ГОСТ 30052—93
(ИСО 5647—90)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БУМАГА И КАРТОН

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ДВУОКИСИ ТИТАНА

Издание официальное

БЗ 3—97

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Всероссийским научно-исследовательским институтом целлюлозно-бумажной промышленности, Техническим комитетом по стандартизации ТК 177 «Целлюлоза, бумага, картон и материалы промышленно-технические разного назначения»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (Протокол № 4—93 от 21 октября 1993 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Белстандарт
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикский государственный центр по стандартизации, метрологии и сертификации
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Настоящий стандарт представляет собой полный аутентичный текст межгосударственного стандарта ИСО 5647—90 «Бумага и картон. *Определение содержания двуокиси титана» с дополнением*, выделенным курсивом в разделе 9, отражающим потребности экономики страны

4 ПОСТАНОВЛЕНИЕМ Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 11 февраля 1997 г. № 42 Межгосударственный стандарт ГОСТ 30052—93 (ИСО 5647—90) введен непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 января 1998 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Назначение и область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Определение 1
4 Сущность метода 2
5 Реактивы 2
6 Аппаратура 3
7 Отбор проб 3
8 Приготовление раствора золы 3
9 Приготовление контрольного раствора с реактивами 4
10 Фотометрический метод 4
11 Пламенный атомно-абсорбционный спектрометрический метод 5
12 Обработка результатов 7
13 Протокол испытания 8

ГОСТ 30052—93
(ИСО 5647—90)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БУМАГА И КАРТОН

Определение содержания двуокиси титана

Paper and board. Determination of titanium dioxide content

Дата введения 1998—01—01

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения двуокиси титана во всех видах бумаги и картона, в частности, бумаге и картоне с покрытием или содержащих наполнители. Стандарт включает два метода: фотометрический и пламенный атомно-абсорбционный спектрометрический.

Диапазон определений зависит от количества взятого образца (см. 8.1).

Примечание — Метод предназначен для определения двуокиси титана. Титан, присутствующий в других формах, например как составляющая каолина, не мешает определению.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В представленных ниже стандартах содержатся требования, являющиеся обязательными для настоящего стандарта.

ГОСТ 7629—93 Бумага и картон. Метод определения золы

ГОСТ 8047—93 Бумага и картон. Правила приемки. Отбор проб для определения среднего качества

ГОСТ 13525.19—91 Бумага и картон. Определение влажности. Метод высушивания в сушильном шкафу

3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Для настоящего стандарта принято следующее определение:

Содержание двуокиси титана (в бумаге и картоне):

— количество двуокиси титана (в пересчете на абсолютно сухую массу), определяемое после озоления образца и растворения золы по методу, установленному в настоящем стандарте.

Издание официальное

4 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод заключается в озолении образца, растворении золы в серной кислоте и сульфате аммония с последующим определением двуокиси титана фотометрическим методом, с применением перекиси водорода или пламенным атомно-абсорбционным спектрометрическим методом с применением хлористого калия.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

В методах настоящего стандарта при испытании применяют химикаты и газы, которые при взаимодействии с воздухом могут образовывать взрывчатые смеси. Поэтому в работе в ними следует принимать соответствующие меры предосторожности.

5 РЕАКТИВЫ

В процессе испытания используют реактивы ч.д.а. и дистиллированную воду (5.1) или воду эквивалентной чистоты.

5.1 Вода дистиллированная или деионизированная с электропроводностью 1 мсм/м (или ниже).

5.2 Серная кислота (H_2SO_4), плотность ρ = 1,84 г/мл.

5.3 Сульфат аммония $(NH_4)_2SO_4$.

5.4 Разбавленная серная кислота.

В химический стакан с 500 мл воды осторожно приливают 100 мл серной кислоты (5.2) и добавляют 40 г сульфата аммония (5.3). Затем разбавляют водой до 1 л (5.1).

5.5 Двуокись титана, стандартный раствор, соответствующий 500 мг TiO_2 на 1 л.

Взвешивают 0,500 г двуокиси титана (TiO_2), помещают в химический стакан вместимостью 500 мл, добавляют 40 г сульфата аммония (5.3) и 100 мл серной кислоты (5.2). Стакан со смесью помещают в вытяжной шкаф, постепенно нагревают смесь до кипения, а затем кипятят в течение 5—10 мин. Стакан с раствором накрывают и охлаждают до комнатной температуры, затем, помешивая осторожно, переливают в химический стакан большой вместимостью, содержащий 300 мл воды. Когда раствор достигнет комнатной температуры, его переносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл.

Ополаскивают оба стакана водой и выливают в мерную колбу. Затем водой доводят объем до метки.

5.6 Перекись водорода, раствор, содержащий 30 г H_2O_2 на 1 л (этот раствор требуется только для фотометрического метода).

5.7 Хлористый калий, раствор, содержащий 20 г KCl на 1 л воды (этот раствор требуется только для пламенного атомно-абсорбционного спектрометрического метода).

5.8 Соляная кислота (HCl), раствор 6 моль/л.

6 АППАРАТУРА

Обычное лабораторное оборудование, а также:

6.1 Чашка из платины или кварца.

