МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БУМАГА

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ СВИНЦА

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 676.01/546.815.06:006.354 Группа К69

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БУМАГА

Методы определения массовой доли свинца

ГОСТ 13346—72

Paper. Methods for determination of lead fraction of total mass

ОКС 85.060
ОКСТУ 5409

Дата введения 01.01.73

Настоящий стандарт распространяется на бумагу и устанавливает два метода определения массовой доли свинца в бумаге: фотометрический (метод 1) и атомно-абсорбционный (метод 2). Стандарт не распространяется на бумагу, содержащую в композиции диоксид титана, а также другие оксиды и их соли, применяемые для отбеливания бумаги.

Сущность фотометрического метода заключается в переводе свинца, содержащегося в золе бумаги, в раствор с последующим образованием осадка хромата свинца и определением его при помощи фотоэлектроколориметра.

Сущность атомно-абсорбционного метода заключается в переводе свинца, содержащегося в золе бумаги, в раствор, всасывании испытуемого раствора в виде аэрозоля воздушно-ацетиленовым пламенем горелки, абсорбции (поглощении) его атомами излучения полой катодной лампы и последующем измерении массовой доли свинца по величине абсорбции.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ СВИНЦА (МЕТОД 1)

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб бумаги производят по ГОСТ 8047.

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения испытания необходимы следующие приборы, посуда, реактивы и растворы:

Фотоэлектроколориметр любого типа, обеспечивающий измерение при длине волны (490±10) Нм.

Шкаф сушильный с естественной циркуляцией воздуха и автоматическим регулированием, обеспечивающим температуру (110±5) °С.

Баня водяная любого типа.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью не более 0,01 г по ГОСТ 24104.

Чашка выпарительная 4 по ГОСТ 9147.

Колбы 1—50—2 и 1—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—2—1—5, 1—2—1—10 — по ГОСТ 29228.

Воронки ВД-1—100хС по ГОСТ 25336.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а., разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., плотность 1,37 г/см^3, разбавленная 1:1 и 1:200.

Кислота уксусная по ГОСТ 6968, х. ч., плотность 1,055 г/см^3, разбавленная 1:1.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, раствор с массовой концентрацией 30 %.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 4236, ч. д. а.

Издание официальное ★ Перепечатка воспрещена

© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Стандартный раствор свинца с массовой концентрацией 1 мг свинца в 1 см³ (раствор *А*); готовят следующим образом: из предварительно высушенного при температуре (110±5) °С азотнокислого свинца берут навеску (0,16±0,01) г растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют одну каплю концентрированной азотной кислоты, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Стандартный раствор свинца с массовой концентрацией 0,1 мг свинца в 1 см³ (раствор *Б*); готовят следующим образом: 10 см³ раствора *А* переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Натрия N, N-диэтилдитиокарбамат (диэтилдитиокарбамат натрия) по ГОСТ 8864, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 1 % (хранить в темном сосуде). Окрашенный раствор не применяют.

Индикатор феноловый красный водорастворимый по ТУ 6093070—73, раствор с массовой концентрацией 0,1 %.

Калий хромовокислый по ГОСТ 4459, ч. д. а., концентрации c (1/2 K_2CrO_4) = 1 моль/дм³ (1 н.).

Эфир этиловый — по нормативному документу.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Бумага индикаторная универсальная pH 1—10.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 3, 4).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Для построения калибровочного графика готовят серию растворов с массовой концентрацией свинца от 1 до 10 мкг/мл.

Для этого в сухие колбы вместимостью 50 см³ каждая наливают стандартный раствор *Б* в количествах, приведенных в таблице.

Номер мерной колбы	Объем раствора *Б*, см³	Массовая концентрация свинца, мкг/см3
1	0,5	1
2	1	2
3	2	4
4	3	6
5	4	8
6	5	10

В колбу для контрольной пробы наливают 5 см³ дистиллированной воды.

В каждую колбу добавляют по 0,1 см³ фенолового красного и несколько капель раствора гидроокиси натрия до перехода окраски индикатора в ярко-малиновую, а затем несколько капель разбавленной уксусной кислоты — до перехода окраски этого индикатора в желтую (pH 4—5) при определении индикаторной бумагой. Затем добавляют 0,1 см³ раствора хромовокислого калия концентрации c (1/2 K_2CrO_4) = 1 моль/дм³ (1 н.). После добавления каждого реактива содержимое колб перемешивают. Объем доводят до метки (50 см³) дистиллированной водой, перемешивают и определяют оптическую плотность растворов относительно контрольной пробы на фотоэлектроколориметре при длине волны λ = 490 нм в кювете 50 мм.

