ГОСТ 18462—77
(ИСО 779—82)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА, БУМАГА И КАРТОН

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2007

13 – 2148

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.728:546.72.06:006.354+676.01:546.72.06:006.354 Группа К59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА, БУМАГА И КАРТОН

Методы определения массовой доли железа

Pulp, paper and cardboard. Methods for determination of fraction of total mass of iron

ГОСТ 18462—77 (ИСО 779—82)

Взамен ГОСТ 18462—73 и ГОСТ 13525.11—68

МКС 85.040
85.060
ОКСТУ 5409

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23.03.77 № 697 дата введения установлена

01.01.78

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

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу, бумагу и картон и устанавливает методы определения массовой доли железа: колориметрический (метод А) и атомно-абсорбционный (метод Б).

Стандарт не распространяется на целлюлозу, предназначенную для химической переработки.

Сущность метода А заключается в озолении целлюлозы, бумаги или картона, растворении золы в соляной кислоте, переводе содержащегося в растворе железа в окрашенный комплекс с гидрохлоридом ортофенантролина и определении массовой концентрации железа на фотоэлектроколориметре; метода Б — в озолении целлюлозы, бумаги или картона, растворении золы в соляной кислоте, вводе раствора в пламя воздушно-ацетиленовой горелки или в электротермический атомизатор и измерении величины поглощения излучения при длине волны 248,3 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб целлюлозы — по ГОСТ 7004—93.

1.2. Отбор проб бумаги и картона — по ГОСТ 8047—2001.

1.1, 1.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

Метод А

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения испытания должны применять:

печь муфельную лабораторную;

фотоэлектроколориметр любого типа, обеспечивающий измерение при длине волны (490±10) нм;

весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью не более 0,0002 г по ГОСТ 24104—88;*

баню водяную;

тигли из кварца по ГОСТ 19908—90 или из платины по ГОСТ 6563—75, или из фарфора по ГОСТ 9147—80;

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (июль 2007 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1982 г., июне 1987 г., апреле 1990 г. (ИУС 4—82, 9—87, 8—90).

© Издательство стандартов, 1977
© Стандартинформ, 2007

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

колбы 1—50—2 или 2—50—2; 1—100—2 или 2—100—2; 1—250—2 или 2—250—2; 1—1000—2 или 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74;

бюретки вместимостью 25 см³;

пипетки вместимостью 1; 5; 10; 20; 25 и 50 см³;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, ч. д. а.;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, ч. д. а., концентрированную, разбавленную 1:1;

гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, ч., водный раствор с массовой долей 2 % (хранить в темном сосуде в защищенном от света месте). Окрашенный раствор не применяют;

ортофенантролина гидрохлорид по нормативно-технической документации, ч. д. а., водный раствор с массовой долей 1 % или ортофенантролин по нормативно-технической документации, ч. д. а., водный раствор с массовой долей 1 % с добавкой 1 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, на 100 см³ раствора (хранить в темном сосуде в защищенном от света месте). Окрашенный раствор не применяют;

натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, ч. д. а., с молярной концентрацией раствора 4 моль/дм³ (540 г кристаллического уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки);

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

квасцы железоаммонийные, ч. д. а., или железо металлическое восстановленное;

бумага индикаторная универсальная по ТУ 6-09-1181—76;

стандартный раствор (раствор I), содержащий 0,1 мг/см³ железа, готовят одним из способов, указанных ниже.

Первый способ. 0,864 г железоаммонийных квасцов (отбирают прозрачные невыветрившиеся кристаллы) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в дистиллированной воде, подкисленной 2,5 см³ концентрированной серной кислоты, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Второй способ. 0,1 г металлического железа помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в 3 см³ концентрированной соляной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Стандартный раствор (раствор II), содержащий 0,01 мг/см³ железа, готовят следующим образом: 25 см³ раствора I переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Раствор II используют только в день его приготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Перед испытанием тщательно вымытый тигель дважды кипятят с соляной кислотой, разбавленной 1:1. Качество промывки тигля проверяют следующим образом: в тигель наливают 2 см³ соляной кислоты, нагревают в течение 5 мин на водяной бане и разбавляют 10 см³ дистиллированной воды.

Содержимое тигля охлаждают, к нему добавляют 1 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида, 1 см³ раствора ортофенантролина гидрохлорида и 10 см³ раствора уксуснокислого натрия. Раствор не должен приобретать розовую окраску.