Чашки из платины тщательно моют и удаляют пятна с помощью мелкого песка. Чашки кипятят в 6 моль/л растворе соляной кислоты (5.8). Следует избегать соприкасания с другими металлами. Чашки из кварца тщательно промывают и кипятят в 6 моль/л растворе соляной кислоты (5.8).

6.2 Спектрометр или фотометр с фильтрами для определения поглощения при длине волны 410 нм. В спектрометре имеются кюветы вместимостью 10 мл с крышками (только для фотометрического метода).

6.3 Атомно-абсорбционный спектрометр с горелкой для смеси ацетилен — закись азота и полая катодная лампа для определения титана (только для пламенного атомно-абсорбционного метода).

7 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб — по ГОСТ 8047. Воздушно-сухой образец разрывают на кусочки соответствующего размера. Следует пользоваться защитными хлопчатобумажными перчатками. При подготовке образца отбрасывают разорванные или пробитые кромки, а также те части образца, которые могут быть загрязнены в результате контакта с металлами.

8 ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРА ЗОЛЫ

8.1 Проводят параллельные определения. Взвешивают две порции испытуемого образца по 10 г с погрешностью взвешивания не более 0,01 г и помещают каждую порцию в чистую чашку (6.1). Определяют влажность для каждого образца по ГОСТ 13525.19.

Примечание — Отбирают определенное количество испытуемого образца для озоления, предполагая ожидаемое содержание двуокиси титана. Если озоляют 10 г образца, то оптимальный диапазон содержания двуокиси титана составит 1,5 — 8 г/кг (фотометрический метод) и 0,8 — 3,2 г/кг (атомно-абсорбционный метод).

8.2 Испытуемый образец озоляют по ГОСТ 7629. Чашки охлаждают в эксикаторе. Если требуется знать содержание золы образца, чашку с содержимым взвешивают и рассчитывают количество полученной золы.

8.3 Золу переносят в стеклянный мерный стакан вместимостью 250 мл. Добавляют 4 г сульфата аммония (5.3) и 10 мл серной кислоты (5.2). Тщательно перемешивают и закрывают стакан смотровым стеклом. Стакан помещают в вытяжной шкаф и нагревают до выделения паров серного ангидрида. Раствор нагревают в течение 30 мин. Затем раствор охлаждают до комнатной температуры, после чего осторожно по капле приливают в другой стакан с 50 мл воды. Раствор охлаждают до комнатной температуры и переносят его в мерную колбу вместимостью 100 мл. Оба стакана ополаскивают водой и выливают в колбу. Затем водой доводят объем до метки и тщательно перемешивают.

9 ПРИГОТОВЛЕНИЕ КОНТРОЛЬНОГО РАСТВОРА С РЕАКТИВАМИ

Приготавливают контрольный раствор с реактивами, используя 4 г сульфата аммония (5.3) и 10 мл серной кислоты (5.2) по 8.3.

Для метода А контрольный раствор готовят 2 раза, оба раствора по 100 мл.

10 ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

10.1 Подготовка к построению калибровочного графика

В одну из шести колб вместимостью 50 мл наливают 25 мл контрольного раствора.

В каждую из оставшихся пяти колб вместимостью 50 мл наливают 20 мл контрольного раствора с реактивами и стандартный раствор двуокиси титана в объеме, указанном в таблице 1. В каждую колбу добавляют по 7,5 мл раствора перекиси водорода (5.6), затем разбавленной кислотой (5.4) доводят до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 1

Стандартный раствор двуокиси титана (5.5), мл	Соответствующее количество двуокиси титана (TiO_2), мг/л
Контрольная проба	0
5,0	50,0
10,0	100,0
15,0	150,0
20,0	200,0
25,0	250,0

Для каждого раствора в течение 1 ч измеряют поглощение при длине волны 410 нм, используя 10 мм кюветы. Используют в кювете сравнения разбавленную серную кислоту (5.4).

Строят калибровочный график зависимости между концентрацией раствора двуокиси титана и поглощением.

10.2 Приготовление испытуемых растворов

Если в растворе золы содержатся нерастворимые частички, раствор отфильтровывают через плотный обеззоленный фильтр. Фильтр не следует промывать.

Пипеткой переносят 25 мл фильтрата в мерную колбу вместимостью 50 мл, затем добавляют 15 мл разбавленной серной кислоты (5.4) и 7,5 мл раствора перекиси водорода (5.6). Разбавленной кислотой доводят объем до метки и тщательно перемешивают.

10.3 Фотометрическое измерение

Если раствор образца (10.2) мутный или окрашенный, приготавливают раствор сравнения путем переноса 25 мл фильтрата в мерную *колбу вместимостью 50 мл, доводя объем до метки разбавленной* серной кислотой (5.4).

Если раствор образца прозрачный и бесцветный, в кювету сравнения наливают разбавленную серную кислоту (5.4).

В течение 1 ч измеряют поглощение при длине волны 410 нм, используя 10 мм кюветы. Вычитают значение, полученное для контрольной пробы, и получают концентрацию двуокиси титана по калибровочному графику.