Строят график зависимости оптической плотности (D) от массовой концентрации свинца в растворе (C_x).

Калибровочный график проверяют один раз в месяц, а также в случае смены реактивов и прибора.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Бумагу разрывают на кусочки размером не более 10 × 10 мм, не применяя ножниц и ножей во избежание загрязнения металлом.

Навеску воздушно-сухой бумаги 20 г, взвешенную с погрешностью ±0,01 г (влажность определяют в отдельной навеске по ГОСТ 13525.19), помещают в выпарительную чашку, сжигают и прокаливают по ГОСТ 7629. Температура прокаливания (575±25) °С при отсутствии других указаний в нормативно-технической документации на конкретный вид продукции.

Зольный остаток охлаждают, приливают к нему 5 см³ разбавленной (1:1) азотной кислоты, выпаривают на водяной бане до влажных солей и обрабатывают 5 см³ соляной кислоты. Снова выпаривают до влажных солей и прибавляют 10 см³ соляной кислоты.

Содержимое чашки переносят в делительную воронку, чашку обмывают минимальным количеством соляной кислоты и сливают в ту же делительную воронку. В воронку приливают 10 см³ этилового эфира и встряхивают в течение 2 мин.

Нижний слой сливают в выпарительную чашку и выпаривают на водяной бане досуха. Затем прибавляют 10 см³ разбавленной (1:200) азотной кислоты, растворяют осадок при нагревании и переносят в делительную воронку. В воронку добавляют 5 см³ раствора диэтилдитиокарбамата натрия и 10 см³ этилового эфира, содержимое воронки встряхивают в течение 1 мин.

Нижний слой отбрасывают, а верхний сливают в выпарительную чашку и выпаривают. Добавляют 5 см³ разбавленной (1:1) азотной кислоты и выпаривают до 2—3 см³ раствора.

Добавляют 3 см³ разбавленной (1:200) азотной кислоты и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³. Обмывают чашку дистиллированной водой (1—2 см³) и переносят в ту же мерную колбу.

4.2. В колбу с испытуемой пробой и в колбу для контрольной пробы, содержащую 5 см³ дистиллированной воды, добавляют 0,1 см³, раствора фенолового красного, несколько капель раствора гидроокиси натрия до перехода окраски фенолового красного в ярко-малиновую и затем несколько капель разбавленной уксусной кислоты до перехода окраски индикатора в желтую (pH 4—5).

После этого прибавляют 0,1 см³ раствора хромовокислого калия. После добавления каждого реактива содержимое колб перемешивают. Объем доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

4.1, 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

4.3. Определяют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре по п. 3.1.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.4. По найденному значению оптической плотности по калибровочному графику определяют массовую концентрацию свинца в испытуемой пробе (C_x).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю свинца (C) в процентах к абсолютно сухой бумаге вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_x \cdot V \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 1000000 \cdot (100 - W)} = \frac{C_x \cdot V}{m \cdot 100 \cdot (100 - W)},$$

где C_x — массовая концентрация свинца, определенная по калибровочному графику, мкг/см³ или мг/дм³;

V — объем испытуемого раствора, см³;

m — масса навески воздушно-сухой бумаги, г;

W — влажность бумаги, %.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 4).

5.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до десятитысячных долей процента.

Расхождения между параллельными определениями для доверительной вероятности $P = 0,95$ не должны превышать 0,0003 %.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ СВИНЦА (МЕТОД 2)

6.1. *Отбор проб*

Отбор проб — по п. 1.1 настоящего стандарта.

6.2. *Аппаратура, посуда, реактивы и приборы*

Атомно-абсорбционный спектрофотометр отечественного или импортного производства с горелкой для смеси ацетилен—воздух.

Полая катодная лампа.

Ацетилен растворенный технический по нормативной документации.

Компрессор для подачи сжатого воздуха.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью не более 0,01 г по ГОСТ 24104.

Чашка выпарительная № 4 по ГОСТ 9147 или чашка № 200 по ГОСТ 19908.

