



**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**

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР**ЦЕЛЛЮЛОЗА ДЛЯ ХИМИЧЕСКОЙ
ПЕРЕРАБОТКИ****ГОСТ
27163—86****Спектрометрический пламенный
атомно-абсорбционный метод определения
элементов в целлюлозе**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

С. 2 ГОСТ 27163—86

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 $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$;

баня водяная;

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

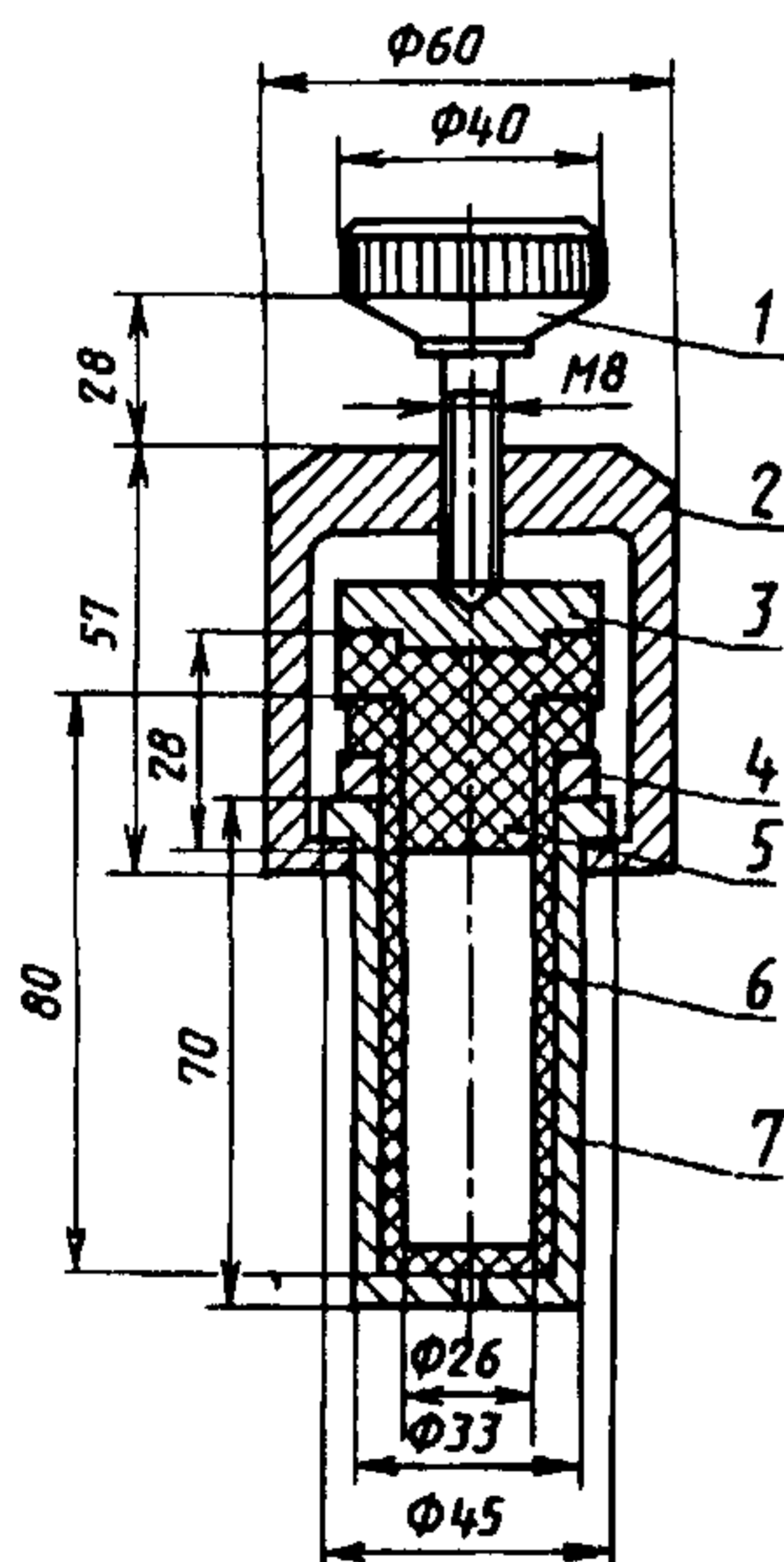
эксикатор — 100 или 140 по ГОСТ 25336;

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

термометр со шкалой от 0 до 100°C и ценой деления $0,01^\circ\text{C}$ 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 — ста-
кан 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 см³, 1 дм³ 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 серноокислый по ГОСТ 4523 х.ч.;

марганец серноокислый по ГОСТ 435 х.ч.;

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

кальций углекислый по ГОСТ 4530 х.ч.;

медь серноокислая 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/дм³ готовят 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/дм³ разбавлением дистиллированной водой готовят четыре раствора с массовой концентрацией элемента 50; 125; 250; 375 мг/дм³ (растворы I—IV).

В полиэтиленовые или фторопластовые мерные стаканы вместимостью 25 см³ вносят по 5 см³ растворов (I—IV), 0,5 см³ концентрированной фтористоводородной кислоты, 1 см³ концентрированной азотной кислоты и 5 см³ раствора борной кислоты с массовой долей 5 %. Доводят объем до метки дистиллированной водой. Полученные растворы содержат по 10; 25; 50; 75 мг/дм³ 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; $2,0 \text{ см}^3$ стандартного раствора марганца с массовой концентрацией 100 мг/дм^3 , доводят дистиллированной водой до метки, получают растворы, содержащие 0,4; 0,8; 1,2; $2,0 \text{ мг/дм}^3$ 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; $1,5 \text{ см}^3$ 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; $1,5 \text{ мг/дм}^3$.

(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 | Амортизатор | 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 | 0,8 | 11,3 | 2,3 | — | 2 |
| | | | | 0,13 | 1,0 | 5,0 | 1,1 | — | 2 |
| «Сатурн» | Марганец | Пламя воздух — ацетилен | 279,5 | 0,20 | 1,2 | 11,3 | 2,0 | — | 2 |
| | | | | 0,03 | 1,0 | 5,0 | 1,1 | — | 6 |
| «Сатурн» | Железо | Пламя воздух — ацетилен | 248,3 | 0,10 | 1,2 | 13,3 | 2,1 | — | 1 |
| | | | | 0,07 | 1,0 | 5,0 | 1,1 | — | 7 |
| «Сатурн» | Кальций | Пламя воздух — ацетилен | 422,7 | 0,10 | 0,8 | 11,3 | 2,0 | — | 1 |
| | | | | 0,06 | 1,0 | 5,0 | 1,1 | — | 2 |
| «Сатурн» | Медь | Пламя воздух — ацетилен | 324,7 | 0,10 | 1,2 | 11,7 | 2,2 | — | 5 |
| | | | | 0,04 | 1,0 | 5,0 | 1,1 | — | 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 см³ концентрированной фтористоводородной кислоты и 1 см³ 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 см³ 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 см³.

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/дм³;

V — вместимость мерной колбы, см³;

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 | 0,00005 | 20 |
| | св. 0,001 | 0,0001 | 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 |

| 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.