10638-73
Изм. 1, 2, 3+

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЦЕЛЛЮЛОЗА И БУМАГА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ НАТРИЯ

ГОСТ 10638—73

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.728 : 546.33.06 + 676.01 : 546.33.06(083.74) Группа К69

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦЕЛЛЮЛОЗА И БУМАГА
Метод определения массовой доли натрия

Pulp and paper. Method for determination of sodium fraction of total mass

ГОСТ 10638—73*

Взамен ГОСТ 10638—63

ОКСТУ 5409

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 10 октября 1973 г. № 2283 срок введения установлен с 01.01.75

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 26.06.84 № 2144 срок действия продлен до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу и бумагу и устанавливает метод количественного определения натрия.

Сущность метода заключается в экстрагировании натрия из целлюлозы или бумаги смесью щавелевокислого аммония и уксусной кислоты с одновременным осаждением кальция и его соединений и последующим определением натрия в фильтрате с помощью пламенного фотометра.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб целлюлозы — по ГОСТ 7004—78 (СТ СЭВ 445—77).

1.2. Отбор проб бумаги — по ГОСТ 8047—78 (СТ СЭВ 442—77).

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытания должны применяться:

фотометр пламенный типа ПФМ или другого типа, обеспечивающий точность измерения не ниже точности указанного прибора;

колбы кварцевые плоскодонные по ГОСТ 19908—80, вместимостью 250 см³ или посуда из полиэтилена по ГОСТ 17000—71, вместимостью 250 см³;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание (май 1985 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1979 г., июне 1984 г. (ИУС 9—79, 10—84).*

© Издательство стандартов, 1985

тигли фильтрующие по ГОСТ 25336—82, типа ТФ-40 ПОР 100;

весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 г по ГОСТ 24104—80;

баня водяная;

холодильник воздушный из кварцевого стекла по ГОСТ 8680—73;

цилиндр мерный по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 $см^3$;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч.;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор концентрацией с $(CH_3COOH) \approx 0{,}1$ моль/$дм^3$ (0,1 н.);

аммоний щавелевокислый по ГОСТ 5712—78, раствор концентрацией с $(1/2\ (NH_4)_2C_2O_4) = 0{,}1$ моль/$дм^3$ (0,1 н.);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

исходный стандартный раствор хлористого натрия с содержанием 1 г хлористого натрия в 1 $дм^3$; готовят по ГОСТ 4212—76.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Перед испытанием всю посуду обрабатывают слабым раствором уксусной кислоты.

3.2. Влажность целлюлозы определяют по ГОСТ 16932—82.

Влажность бумаги определяют по ГОСТ 13525.19—71.

3.3. Для построения градуировочного графика из исходного стандартного раствора готовят серию стандартных растворов, содержащих 1, 2, 4, 6, 8, 10 мг натрия в 1 $дм^3$.

3.4. Подготовку прибора к испытанию и выбор параметров испытания производят в соответствии с инструкцией к прибору.

3.5. Измерения начинают после прогрева в течение 20 мин фотометрических ячеек прибора. Систему тщательно промывают дистиллированной водой, настраивают указатель микроамперметра на «нуль» и градуируют шкалу прибора: вводят в пламя стандартные растворы хлористого натрия (не менее четырех растворов различной концентрации).

При переходе от одного стандартного раствора к другому промывают распылитель дистиллированной водой до тех пор, пока указатель микроамперметра не вернется в «нулевое» положение.

3.6. После окончания градуировки строят график.

Величину отсчета по микроамперметру откладывают на оси ординат, а соответствующие этим величинам количества натрия в миллиграммах на 1 $л$ — на оси абсцисс. Для построения каждой точки градуировочного графика вычисляют среднее значение массовой доли натрия двух параллельных определений.

Градуировочный график строят при замене стандартных растворов и прибора.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. 5 г воздушно-сухой целлюлозы или бумаги, взятой из отобранной средней пробы, нарезают на кусочки размером 10×10 мм и взвешивают с погрешностью не более 0,01 г. Ту часть образца, которую держали руками при анализе, не используют.

4.2. Навеску помещают в кварцевую колбу вместимостью 250 см³ или посуду из полиэтилена и заливают 100 см³ смеси, состоящей из двух частей раствора щавелевокислого аммония концентрацией 0,1 моль/дм³ и трех частей раствора уксусной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм³.

4.3. Колбу закрывают пробкой с воздушным холодильником длиной не менее 50 см, а посуду из полиэтилена закрывают герметичной крышкой и ставят в кипящую водяную баню на 1 ч.

Содержимое колбы периодически встряхивают.

Параллельно ставят контрольную пробу, состоящую из 100 см³ смеси, приготовленной по п. 4.2.

4.4. По окончании экстракции колбу или полиэтиленовую посуду охлаждают до температуры окружающей среды и фильтруют через фильтрующий тигель.

4.2—4.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2).**

4.5. Производят фотометрические измерения последовательно контрольной пробы и исследуемого раствора.

Пользуясь градуировочным графиком находят содержание натрия в контрольной и исследуемой пробах.

Если содержание натрия в анализируемой пробе менее 1 мг/л, повышают чувствительность прибора, согласно инструкции к нему. Полученный после измерения результат уменьшают в соответствии с увеличением чувствительности прибора.

При содержании натрия в пробе свыше 10 мг/л производят соответствующее разбавление пробы, а результат измерения при этом увеличивают пропорционально разбавлению.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю натрия (m) в процентах к абсолютно-сухой целлюлозе или бумаге вычисляют по формуле

$$m = \frac{(C - C_1) \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100}{m_1 (100 - W) \cdot 1000000} = \frac{(C - C_1)}{m_1 (100 - W)},$$

где C — массовая концентрация натрия в исследуемой пробе, мг/л;

C_1 — массовая концентрация натрия в контрольной пробе, мг/л;

m_1 — масса воздушно-сухой целлюлозы или бумаги, г;

W — влажность целлюлозы или бумаги, %.

