ГОСТ 13525.10—78

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БУМАГА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ МЕДИ

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2007

gost.e-ecolog.ru

УДК 676.017:546.56.06:006.354 Группа К69

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

БУМАГА

Метод определения массовой доли меди

Paper. Method for determination of fraction of total mass of copper

ГОСТ 13525.10—78

МКС 85.060
ОКСТУ 5409

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на бумагу и устанавливает метод определения массовой доли меди.

Сущность метода заключается в переводе меди, содержащейся в золе бумаги, в цветное комплексное соединение при помощи купризона (бис-(циклогексанон)-оксалилдигидразона) с последующим определением массовой доли меди на фотоэлектроколориметре.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб бумаги производят по ГОСТ 8047.

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения испытания должны применяться:

фотоэлектроколориметр любого типа, обеспечивающий измерения при длине волны (600±10) нм;

печь муфельная лабораторная с терморегулятором, обеспечивающая сжигание и прокаливание бумаги по ГОСТ 7629;

баня водяная;

тигли фарфоровые по ГОСТ 9147;

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

тигли фильтрующие типа ТФ40, ПОР100 по ГОСТ 25336;

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

пипетки вместимостью 1; 5; 10 $см^3$;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709;

кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а., разбавленная 1:1;

кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а., концентрированная;

медь сернокислая по ГОСТ 4165, ч. д. а.;

аммиак водный по ГОСТ 3760, раствор с массовой концентрацией 10 % (плотность 0,958 $г/см^3$);

аммоний лимоннокислый трехзамещенный по ТУ 6-09-01-768, раствор с массовой концентрацией 10 %;

спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300 высшего сорта (раствор 1:1);

купризон (бис-(циклогексанон)-оксалилдигидразон) по ТУ 6—09—14—1380, ч. д. а., водно-спиртовой раствор с массовой долей 0,3 %;

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1978
© Стандартинформ, 2007

бумага универсальная индикаторная pH1—10 по ТУ 6—09—1181;
цилиндры 1—50 или 3—50; 1—500 по ГОСТ 1770.
(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Водно-спиртовой раствор купризона с массовой долей 0,3 % готовят следующим образом: 0,3 г купризона взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 50 см³ горячего раствора этилового спирта, охлаждают, доводят его объем до метки раствором спирта и перемешивают.

Раствор устойчив при хранении в течение месяца.

3.2. Стандартный раствор меди массовой концентрацией 0,1 мг/см³ готовят следующим образом: 0,398 г сернокислой меди взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 200—300 см³ дистиллированной воды и 1 см³ концентрированной серной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Для построения градуировочного графика готовят пять растворов с массовой концентрацией меди от 0,2 до 5,0 мкг/см³.

Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см³ каждая вливают по 2,5 см³ соляной кислоты и пипеткой добавляют 0,1; 0,5; 1,0; 2,0; 2,5 см³ стандартного раствора меди, что соответствует массовой концентрации меди 0,2; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0 мкг/см³.

В каждую колбу приливают по 2,5 см³ раствора лимоннокислого аммония, 4 см³ аммиака (pH раствора должен быть 8,5—9,5 при определении индикаторной бумагой), 3 см³ раствора купризона и доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой. После добавления каждого реактива содержимое колбы перемешивают.

Одновременно таким же способом готовят контрольную пробу, в которой раствор меди заменяют дистиллированной водой.

Через 10 мин после приготовления раствора измеряют оптическую плотность относительно контрольной пробы на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм, применяя красный светофильтр при длине волны λ_{max} 600 нм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации меди в микрограммах на 1 см³ раствора, а по оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

Для построения каждой точки градуировочного графика вычисляют среднее значение величины оптической плотности двух параллельных определений.

Градуировочный график проверяют не реже одного раза в три месяца, а также при смене реактивов и фотоэлектроколориметра.

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

3.3. Отобранные образцы бумаги разрывают на кусочки размером не более 10·10 мм.

3.4. Влажность испытуемой бумаги определяют в отдельной навеске по ГОСТ 13525.19.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Навеску воздушно-сухой бумаги массой 10 г для бумаги с массовой долей меди до 0,001 % и 5 г — для бумаги с массовой долей меди свыше 0,001 %, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г, помещают в тигель, сжигают и прокаливают в муфельной печи по ГОСТ 7629. Температура прокаливания (575±25) °С при отсутствии других указаний в нормативно-технической документации на конкретный вид продукции.

Зольный остаток охлаждают, приливают к нему 5 см³ соляной кислоты и содержимое выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток вторично обрабатывают 2,5 см³ соляной кислоты и выпаривают досуха.

В третий раз сухой остаток обрабатывают 2,5 см³ соляной кислоты и нагревают на водяной бане до полного растворения сухого остатка.

Содержимое тигля количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³, промывая примерно 20—25 см³ дистиллированной воды.

При массовой доле меди более 0,004 % содержимое тигля количественно переносят в мерные колбы вместимостью 100 см³.

Если раствор мутный, его фильтруют через фильтрующий тигель.

Затем приливают 2,5 см³ раствора лимоннокислого аммония, 4 см³ аммиака (pH раствора должен быть 8,5—9,5 при определении индикаторной бумагой), 3 см³ раствора купризона и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

При массовой доле меди более 0,004 % приливают 5 см³ раствора купризона. Параллельно готовят контрольную пробу. Через 10 мин после приготовления раствора измеряют его оптическую плотность относительно контрольной пробы.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массовую концентрацию меди в анализируемом растворе.

При массовой доле меди более 0,004 % величину, определенную по градуировочному графику, умножают на 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю меди X в процентах к абсолютно сухой бумаге вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 50 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 1000000 \cdot (100 - W)} = \frac{C \cdot 50}{m \cdot 100 \cdot (100 - W)},$$

где C — массовая концентрация меди, определенная по градуировочному графику, мкг/см³;

m — масса навески воздушно-сухой бумаги, г;

W — влажность бумаги, %;

50 — объем пробы для фотометрирования, см³.

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

5.3. Расхождение между параллельными определениями для доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать: при массовой доле меди до 0,001 % (включ.) — 0,0001 %; при массовой доле меди свыше 0,001 % —0,0002 %.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством лесной, целлюлозно-бумажной и деревообрабатывающей промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М. А. Иванов, Т. Н. Формальнова, М. В. Майданович

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 19.01.78 № 108

3. Периодичность проверки — 10 лет

4. ВЗАМЕН ГОСТ 13525.10—72

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 1770—74	2.1
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 3760—79	2.1
ГОСТ 4165—78	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 7629—93	2.1, 4.1
ГОСТ 8047—2001	1.1
ГОСТ 9147—80	2.1
ГОСТ 13525.19—91	3.4
ГОСТ 18300—87	2.1
ГОСТ 24104—88	2.1
ГОСТ 25336—82	2.1
ТУ 6-09-01-768—89	2.1
ТУ 6-09-14-1380—77	2.1
ТУ 6-09-1181—76	2.1

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

7. ИЗДАНИЕ (июль 2007 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в октябре 1982 г., июне 1988 г. (ИУС 1—83, 10—88)

gost.e-ecolog.ru