

ГОСТ 13525.10—78

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

---

## БУМАГА

### МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ МЕДИ

Издание официальное



Международная  
Стандартизация  
2007

## БУМАГА

## Метод определения массовой доли меди

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

ГОСТ  
13525.10—78МКС 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  $(600 \pm 10)$  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<sup>3</sup>;

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 сернистая по ГОСТ 4165, ч. д. а.;

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

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.

бумага универсальная индикаторная рН1—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 купризонна с массовой долей 0,3 % готовят следующим образом: 0,3 г купризонна взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют в 50 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup> готовят следующим образом: 0,398 г сернокислой меди взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, добавляют 200—300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 1 см<sup>3</sup> 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/см<sup>3</sup>.

Для этого в мерные колбы вместимостью 50 см<sup>3</sup> каждая вливают по 2,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и пипеткой добавляют 0,1; 0,5; 1,0; 2,0; 2,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора меди, что соответствует массовой концентрации меди 0,2; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0 мкг/см<sup>3</sup>.

В каждую колбу приливают по 2,5 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого аммония, 4 см<sup>3</sup> аммиака (рН раствора должен быть 8,5—9,5 при определении индикаторной бумагой), 3 см<sup>3</sup> раствора купризонна 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  $\lambda_{\text{max}}$  600 нм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс массовые концентрации меди в микрограммах на 1 см<sup>3</sup> 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 разрезают 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 см<sup>3</sup> соляной кислоты и содержимое выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток вторично обрабатывают 2,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и выпаривают досуха.

В третий раз сухой остаток обрабатывают 2,5 см<sup>3</sup> соляной кислоты и нагревают на водяной бане до полного растворения сухого остатка.

Содержимое тигля количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, промывая примерно 20—25 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

При массовой доле меди более 0,004 % содержимое тигля количественно переносят в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

Если раствор мутный, его фильтруют через фильтрующий тигель.

Затем приливают 2,5 см<sup>3</sup> раствора лимоннокислого аммония, 4 см<sup>3</sup> аммиака (рН раствора должен быть 8,5—9,5 при определении индикаторной бумагой), 3 см<sup>3</sup> раствора купризна и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

При массовой доле меди более 0,004 % приливают 5 см<sup>3</sup> раствора купризна. 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/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески воздушно-сухой бумаги, г;

$W$  — влажность бумаги, %;

50 — объем пробы для фотометрирования, см<sup>3</sup>.

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)