5.2. Производят два параллельных определения двух вытяжек. За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух определений.

Округление результатов и допускаемые расхождения между параллельными определениями для доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать величин, указанных в таблице.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Массовая доля натрия, %	Округление величины, %	Допускаемое расхождение между параллельными определениями, %
До 0,0010	0,0001	0,0001
Св. 0,0010	0,0002	0,0004

5.1—5.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *Э. В. Митай*
Корректор *Г. И. Чуйко*

Сдано в наб. 19.06.85 Подп. в печ. 19.11.85 0,375 усл. п. л. 0,375 усл. кр.-отт. 0,24 уч.-изд. л. Тираж 6000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндаугу, 12/14. Зак. 3061.

Изменение № 3 ГОСТ 10638—73 Целлюлоза и бумага. Метод определения массовой доли натрия

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 22.03.89 № 593

Дата введения 01.01.90

Под обозначением стандарта на обложке и первой странице указать обозначение: (СТ СЭВ 6227—88).

Вводная часть. Второй абзац после слова «смесью» изложить в новой редакции: «растворов щавелевокислого аммония и уксусной кислоты и последующем определении натрия с помощью пламенного фотометра»;

Пункт 2.1. Третий, четвертый абзацы изложить в новой редакции: «колбы Кн-200 из кварцевого стекла по ГОСТ 19908—80 с воздушным холодильником из кварцевого стекла длиной не менее 500 мм или сосуды из полиэтилена той же вместимости с герметично закрывающейся крышкой по ГОСТ 17000—71;

тигли фильтрующие ТФ-40-ПОР 100 ХС по ГОСТ 25336—82»;

пятый абзац после слова «лабораторные» дополнить словами: «общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и»;

седьмой абзац исключить;

восьмой, девятый абзацы изложить в новой редакции:

«цилиндр 1—100 или 3—100 по ГОСТ 1770—74;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, ч. д. а, стандартный раствор, содержащий 1 г натрия в 1 дм³; готовят по ГОСТ 4212—76»;

десятый, одиннадцатый абзацы после обозначения стандарта дополнить обозначением: ч. д. а.»;

тринадцатый абзац изложить в новой редакции: «раствор для экстрагирования натрия из целлюлозы или бумаги — смесь растворов щавелевокислого аммония и уксусной кислоты 2:3».

Пункты 3.1, 3.3, 3.5, 3.6 изложить в новой редакции: «3.1. Перед испытанием всю используемую посуду кипятят в растворе уксусной кислоты.

3.3. Для построения градуировочного графика из стандартного раствора хлористого натрия готовят серию растворов сравнения, содержащих 1; 2; 4; 6; 8; 10 мг натрия в 1 дм³.

3.5. Измерения начинают после прогрева фотометрических ячеек прибора в течение 20 мин. Распылитель тщательно промывают дистиллированной водой и устанавливают указатель прибора на нулевую отметку. В пламя прибора через

(Продолжение см. с. 258)

распылитель вводят поочередно растворы сравнения, приготовленные по п. 3.3 и фиксируют показания прибора по шкале. Для каждого раствора проводят два параллельных измерения.

При переходе от одного раствора сравнения к другому распылитель промывают дистиллированной водой до тех пор, пока указатель шкалы не вернется на нулевую отметку.

3.6. По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию натрия в миллиграммах на кубический дециметр, содержащиеся в растворах сравнения серии, а по оси ординат — соответствующие им показания прибора. Для определения координат каждой точки графика вычисляют среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений.

При замене стандартного раствора строят новый градуировочный график.

Перед измерением серии образцов проверяют несколько точек, но не менее двух».

Пункты 4.1– 4.3 изложить в новой редакции: «4.1 Пробы воздушно-сухой целлюлозы или бумаги нарезают на кусочки размером приблизительно 10×10 мм. Часть образца, которую держали руками, при испытании не используют.

4.2. 5 г воздушно-сухой целлюлозы или бумаги взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в кварцевую колбу или сосуд из полиэтилена и заливают 100 см³ смеси для экстрагирования натрия.

4.3. Колбу закрывают пробкой с воздушным холодильником, а сосуд из полиэтилена — герметичной крышкой и помещают в кипящую водяную баню на 1 ч, периодически встряхивая содержимое.

Проводят два параллельных определения.

Одновременно готовят контрольный раствор, состоящий из 100 см³ смеси для экстрагирования».

Пункт 4.4 дополнить абзацем: «При этом первой порцией раствора промывают тигель, а для испытания используют ту его часть, которая фильтруется через промытый тигель в сухую колбу».

Пункт 4.5 изложить в новой редакции: «4.5. Проводят фотометрическое измерение испытуемого раствора и контрольного.

По градуировочному графику находят массовую концентрацию натрия в обоих растворах.

При массовой концентрации натрия в испытуемом растворе менее 1 мг/дм³ градуировочный график дополняют точками в соответствии с предполагаемой массовой концентрацией натрия или увеличивают чувствительность прибора со-

(Продолжение см. с. 259)

гласно инструкции к нему. В последнем случае полученный результат уменьшают во столько раз, во сколько увеличивали чувствительность прибора.

При массовой концентрации натрия в растворе более 10 мг/дм^3 пробу разбавляют, а результат испытания увеличивают во столько раз, во сколько разбавили пробу».

(ИУС № 6 1989 г.)

gost.e-ecolog.ru