

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**

10638-73

Изм. 1, 2, 3+



**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

ЦЕЛЛЮЛОЗА И БУМАГА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ НАТРИЯ

ГОСТ 10638—73

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ

М О С К В А

ЦЕЛЛЮЛОЗА И БУМАГА

Метод определения массовой доли натрия

Pulp and paper. Method for determination
of sodium fraction of total massГОСТ
10638-73*Взамен
ГОСТ 10638-63

ОКСТУ 5409

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР
от 10 октября 1973 г. № 2283 срок введения установлен

с 01.01.75

Проверен в 1984 г. Постановлением Госстандарта от 26.06.84 № 2144
срок действия продлен

до 01.01.90

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу и бумагу и устанавливает метод количественного определения натрия.

Сущность метода заключается в экстрагировании натрия из целлюлозы или бумаги смесью щавелевокислого аммония и уксусной кислоты с одновременным осаждением кальция и его соединений и последующим определением натрия в фильтрате с помощью пламенного фотометра.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб целлюлозы — по ГОСТ 7004-78 (СТ СЭВ 445-77).

1.2. Отбор проб бумаги — по ГОСТ 8047-78 (СТ СЭВ 442-77).

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытания должны применяться:

фотометр пламенный типа ПФМ или другого типа, обеспечивающий точность измерения не ниже точности указанного прибора;
колбы кварцевые плоскодонные по ГОСТ 19908-80, вместимостью 250 см³ или посуда из полиэтилена по ГОСТ 17000-71, вместимостью 250 см³;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (май 1985 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными
в августе 1979 г., июне 1984 г. (ИУС 9-79, 10-84).

© Издательство стандартов, 1985

тигли фильтрующие по ГОСТ 25336—82, типа ТФ-40 ПОР 100; весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,01 г по ГОСТ 24104—80;

баня водяная;

холодильник воздушный из кварцевого стекла по ГОСТ 8680—73;

цилиндр мерный по ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 см³;

натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, х. ч.;

кислота уксусная по ГОСТ 61—75, раствор концентрацией с $(\text{CH}_3\text{COOH})=0,1$ моль/дм³ (0,1 н.);

аммоний шавелевокислый по ГОСТ 5712—78, раствор концентрацией с $(1/2 (\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4)=0,1$ моль/дм³ (0,1 н.);

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

исходный стандартный раствор хлористого натрия с содержанием 1 г хлористого натрия в 1 дм³; готовят по ГОСТ 4212—76.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Перед испытанием всю посуду обрабатывают слабым раствором уксусной кислоты.

3.2. Влажность целлюлозы определяют по ГОСТ 16932—82.

Влажность бумаги определяют по ГОСТ 13525.19—71.

3.3. Для построения градуировочного графика из исходного стандартного раствора готовят серию стандартных растворов, содержащих 1, 2, 4, 6, 8, 10 мг натрия в 1 дм³.

3.4. Подготовку прибора к испытанию и выбор параметров испытания производят в соответствии с инструкцией к прибору.

3.5. Измерения начинают после прогрева в течение 20 мин фотометрических ячеек прибора. Систему тщательно промывают дистиллированной водой, настраивают указатель микроамперметра на «нуль» и градуируют шкалу прибора: вводят в пламя стандартные растворы хлористого натрия (не менее четырех растворов различной концентрации).

При переходе от одного стандартного раствора к другому промывают распылитель дистиллированной водой до тех пор, пока указатель микроамперметра не вернется в «нулевое» положение.

3.6. После окончания градуировки строят график.

Величину отсчета по микроамперметру откладывают на оси ординат, а соответствующие этим величинам количества натрия в миллиграммах на 1 л — на оси абсцисс. Для построения каждой точки градуировочного графика вычисляют среднее значение массовой доли натрия двух параллельных определений.

Градуировочный график строят при замене стандартных растворов и прибора.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. 5 г воздушно-сухой целлюлозы или бумаги, взятой из отобранной средней пробы, нарезают на кусочки размером 10×10 мм и взвешивают с погрешностью не более 0,01 г. Ту часть образца, которую держали руками при анализе, не используют.

4.2. Навеску помещают в кварцевую колбу вместимостью 250 см³ или посуду из полиэтилена и заливают 100 см³ смеси, состоящей из двух частей раствора щавелевокислого аммония концентрацией 0,1 моль/дм³ и трех частей раствора уксусной кислоты концентрацией 0,1 моль/дм³.

4.3. Колбу закрывают пробкой с воздушным холодильником длиной не менее 50 см, а посуду из полиэтилена закрывают герметичной крышкой и ставят в кипящую водяную баню на 1 ч.

Содержимое колбы периодически встряхивают.

Параллельно ставят контрольную пробу, состоящую из 100 см³ смеси, приготовленной по п. 4.2.

4.4. По окончании экстракции колбу или полиэтиленовую посуду охлаждают до температуры окружающей среды и фильтруют через фильтрующий тигель.

4.2—4.4. (Измененная редакция, Изм. № 2).

4.5. Производят фотометрические измерения последовательно контрольной пробы и исследуемого раствора.

Используя градуировочным графиком находят содержание натрия в контрольной и исследуемой пробах.

Если содержание натрия в анализируемой пробе менее 1 мг/л, повышают чувствительность прибора, согласно инструкции к нему. Полученный после измерения результат уменьшают в соответствии с увеличением чувствительности прибора.

При содержании натрия в пробе свыше 10 мг/л производят соответствующее разбавление пробы, а результат измерения при этом увеличивают пропорционально разбавлению.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю натрия (m) в процентах к абсолютно-сухой целлюлозе или бумаге вычисляют по формуле

$$m = \frac{(C - C_1) \cdot 100 \cdot 100 \cdot 100}{m_1(100 - W) \cdot 1000000} = \frac{(C - C_1)}{m_1(100 - W)},$$

где C — массовая концентрация натрия в исследуемой пробе, мг/л;

C_1 — массовая концентрация натрия в контрольной пробе, мг/л;

m_1 — масса воздушно-сухой целлюлозы или бумаги, г;

W — влажность целлюлозы или бумаги, %.