МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БУМАГА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ МЫШЬЯКА

Издание официальное

БЗ 3—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 676.01:546.19.06:006.354 Группа К69

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

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 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 $см^3$;

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/$дм^3$ 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.;

гидразин сернокислый по ГОСТ 5841;

йод по ГОСТ 4159, раствор концентрации c (1/2 J_2) = 0,05 моль/$дм^3$;

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 $см^3$ раствора, готовят следующим образом: навеску мышьяковистого ангидрида массой 1,32 г, взвешенную с погрешностью не более 0,001, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 $см^3$ и растворяют в 25 $см^3$ раствора с массовой долей гидроокиси натрия 20 %.

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

10 $см^3$ полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ 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 $см^3$ дистиллированной воды и 100 $см^3$ концентрированной серной кислоты.

Темно-голубой раствор после охлаждения разбавляют 500 $см^3$ дистиллированной воды и после повторного охлаждения доводят объем раствора до 1000 $см^3$.

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/$см^3$.

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

3.1.2. Затем в мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ помещают по 30 $см^3$ приготовленных растворов, добавляют по 1 г двууглекислого натрия и оттитровывают раствор раствором йода концентрацией 0,05 моль/$дм^3$ 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 $см^3$ 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 $см^3$ раствора молибдатгидразинсульфата и 40 $см^3$ 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/$см^3$.

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 $см^3$ раствора с массовой долей уксусной кислоты 1 % и выдержи-

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, кг/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. С\Д 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.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru