

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА, БУМАГА И КАРТОН

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖЕЛЕЗА

Издание официальное



ЦЕЛЛЮЛОЗА, БУМАГА И КАРТОН

Методы определения массовой доли железа

Pulp, paper and cardboard. Methods for determination
of fraction of total mass of ironМКС 85.040
85.060
ОКСТУ 5409ГОСТ
18462—77
(ИСО 779—82)Взамен
ГОСТ 18462—73
и ГОСТ 13525.11—68Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23.03.77 № 697 дата
введения установлена01.01.78Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного совета по стандартизации,
метрологии и сертификации (ИУС 11 — 95)

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу, бумагу и картон и устанавливает методы
определения массовой доли железа: колориметрический (метод А) и атомно-абсорбционный (метод Б).
Стандарт не распространяется на целлюлозу, предназначенную для химической переработки.

Сущность метода А заключается в озолении целлюлозы, бумаги или картона, растворении золы в
соляной кислоте, переводе содержащегося в растворе железа в окрашенный комплекс с гидроклори-
дом ортофенантролина и определении массовой концентрации железа на фотоэлектроколориметре;
метода Б — в озолении целлюлозы, бумаги или картона, растворении золы в соляной кислоте, вводе
раствора в пламя воздушно-ацетиленовой горелки или в электротермический атомизатор и измерении
величины поглощения излучения при длине волны 248,3 нм.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. ОТБОР ПРОБ

- 1.1. Отбор проб целлюлозы — по ГОСТ 7004—93.
1.2. Отбор проб бумаги и картона — по ГОСТ 8047—2001.
1.1, 1.2. (Измененная редакция, Изм. № 3).

Метод А**2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

- 2.1. Для проведения испытания должны применять:
печь муфельную лабораторную;
фотоэлектроколориметр любого типа, обеспечивающий измерение при длине волны
(490±10) нм;
весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешнос-
тью не более 0,0002 г по ГОСТ 24104—88;*
баню водяную;
тигли из кварца по ГОСТ 19908—90 или из платины по ГОСТ 6563—75, или из фарфора по
ГОСТ 9147—80;

* С 1 июля 2002 г. действует ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее).

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

Издание (июль 2007 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1982 г., июне 1987 г.,
апреле 1990 г. (ИУС 4—82, 9—87, 8—90).

тигли фильтрующие по ГОСТ 25336—82 типа ТФ 40 ПОР 100;
 колбы 1—50—2 или 2—50—2; 1—100—2 или 2—100—2; 1—250—2 или 2—250—2; 1—1000—2 или 2—1000—2 по ГОСТ 1770—74;
 бюретки вместимостью 25 см³;
 пипетки вместимостью 1; 5; 10; 20; 25 и 50 см³;
 кислоту серную по ГОСТ 4204—77, ч. д. а.;
 кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, ч. д. а., концентрированную, разбавленную 1:1;
 гидроксиламина гидрохлорид по ГОСТ 5456—79, ч., водный раствор с массовой долей 2 % (хранить в темном сосуде в защищенном от света месте). Окрашенный раствор не применяют;
 ортофенантролина гидрохлорид по нормативно-технической документации, ч. д. а., водный раствор с массовой долей 1 % или ортофенантролин по нормативно-технической документации, ч. д. а., водный раствор с массовой долей 1 % с добавкой 1 см³ соляной кислоты, разбавленной 1:1, на 100 см³ раствора (хранить в темном сосуде в защищенном от света месте). Окрашенный раствор не применяют;
 натрий уксуснокислый по ГОСТ 199—78, ч. д. а., с молярной концентрацией раствора 4 моль/дм³ (540 г кристаллического уксуснокислого натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до метки);
 воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;
 квасцы железозаммонийные, ч. д. а., или железо металлическое восстановленное;
 бумага индикаторная универсальная по ТУ 6-09-1181—76;
 стандартный раствор (раствор I), содержащий 0,1 мг/см³ железа, готовят одним из способов, указанных ниже.

Первый способ. 0,864 г железозаммонийных квасцов (отбирают прозрачные невыветрившиеся кристаллы) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и растворяют в дистиллированной воде, подкисленной 2,5 см³ концентрированной серной кислоты, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Второй способ. 0,1 г металлического железа помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в 3 см³ концентрированной соляной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Стандартный раствор (раствор II), содержащий 0,01 мг/см³ железа, готовят следующим образом: 25 см³ раствора I переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Раствор II используют только в день его приготовления.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Перед испытанием тщательно вымытый тигель дважды кипятят с соляной кислотой, разбавленной 1:1. Качество промывки тигля проверяют следующим образом: в тигель наливают 2 см³ соляной кислоты, нагревают в течение 5 мин на водяной бане и разбавляют 10 см³ дистиллированной воды.

Содержимое тигля охлаждают, к нему добавляют 1 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида, 1 см³ раствора ортофенантролина гидрохлорида и 10 см³ раствора уксуснокислого натрия. Раствор не должен приобретать розовую окраску.

3.2. Для построения градуировочного графика готовят серию растворов сравнения с массовой концентрацией железа от 0,5 до 5,0 мг/дм³. Для этого в сухие мерные колбы вместимостью по 100 см³ каждая наливают стандартный раствор II в количествах, приведенных в таблице.

В каждую колбу последовательно добавляют по 1 см³ раствора гидроксиламина гидрохлорида, 1 см³ раствора ортофенантролина гидрохлорида и 15 см³ раствора уксуснокислого натрия.

После добавления каждого реактива содержимое каждой колбы перемешивают. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Одновременно таким же способом готовят контрольную пробу, в которой раствор железа заменяют дистиллированной водой.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность всей серии приготовленных растворов по отношению к контрольной пробе. Фотометриро-

Номер колбы	Количество раствора II, см ³	Массовая концентрация железа, мг/дм ³
1	5	0,5
2	10	1,0
3	20	2,0
4	30	3,0
5	50	5,0