290.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Пар № 080102