11 ПЛАМЕННЫЙ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

11.1 Подготовка калибровочного графика

11.1.1 *Приготовление калибровочного раствора*

В одну из пяти мерных колб вместимостью 50 мл наливают 25 мл контрольного раствора (раздел 9) и 2,5 мл раствора хлористого

калия (5.7). В каждую из оставшихся четырех колб наливают 2,5 мл раствора хлористого калия (5.7), затем добавляют стандартный раствор двуокиси титана (5.5) в объеме, установленном в таблице 2. Разбавленной серной кислотой (5.4) доводят объем каждой колбы до метки и тщательно перемешивают.

Таблица 2

Стандартный раствор двуокиси титана (5.5), мл	Соответствующее количество двуокиси титана (TiO_2), мг/л
Контрольная проба	0
5,0	50,0
10,0	100,0
15,0	150,0
20,0	200,0

11.1.2 *Подготовка прибора*

Подготавливают спектрометр для проведения определений согласно инструкциям изготовителя, используя длину волны 364,3 нм.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ

Во избежание взрыва сначала в горелку подают смесь воздух/ацетилен, а потом смесь ацетилен/закись азота.

11.1.3 *Контрольное испытание*

Выполняют контрольное испытание (таблица 2), применяя все реактивы, указанные в 11.1.1, но без стандартного раствора двуокиси титана (5.5). Всасывают в пламя этот раствор и устанавливают прибор *на нуль поглощения для контрольного раствора (пробы).*

11.1.4 *Спектрометрическое измерение*

Последовательно всасывают в пламя серию калибровочных растворов, содержащих двуокись титана, и измеряют поглощение света каждым раствором. Скорость всасывания должна быть постоянной в процессе построения калибровочного графика. После каждого измерения горелку промывают водой.

11.1.5 *Построение калибровочного графика*

Строят калибровочный график зависимости между концентрацией двуокиси титана и поглощением: по абсциссе отмечают кон-

центрацию двуокиси титана в (миллиграммах/литр), а по ординате — соответствующее значение измеренного поглощения.

Примечание — Если прибор снабжен автоматическим устройством для расчета данных, рекомендацией предыдущего пункта можно пренебречь.

11.2 Определение

11.2.1 *Приготовление испытуемого раствора*

Для приготовления испытуемого раствора используют раствор золы, полученный по 8.3. Если раствор содержит взвешенные частицы, раствору следует дать отстояться. Пипеткой переносят 25 мл раствора в мерную колбу вместимостью 50 мл. Затем добавляют 2,5 мл раствора хлористого калия (5.7) и разбавленной кислотой (5.4) доводят объем до метки.

11.2.2 *Спектрометрическое измерение*

Выполняют измерение на испытуемом образце, как указано в 11.1.4, предварительно отрегулировав прибор на нуль поглощения для контрольного раствора (11.1.3). На калибровочном графике отмечают количество двуокиси титана.

Примечание — Если значения, полученные для испытуемых растворов, превышают диапазон значений для калибровочных растворов, перед измерением испытуемые растворы следует разбавить разбавленной серной кислотой (5.4). Затем добавляют соответствующий раствор хлористого калия (5.7), чтобы концентрация калия была такой же, как в калибровочных растворах.

12 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Содержание двуокиси титана $W(TiO_2)$ в граммах на килограмм образца в пересчете на абсолютно-сухую массу рассчитывают по формуле

$$W(TiO_2) = \frac{\rho(TiO_2) V_1 V_3}{10^3 V_2 m},$$

где $\rho(TiO_2)$ — концентрация двуокиси титана в испытуемом растворе (10.2 — для спектрометрического метода и 11.2.1 — для пламенного атомно-абсорбционного спектрометрического метода), полученная по калибровочному графику, мг/л;

V_1 — объем испытуемого раствора (10.2 — для фотометрического метода, 11.2.1 — для пламенного атомно-абсорбционного спектрометрического метода), приготовленного для фотометрического измерения (стандартный объем 50 мл), мл;

V_2 — объем раствора золы (8.3), взятого для приготовления испытуемого раствора (стандартный объем 25 мл), мл;

V_3 — общий объем раствора золы (8.3) (стандартный объем 100 мл), мл;

m — масса испытуемой навески в пересчете на абсолютно сухую массу, г.

Примечание — Если используют стандартные объемы, формула упрощается

$$W(TiO_2) = \frac{0{,}2\,\rho(TiO_2)}{m}.$$

13 ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

В протокол испытания включают следующее:

а) дату и место проведения испытания;

б) ссылку на настоящий стандарт;

в) используемый метод (фотометрический или пламенный атомно-абсорбционный спектрометрический);

г) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;

д) средний результат двух определений с точностью 0,1 г/кг;

е) любые отклонения от стандартного метода и любые обстоятельства, которые могут повлиять на результаты испытания.

УДК 676:543.06:006.354 ОКС 85.060 К69 ОКСТУ 5409

Ключевые слова: содержание двуокиси титана в бумаге и картоне, пламенный метод, атомно-абсорбционный спектрометрический метод

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 06.05.97. Подписано в печать 14.07.97.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 256 экз. С560. Зак. 404.

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