3.2. Для построения градуировочного графика готовят серию растворов сравнения с массовой концентрацией железа от 0,5 до 5,0 мг/дм³. Для этого в сухие мерные колбы вместимостью по 100 см³ каждая наливают стандартный раствор II в количествах, приведенных в таблице.

В каждую колбу последовательно добавляют по 1 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида, 1 см³ раствора ортофенантролина гидрохлорида и 15 см³ раствора уксуснокислого натрия.

После добавления каждого реактива содержимое каждой колбы перемешивают. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Одновременно таким же способом готовят контрольную пробу, в которой раствор железа заменяют дистиллированной водой.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность всей серии приготовленных растворов по отношению к контрольной пробе. Фотометриро-

Номер колбы	Количество раствора II, см³	Массовая концентрация железа, мг/дм³
1	5	0,5
2	10	1,0
3	20	2,0
4	30	3,0
5	50	5,0

вание проводят при длине волны (490±10) нм (зеленый светофильтр) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10, 30 и 50 мм.

Графики зависимости оптической плотности от массовой концентрации железа в растворе строят в одной системе координат для кювет с толщиной поглощающего свет слоя 10, 30 и 50 мм.

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

Градуировочный график проверяют один раз в три месяца, а также при замене реактивов и прибора.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 2,3).**

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Перед испытанием целлюлозу, бумагу или картон разрывают на кусочки размером 1—2 $см^2$, не применяя ножниц и ножей во избежание загрязнения металлом.

В зависимости от ожидаемого содержания железа (при массовой доле железа свыше 0,002 % рекомендуется взвешивать 5 г испытуемого образца) взвешивают 5—10 г воздушно-сухой целлюлозы, бумаги или картона с погрешностью 0,01 г.

Влажность испытуемого образца целлюлозы определяют в отдельной навеске по ГОСТ 16932—93, бумаги и картона — по ГОСТ 13525.19—91.

Навеску целлюлозы, бумаги или картона помещают в тигель, сжигают и прокаливают соответственно по ГОСТ 18461—93 и ГОСТ 7629—93.

В тигель после охлаждения приливают 5 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1, и выпаривают содержимое тигля на водяной бане досуха.

Этот процесс повторяют еще один раз. Затем к сухому остатку добавляют 5 $см^3$ раствора соляной кислоты и нагревают в течение 5 мин. Содержимое тигля переносят с помощью дистиллированной воды в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. К нерастворившемуся остатку в тигле добавляют еще 2,5 $см^3$ раствора соляной кислоты, нагревают на водяной бане до полного растворения сухого остатка и количественно переносят дистиллированной водой в ту же колбу.

Параллельно готовят контрольную пробу, выпаривая в тигле одинаковые количества соляной кислоты.

В мерные колбы последовательно приливают 1 $см^3$ раствора гидроксиламина гидрохлорида, 1 $см^3$ раствора ортофенантролина гидрохлорида и 15 $см^3$ раствора уксуснокислого натрия для получения значения pH от 3 до 4. После прибавления каждого реактива раствор перемешивают.

Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Если раствор мутный, его фильтруют через фильтрующий тигель. Через 15 мин после приготовления раствора определяют его оптическую плотность относительно контрольной пробы с помощью кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

Если величина оптической плотности находится ниже величины 0,3, то оптическую плотность определяют с помощью кюветы с толщиной поглощающего свет слоя 30 или 50 мм.

По полученной величине оптической плотности, пользуясь соответствующим градуировочным графиком, находят массовую концентрацию железа в испытуемом растворе.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю железа X в процентах к абсолютно сухим целлюлозе, бумаге или картону вычисляют по формуле

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

где a — массовая концентрация железа, определенная по градуировочному графику, мг/$дм^3$;

V — объем раствора, приготовленного для измерения, см³;

m — масса навески воздушно-сухих целлюлозы, бумаги или картона, г;

W — влажность целлюлозы, бумаги или картона, %.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

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

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 0,0002 % при доверительной вероятности $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6. Метод Б (применяется по соглашению сторон)

6.1. Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный, снабженный воздушно-ацетиленовой горелкой или электротермическим атомизатором.

Лампа с полым катодом, газоразрядная, создающая излучение, соответствующее атомному спектру железа 248,3 нм.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью не более 0,0002 г по ГОСТ 24104—88.

Печь муфельная лабораторная, обеспечивающая регулирование температуры до (900±25) °С.

Баня водяная.

Тигли по ГОСТ 19908—90 или по ГОСТ 6563—75, или по ГОСТ 9147—80.

Колбы 1—50—2 или 2—50—2; 1—250—2 или 2—250—2; 1—1000—2 или 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74.

Бюретки вместимостью 25 см³.

Пипетки вместимостью 5; 10; 20; 25 см³.

Реактивы и растворы — по п. 2.1.

6.2. Подготовка к испытанию

6.2.1. Подготовку тиглей к работе проводят по п. 3.1.

6.2.2. Для построения градуировочного графика из стандартного раствора II готовят серию растворов сравнения. Для этого в пять мерных колб вместимостью 50 см³ наливают по 5 см³ раствора соляной кислоты и стандартный раствор II в соответствии с табл. 2, затем доводят объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Таблица 2

Номер колбы	Объем стандартного раствора II, см³	Массовая концентрация железа, мг/дм³
1	0	0
2	5	1
3	10	2
4	15	3
5	20	4

6.2.3. Подготовку прибора и выбор параметров испытания (ток накала, степень усиления, чувствительность, скорость распыления, размер щели, расход газа и др.) проводят в соответствии с инструкцией к прибору. Длину волны устанавливают 248,3 нм.

6.2.4. Измерения начинают после прогрева фотометрических ячеек. Распылитель тщательно промывают дистиллированной водой, указатель прибора устанавливают на нулевую отметку. В пламя горелки или атомизатор прибора вводят поочередно растворы сравнения 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 прибора не станет на нулевую отметку.

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

Перед измерением серии образцов или при замене стандартного раствора проверяют несколько точек, но не менее двух.

6.3. Проведение испытания

6.3.1. Целлюлозу, бумагу или картон разрывают на кусочки размером 1—2 см², не применяя ножниц и ножей во избежание загрязнения металлом.

Берут навеску воздушно-сухих целлюлозы, бумаги или картона массой около 10 г, взвешивают с точностью 0,01 г и помещают в тигель. При ожидаемой массовой доле железа свыше 0,002 % берут навеску массой около 5 г.

6.3.2. Целлюлозу озоляют по ГОСТ 18461—93, бумагу и картон — по ГОСТ 7629—93.

Одновременно определяют влажность целлюлозы по ГОСТ 16932—93, бумаги и картона — по ГОСТ 13525.19—91.

6.3.3. После охлаждения золы в тигель добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты и выпаривают досуха на водяной бане. Этот процесс повторяют еще один раз. Затем к сухому остатку добавляют 5 см³ раствора соляной кислоты и нагревают в течение 5 мин. Содержимое тигля переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³. К нерастворившемуся остатку в тигле добавляют еще 2,5 см³ раствора соляной кислоты, нагревают на водяной бане до полного растворения сухого остатка и количественно переносят дистиллированной водой в ту же колбу.

Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Параллельно готовят контрольную пробу, выпаривая в тигле одинаковые количества соляной кислоты.

6.3.4. Проводят спектрофотометрические измерения последовательно контрольной и исследуемой проб. По градуировочному графику находят массовую концентрацию железа в указанных растворах.

6.4. Обработка результатов

6.4.1. Массовую долю железа X_1 в процентах к абсолютно-сухим целлюлозе, бумаге или картону вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(C - C_1) \cdot V \cdot 100 \cdot 100}{m(100 - W) \cdot 1000 \cdot 1000} = \frac{(C - C_1) \cdot V}{(100 - W) \cdot 100},$$

где C — массовая концентрация железа в испытуемом растворе, определенная по градуировочному графику, мг/дм³;

C_1 — массовая концентрация железа в контрольной пробе, определенная по градуировочному графику, мг/дм³;

V — объем раствора, приготовленного для измерения, см³;

m — масса навески воздушно-сухих целлюлозы, бумаги или картона, г;

W — влажность целлюлозы, бумаги или картона, %.

6.4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Результат округляют до четвертого десятичного знака.

6.4.3. Расхождения результатов двух параллельных определений не должны быть более 5 % (от среднего).

Разд. 6 (Введен дополнительно, Изм. № 3).

gost.e-ecolog.ru