



## БУМАГА

### МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ МЫШЬЯКА

Издание официальное

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й    С Т А Н Д А Р Т****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<sup>3</sup>;

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,  $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 2$  моль/дм<sup>3</sup> и раствор с массовой долей 1 %;

гидроксид натрия по ГОСТ 2263, х. ч. раствор с массовой долей 20 %;

аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, х. ч.;

гидразин серноокислый по ГОСТ 5841;

йод по ГОСТ 4159, раствор концентрации  $c(1/2 \text{I}_2) = 0,05$  моль/дм<sup>3</sup>;

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 см<sup>3</sup> раствора, готовят следующим образом: навеску мышьяковистого ангидрида массой 1,32 г, взвешенную с погрешностью не более 0,001, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и растворяют в 25 см<sup>3</sup> раствора с массовой долей гидроксида натрия 20 %.

Раствор нейтрализуют раствором серной кислоты концентрацией 2 моль/дм<sup>3</sup>, применяя индикатор метиловый красный и доливают раствор до метки раствором с массовой долей серной кислоты 1 %.

10 см<sup>3</sup> полученного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 100 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты.

Темно-голубой раствор после охлаждения разбавляют 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и после повторного охлаждения доводят объем раствора до 1000 см<sup>3</sup>.

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/см<sup>3</sup>.

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

3.1.2. Затем в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> помещают по 30 см<sup>3</sup> приготовленных растворов, добавляют по 1 г двууглекислого натрия и оттитровывают раствор раствором йода концентрацией 0,05 моль/дм<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> 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 см<sup>3</sup> раствора молибдатгидразинсульфата и 40 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>.

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 см<sup>3</sup> раствора с массовой долей уксусной кислоты 1 % и выдержи-