Шкаф сушильный с естественной циркуляцией воздуха и автоматическим регулированием, обеспечивающим температуру (110±5) °С.

Баня водяная.

Колбы 1—50—2 и 1—100—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки 1—2—1—5, 1—2—1—10 по ГОСТ 29228.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, разбавленная 1:1.

Свинец азотнокислый по ГОСТ 6709.

Стандартные растворы А и Б готовят по п. 2.1 настоящего стандарта.

6.3 *Подготовка к испытанию*

Для построения калибровочного графика готовят серию стандартных растворов с массовой концентрацией свинца от 1 до 10 мкг/мл.

Для этого в сухие колбы вместимостью 50 $см^3$ каждая наливают стандартный раствор Б в количествах, приведенных в таблице п. 3.1 настоящего стандарта. Затем в каждую колбу наливают по 10 $см^3$ разбавленной (1:1) соляной кислоты и доводят дистиллированной водой объем раствора до метки 50 $см^3$.

6.4 Бумагу разрывают на кусочки размером не более 10 × 10 мм, не применяя ножниц и ножей во избежание загрязнения металлом.

Навеску воздушно-сухой бумаги 10 г, взвешенную с погрешностью ±0,01 г (влажность определяют в отдельной навеске по ГОСТ 13525.19), помещают в выпарительную чашку, сжигают и прокаливают по ГОСТ 7629. Температура прокаливания (575±25) °С при отсутствии других указаний в нормативной документации на конкретный вид продукции. Зольный остаток охлаждают, добавляют к нему 5 $см^3$ разбавленной (1:1) азотной кислоты, выпаривают на водяной бане до влажных солей и обрабатывают 5 $см^3$ разбавленной (1:1) соляной кислотой. Снова выпаривают до влажных солей, прибавляют 10 $см^3$ разбавленной (1:1) соляной кислоты и нагревают в течение 5 мин на паровой бане. Содержимое чашки переносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$, чашку обмывают минимальным количеством дистиллированной воды. Если в растворе содержится взвесь, дают раствору отстояться. Для спектрофотометрических измерений используют прозрачный раствор.

После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование стандартных и рабочих растворов в условиях, предусмотренных указанной инструкцией, распыляя после каждого раствора дистиллированную воду в течение 5 с. По полученным данным для стандартных растворов строят калибровочный график, откладывая значения оптической плотности на оси ординат и значения концентрации свинца в стандартном растворе на оси абсцисс.

Массовую концентрацию свинца в рабочем растворе определяют по графику.

6.5 *Обработка результатов*

Обработка результатов испытаний — по разделу 5 настоящего стандарта.

6.6 *Протокол испытания*

В протокол испытания включают следующие данные:

- информацию, необходимую для идентификации испытуемого образца;
- ссылку на настоящий стандарт и применяемый метод[1)];
- количество параллельных определений;
- температуру прокаливания;
- любые отклонения от стандартной методики;
- результаты испытаний, выраженные в цифрах.

Разд. 6. **(Введен дополнительно, Изм. № 4).**

[1)] Метод 2 рекомендуется применять при определении массовой концентрации свинца в комплексе с другими исследуемыми элементами в золе бумаги. Применение методов предусматривается в стандартах на конкретный вид продукции.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством лесной промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М.А. Иванов, М.В. Майданович

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 17.07.72 № 1413

Изменение № 4 принято Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13—98 от 18 мая 1998 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13346—67

4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД,на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 4236—77	2.1
ГОСТ 4328—77	2.1
ГОСТ 4459—75	2.1
ГОСТ 4461—77	2.1
ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 6968—76	2.1
ГОСТ 7629—93	4.1
ГОСТ 8047—93	1.1
ГОСТ 8864—71	2.1
ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 13525.19—91	4.1
ГОСТ 19908—90	6.2
ГОСТ 24104—88	2.1
ГОСТ 25336—82	2.1
ГОСТ 29228—91	2.1
ТУ 6093070—73	2.1

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

6. ПЕРЕИЗДАНИЕ (февраль 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в июле 1979 г., июле 1984 г., июне 1989 г., феврале 1999 г. (ИУС 9—79, 10—84, 8—89, 5—99)

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *Л.А. Кузнецова*
Корректор *В.Е. Нестерова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 10.03.99. Подписано в печать 30.03.99. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,70.
Тираж 160 экз. С 2417. Зак. 802.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru