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 %,

аммонии молибденовокислый по ГОСТ 3765, х. ч.,

гидразин сернокислый по ГОСТ 5841,

иод 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 см³ раствора, готовят следующим образом навеску мышьяковистого ангидрида массой 1,32 г, взвешенную с погрешностью не более 0,001, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в 25 см³ раствора с массовой долей гидроокиси натрия 20 %

Раствор нейтрализуют раствором серной кислоты концентрацией 2 моль/дм³, применяя индикатор метиловый красный и доливают раствор до метки раствором с массовой долей серной кислоты 1 %

10 см³ полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ 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 см³ дистиллированной воды и 100 см³ концентрированной серной кислоты

Темно-голубой раствор после охлаждения разбавляют 500 см³ дистиллированной воды и после повторного охлаждения доводят объем раствора до 1000 см³

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/см³

Для этого в сухие мерные колбы вместимостью 100 см³ бюреткой вливают по 0,5, 1, 2, 3, 4 и 5 см³ стандартного раствора и доводят раствор до метки раствором с массовой долей серной кислоты 1 %

3 1 2 Затем в мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают по 30 см³ приготовленных растворов, добавляют по 1 г двууглекислого натрия и оттитровывают раствор раствором иода концентрацией 0,05 моль/дм³ 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 см³ 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 см³ раствора молибдатгидразинсульфата и 40 см³ 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/см³

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 см³ 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

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

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 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

gost.e-ecolog.ru