

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЦЕЛЛЮЛОЗА ДЛЯ ХИМИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ

СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИЙ ПЛАМЕННЫЙ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ В ЦЕЛЛЮЛОЗЕ

ГОСТ 27163—86

Издание официальное

БЗ 10—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.728:543.422:006.354 Группа К59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦЕЛЛЮЛОЗА ДЛЯ ХИМИЧЕСКОЙ ПЕРЕРАБОТКИ

Спектрометрический пламенный атомно-абсорбционный метод определения элементов в целлюлозе

ГОСТ 27163—86

Dissolving pulp. Flame atomic absorption spectrometric method for determining of elements in pulp

ОКСТУ 5409

Дата введения 01.01.88

Настоящий стандарт распространяется на все виды целлюлозы для химической переработки и устанавливает для научно-исследовательских целей спектральный атомно-абсорбционный метод определения элементов в золе целлюлозы.

Метод основан на растворении золы целлюлозы, введении в пламя горелки пробы в виде аэрозоля, абсорбции атомами элемента излучения лампы с полым катодом и последующем количественном определении элементов по величине абсорбции.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор проб по ГОСТ 7004 с дополнением.

Для проведения испытания используют золу, полученную при определении массовой доли золы целлюлозы в соответствии с ГОСТ 18461.

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения испытания применяются:

лабораторный атомно-абсорбционный спектрофотометр «Сатурн» и другие атомно-абсорбционные спектрофотометры по нормативно-технической документации;

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1986

© ИПК Издательство стандартов, 1997

Переиздание с изменениями

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

термостат лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры (150±5) °С;

баня водяная;

стаканчики СМ-45 13 или 34/12 по ГОСТ 25336;

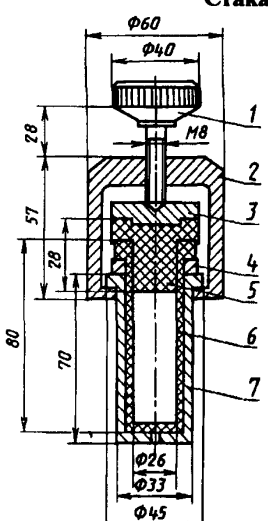
эксикатор — 100 или 140 по ГОСТ 25336;

цилиндры 1—25, 1—50, 1—100 по ГОСТ 1770;

термометр со шкалой от 0 до 100 °С и ценой деления 0,01 °С по ГОСТ 28498;

колбы 2—1000—1, 2—100—1, 2—50—1, 2—25—1 по ГОСТ 1770;

Стакан реакционный



1 — винт; *2* — скоба; *3* — крышка; *4* — кольцо; *5* — пробка; *6* — стакан реакционный; *7* — стакан

воронка фильтрующая типа ФКП-40 пор 100 по ГОСТ 1770;

пипетки 7—1—1, 7—1—2, 7—1—5, 7—1—10, 7—1—25 по ГОСТ 29227, ГОСТ 29228;

фторопластовый герметичный реакционный стакан (см. черт.);

полиэтиленовый или фторопластовый мерный стакан вместимостью 25 $см^3$ по нормативно-технической документации;

емкости полиэтиленовые, вместимостью 100 $см^3$, 1 $дм^3$ по нормативно-технической документации;

кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484 х.ч.;

кислота соляная по ГОСТ 3118 х.ч.;

кислота азотная по ГОСТ 4461 х.ч.;

кислота борная по ГОСТ 9656 х.ч.;

магний сернокислый по ГОСТ 4523 х.ч.;

марганец сернокислый по ГОСТ 435 х.ч.;

железа окись (III) по нормативно-технической документации х.ч.;

кальций углекислый по ГОСТ 4530 х.ч.;

медь сернокислая по ГОСТ 4165 х.ч.;

алюминий металлический по ГОСТ 13726 х.ч.;

натрий кремнекислый по нормативно-технической документации х.ч.;

вода дистиллированная вторично перегнанная по ГОСТ 6709 или вода деионизованная;

натрий кремнекислый девятиводный по нормативно-технической документации х.ч.;

ацетилен растворенный технический по ГОСТ 5457;

закись азота по нормативно-технической документации.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. **Приготовление основных стандартных растворов**

Стандартные растворы для определения алюминия, кремния, магния, марганца, железа, кальция и меди с массовой концентрацией элемента 1 $г/дм^3$ приготовляют по ГОСТ 4212.

