

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

## 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

ОКСТВ 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 водяную,

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 полиэтилена по ГОСТ 16338, вместимостью 1000 см<sup>3</sup>,

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, с (1/2 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) = 2 моль/дм<sup>3</sup> и раствор с массовой долей 1 %,

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

аммоний молибденокислый по ГОСТ 3765, х ч,

гидразин сернокислый по ГОСТ 5841,

иод по ГОСТ 4159, раствор концентрации с (1/2 J<sub>2</sub>) = 0,05 моль/дм<sup>3</sup>,

натрий двууглекислый по ГОСТ 4201, х ч,

воду дистиллированную по ГОСТ 6709,

## C. 2 ГОСТ 8434—77

метиловый красный по ТУ 6—09—5169, раствор с массовой долей 1 %, анигидрил мышьяковистый по ГОСТ 1973, ч д а,

стандартный раствор, содержащий 0,1 мг мышьяка в 1 см<sup>3</sup> раствора, готовят следующим образом навеску мышьяковистого анигидрида массой 1,32 г, взвешенную с погрешностью не более 0,001 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют в 25 см<sup>3</sup> раствора с массовой долей гидроокиси натрия 20 %

Раствор нейтрализуют раствором серной кислоты концентрацией 2 моль/дм<sup>3</sup>, применяя индикатор метиловый красный и доливают раствор до метки раствором с массовой долей серной кислоты 1 %

10 см<sup>3</sup> полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и доводят до метки раствором с массовой долей серной кислоты 1 %,

раствор молибдатгидразинсульфата, приготовленный следующим образом 6,85 г аммония молибденокислого и 0,40 г сернокислого гидразина, взвешенных с погрешностью не более 0,001 г, помещают в полиэтиленовый сосуд и растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 100 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты

Темно-голубой раствор после охлаждения разбавляют 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и после повторного охлаждения доводят объем раствора до 1000 см<sup>3</sup>

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/см<sup>3</sup>

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

3.1.2 Затем в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают по 30 см<sup>3</sup> приготовленных растворов, добавляют по 1 г двууглекислого натрия и оттитровывают раствор раствором иода концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 фотоэлектроколориметре при длине волны, соответствующей максимуму пропускания 597 нм, в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм. Измерение проводят относительно холостой пробы, состоящей из 10 см<sup>3</sup> раствора молибдатгидразинсульфата и 40 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>

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 см<sup>3</sup> раствора с массовой долей уксусной кислоты 1 % и выдерживают

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, Иэм. № 1, 2).

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где  $a$  — массовая концентрация мышьяка, определенная по градуировочному графику, кг/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса воздушно-сухой навески бумаги, г;

$W$  — влажность бумаги, %;

100 — объем уксуснокислой вытяжки, см<sup>3</sup>;

30 — часть вытяжки, взятой для фотометрирования, см<sup>3</sup>;

50 — объем пробы для фотометрирования, см<sup>3</sup>.

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, Иэм. № 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      С1451      Зак 808

---

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