3.1.1. Приготовление стандартных растворов алюминия и кремния для построения градуировочного графика

Из основного стандартного раствора с массовой концентрацией 1 $г/дм^3$ разбавлением дистиллированной водой приготовляют четыре раствора с массовой концентрацией элемента 50; 125; 250; 375 $мг/дм^3$ (растворы I—IV).

В полиэтиленовые или фторопластовые мерные стаканы вместимостью 25 $см^3$ вносят по 5 $см^3$ растворов (I—IV), 0,5 $см^3$ концентрированной фтористоводородной кислоты, 1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 5 $см^3$ раствора борной кислоты с массовой долей 5 %. Доводят объем до метки дистиллированной водой. Полученные растворы содержат по 10; 25; 50; 75 $мг/дм^3$ алюминия и кремния.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.2. Приготовление стандартных растворов магния, марганца, железа, кальция и меди концентрацией 100 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 переносят пипеткой 10 см^3 основного стандартного раствора, содержащего 1 г/дм^3 исследуемого элемента, и доводят дистиллированной водой до метки, получают раствор концентрацией 100 мг/дм^3.

3.1.2.1. *Приготовление стандартных растворов магния, железа и кальция для построения градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 переносят пипеткой 2; 4; 8; 10 см^3 стандартного раствора элемента с массовой концентрацией 100 мг/дм^3, доводят дистиллированной водой до метки, получают растворы, содержащие 2; 4; 8; 10 мг/дм^3 исследуемого элемента.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.1.2.2. *Приготовление стандартных растворов марганца для построения градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 переносят пипеткой 0,4; 0,8; 1,2; 2,0 см^3 стандартного раствора марганца с массовой концентрацией 100 мг/дм^3, доводят дистиллированной водой до метки, получают растворы, содержащие 0,4; 0,8; 1,2; 2,0 мг/дм^3 марганца.

3.1.2.3. *Приготовление стандартных растворов меди для построения градуировочного графика*

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 переносят пипеткой 0,3; 0,8; 1,2; 1,5 см^3 стандартного раствора меди с массовой концентрацией 100 мг/дм^3, доводят дистиллированной водой до метки, получают растворы, соответствующие содержанию меди 0,3; 0,8; 1,2; 1,5 мг/дм^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. **Приготовление рабочих растворов золы**

3.2.1. Приготовление растворов золы для определения магния, марганца, железа, кальция и меди

Навеску золы около 0,025 г, взвешенную с точностью до 0,0002 г, помещают в платиновую чашку, обрабатывают 5 см^3 соляной кислоты, разбавленной 1:1, и нагревают на водяной бане до полного испарения соляной кислоты. К осадку в чашке добавляют 10 см^3 соляной кислоты (1:1), слегка нагревают на водяной бане и фильтруют через фильтрующую воронку в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Воронку и чашку тщательно промывают дистиллированной водой и доводят объем колбы до метки. Раствор перемешивают в колбе и получают рабочую пробу, подготовленную для атомно-абсорбционного анализа.

Рабочие пробы золы для определения кальция и магния разбавляют дистиллированной водой в отдельной посуде в 10 раз.

Таблица 1

Прибор	Элемент	Аморгизатор	Длина волны, нм	Ширина щели, мм	Высота установки горелки, см	Расход воздуха, $дм^3$/мин	Расход ацетилена, $дм^3$/мин	Расход закиси азота, $дм^3$/мин	Коэффициент усиления
«Сатурн»	Магний	Пламя воздух — ацетилен	285,2	0,20 0,13	0,8 1,0	11,3 5,0	2,3 1,1	— —	2 2
«Сатурн»	Марганец	Пламя воздух — ацетилен	279,5	0,20 0,03	1,2 1,0	11,3 5,0	2,0 1,1	— —	2 6
«Сатурн»	Железо	Пламя воздух — ацетилен	248,3	0,10 0,07	1,2 1,0	13,3 5,0	2,1 1,1	— —	1 7
«Сатурн»	Кальций	Пламя воздух — ацетилен	422,7	0,10 0,06	0,8 1,0	11,3 5,0	2,0 1,1	— —	1 2
«Сатурн»	Медь	Пламя воздух — ацетилен	324,7	0,10 0,04	1,2 1,0	11,7 5,0	2,2 1,1	— —	5 7
«Сатурн»	Алюминий	Пламя закись азота — ацетилен	309,3	0,20	1,3	—	5,0	10,0	5
«Сатурн»	Кремний	Пламя закись азота — ацетилен	251,6	0,05	1,3	—	5,0	10,0	5

3.2.2. Приготовление рабочих растворов золы для определения алюминия и кремния

Навеску золы около 0,025 г, взвешенную с точностью до 0,0002 г, помещают во фторопластовый реакционный стакан, добавляют 0,5 $см^3$ концентрированной фтористоводородной кислоты и 1 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Стакан герметизируют и помещают в термостат при температуре (150±5) °С на (20±3) мин. После этого стакан вынимают, охлаждают до температуры (45±5) °С, снимают крышку и быстро приливают 5 $см^3$ раствора борной кислоты с массовой долей 5 %.

Стакан снова герметизируют и помещают в термостат при температуре (150±5) °С.

Через 20 мин стакан вынимают, охлаждают до температуры (45±5) °С и количественно переносят содержимое стакана в полиэтиленовую или фторопластовую мерную колбу вместимостью 25 $см^3$.

Раствор в колбе охлаждают до комнатной температуры и доводят объем колбы до метки дистиллированной водой.

3.3. Условия проведения испытаний на приборе «Сатурн» приведены в табл. 1.

3.2.1, 3.2.2, 3.3. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. После подготовки прибора в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией по эксплуатации проводят фотометрирование стандартных и рабочих растворов, распыляя после каждого раствора дистиллированную воду в течение 5 с.

По полученным данным для стандартных растворов строят градуировочный график, откладывая значения оптической плотности на оси ординат и значения концентрации исследуемого элемента на оси абсцисс.

Массовую концентрацию исследуемого элемента в рабочем растворе находят по графику.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю элемента в целлюлозе (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{c \cdot V \cdot A}{10^6 \cdot m},$$

где c — массовая концентрация исследуемого элемента, найденная по графику, мг/дм^3;

V — вместимость мерной колбы, см^3;

A — массовая доля золы в целлюлозе, %;

m — навеска золы, г.

Степень округления результатов и величину расхождения между определениями следует принимать в соответствии с требованиями табл. 2 (при разных значениях массовой доли элементов). Данные в табл. 2 приведены при доверительной вероятности P=0,95.

Таблица 2

Элемент	Массовая доля элемента в целлюлозе, %	Степень округления, массовая доля, %	Величина расхождения между параллельными определениями, отн. % (от среднего)
Марганец	До 0,0001	0,00001	20
	св. 0,0001	0,0001	10
Магний	До 0,001	0,0001	10
	св. 0,001	0,0005	10
Железо	До 0,001	0,0001	30
	св. 0,001	0,0002	30
Кальций	До 0,01	0,0005	20
	св. 0,01	0,001	20
Медь	До 0,0001	0,00001	30
	св. 0,0001	0,00005	30
Кремний	До 0,001	0,0001	10
	св. 0,001	0,0002	10

Продолжение табл. 2

Элемент	Массовая доля элемента в целлюлозе, %	Степень округления, массовая доля, %	Величина расхождения между параллельными определениями, отн. % (от среднего)
Алюминий	До 0,001 св. 0,001	0,00005 0,0001	20 10

За результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН** Министерством лесной промышленности СССР, Министерством химической промышленности

РАЗРАБОТЧИКИ

С.Ю. Соловьева, Г.П. Белашева, А.К. Диброва, О.И. Матвеев, А.В. Данюкова, А.С. Мясникова, Л.А. Талько, А.С. Пекер, В.А. Прибытков

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ** Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 18.12.86 № 3989

3. **Срок первой проверки — 1997 г.; периодичность проверки — 5 лет**

4. **Стандарт соответствует международным стандартам ИСО 777—82, ИСО 778—82, ИСО 779—82, ИСО 1830—82 в части сущности метода**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 435—77	2.1
ГОСТ 1770—74	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 4165—78	2.1
ГОСТ 4212—76	3.1
ГОСТ 4461—77	2.1
ГОСТ 4523—77	2.1
ГОСТ 4530—76	2.1
ГОСТ 5457—75	2.1
ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 7004—93	1
ГОСТ 9656—75	2.1
ГОСТ 10484—78	2.1
ГОСТ 13726—78	2.1
ГОСТ 18461—93	1
ГОСТ 24104—88	2.1

Продолжение

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 25336—82	2.1
ГОСТ 28498—90	2.1
ГОСТ 29227—91	2.1
ГОСТ 29228—91	2.1

6. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 08.04.92 № 378

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (февраль 1997 г.) с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1992 г. (ИУС 7—92)

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Кануркина*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 03.03.97. Подписано в печать 20.03.97.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,57. Тираж 136 экз. С305. Зак. 225.

ИПК Издательство стандартов
107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"
Москва, Лялин пер., 6.

gost.e-ecolog.ru