ГОСТ 12523—77

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА, БУМАГА, КАРТОН

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЕЛИЧИНЫ pH ВОДНОЙ ВЫТЯЖКИ

Издание официальное

Научно-техническая
БИБЛИОТЕКА

БЗ 8—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 676.01:543.257.1:006.354 Группа К59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА, БУМАГА, КАРТОН

Метод определения величины pH водной вытяжки

Cellulose, paper, board. Method for determination of pH value of aqueous extract

ГОСТ 12523—77

ОКСТУ 5409

Дата введения 01.01.78

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу, бумагу и картон и устанавливает метод определения величины pH водной вытяжки.

Сущность метода заключается в получении водной вытяжки путем холодного или горячего экстрагирования образца с последующим определением в ней величины pH, характеризующей активную кислотность или щелочность целлюлозы, бумаги или картона.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3673—82.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб целлюлозы — по ГОСТ 7004.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

1.2. Отбор проб бумаги и картона — по ГОСТ 8047.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытания должны применяться:

- pH-метр любой системы со стеклянным и каломельным электродами и терморегулятором с погрешностью измерения не более 0,05 pH.
- Стандарт-титры по ГОСТ 8.135 для приготовления буферных растворов для настройки pH-метра со значениями pH 4,0; 6,9 и 9,2.
- Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 500 г и погрешностью не более 0,005 г по ГОСТ 24104.
- Колба 2—1000—2 по ГОСТ 1770.
- Цилиндр 1—100 или 3—100 по ГОСТ 1770.
- Стакан В-1—50ХС по ГОСТ 25336.
- Колбы Кн-1—250—24/29 ТХС или П-1—250—29/32 ТХС по ГОСТ 25336.
- Посуда из полиэтилена марки 20506—007 по ГОСТ 16338 с герметичной полиэтиленовой крышкой, вместимостью 300—500 см^3.
- Холодильники воздушные (стеклянная трубка с внутренним диаметром 10 мм и длиной 1000 мм) из стекла группы ТХС.
- Термостат с терморегулятором или водяная баня.
- Термометр ТЛ-21-А2 по ГОСТ 27544.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1977
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

- Трубка ТХ-П-1.
- Поглотитель химический известковый ХП-И по ГОСТ 6755.
- Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, ч. д. а.
- Калий хлористый по ГОСТ 4234, перекристаллизованный.
- Кислота серная по ГОСТ 4204, ч. д. а., плотностью 1,83 г/см^3, разбавленная в отношении 1 : 10.
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовка проб целлюлозы по ГОСТ 19318, разд. 4.

Пробы бумаги и картона нарезают на кусочки размером 10×10 мм. Кусочки тщательно перемешивают.

При испытании картона толщиной более 3 мм его следует ресщепить.

3.2. Первоначально используемые колбы, стеклянные и резиновые пробки кипятят в дистиллированной воде в течение 30 мин, а полиэтиленовую посуду подвергают многократной обработке кипящей дистиллированной водой.

Не допускается применять посуду для pH-метрии в других анализах.

После проведения в этой посуде контрольного испытания с дистиллированной водой без пробы первоначальное значение pH воды не должно изменяться более чем на 0,1 pH.

3.1, 3.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3.3. Применяемая дистиллированная вода должна периодически проверяться на содержание щелочных примесей. Для этого ее кипятят в колбе из стекла типа ТХС1 или ТХС2 в течение 5 мин. Затем пробу воды охлаждают до (20±5) °С, закрыв колбу резиновой пробкой с хлоркальциевой трубкой, и определяют величину pH. Свежепрокипяченная вода должна иметь величину pH в пределах 5,9—7,2. Если величина pH воды больше 7,2, ее подвергают повторной перегонке с добавлением 1 г марганцовокислого калия и одной-двух капель серной кислоты на 1 л исходной воды.

Для проведения испытания применяют свежеприготовленную дистиллированную или деионизированную воду, удельная электрическая проводимость которой после кипячения и охлаждения не превышает 0,2 мСм/м.

Допускается применять воду с другой удельной электрической проводимостью, указав при этом значение удельной электрической проводимости использованной воды.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Для получения водной вытяжки целлюлозы, бумаги или картона в зависимости от их назначения, применяют холодное или горячее экстрагирование. Способ экстрагирования устанавливают в нормативно-технической документации на соответствующий вид продукции.

Водную вытяжку приготавливают непосредственно перед измерением pH.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Проведение холодного экстрагирования

Массу около 2 г воздушно-сухой пробы, взвешенной с погрешностью не более 0,01 г, помещают в полиэтиленовую посуду или в колбу со шлифом. Пробу заливают 100 см^3 прокипяченной в течение 5 мин и охлажденной до 20—25 °С водой, имеющей pH в пределах 5,9—7,2. Посуду из полиэтилена закрывают герметичной крышкой, а колбу — притертой пробкой и оставляют стоять в течение 1 ч при температуре 20—25 °С, встряхивая через каждые 10—15 мин.

Приготовляют две пробы экстракта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.3. Проведение горячего экстрагирования

Массу около 2 г воздушно-сухой пробы, взвешенной с погрешностью не более 0,01 г, помещают в полиэтиленовую посуду или в колбу из стекла типа ТХС1 или ТХС2. Пробу заливают 100 см^3 прокипяченной в течение 5 мин горячей водой. Посуду из полиэтилена закрывают герметичной крышкой, а колбу из стекла типа ТХС1 или ТХС2 — резиновой пробкой с воздушным холодильником и

помещают в кипящую водяную баню или термостат с температурой (98±2) °С на 1 ч, встряхивая через каждые 10—15 мин.

Допускается нагревать колбу из стекла типа ТХС1 или ТХС2 на песочной бане.

По истечении указанного времени экстрагирования, содержимое колбы или полиэтиленовой посуды охлаждают холодной водой до 20—25 °С, закрыв колбу из стекла типа ТХС1 или ТХС2 резиновой пробкой с поглотительной трубкой, а полиэтиленовую посуду не открывая крышку.

Приготовляют две пробы экстракта.

При испытании электротехнических видов бумаги и картона берут 2 или 5 г воздушно-сухой пробы и наливают 100 см^3 свежепрокипяченной дистиллированной воды. Приготавливают три пробы экстракта.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.3а. Подготовка прибора к испытанию

Прибор подготавливают к проведению испытания в соответствии с прилагаемой к нему инструкцией. Перед началом испытания pH-метр градуируют с помощью двух буферных растворов, выбранных так, чтобы значения pH водной вытяжки испытуемой пробы входило в интервал значения pH этих растворов. Температура применяемых буферных растворов должна быть 20—25 °С.

Отклонение при измерении буферных растворов должно быть в пределах ±0,1 pH. Терморегулятор pH-метра должен быть установлен на температуру буферного раствора.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

4.4. Определение величины pH водной вытяжки

Электроды и сосуд перед каждым определением величины pH ополаскивают небольшим количеством экстракта, который не возвращается к общему количеству водной вытяжки. Перед определением величины pH необходимо проконтролировать, чтобы температура экстракта была 20—25 °С. Погрузить электроды в экстракт и определить величину pH водной вытяжки на pH-метре. Значение pH отсчитывают после стабилизации индикатора не менее, чем через 30 с после погружения электродов в экстракт и записывают значение pH с точностью до 0,05 pH.

Результат определения величины pH обозначают следующим образом:

$pH_{х.э}$ — при холодном экстрагировании;

$pH_{г.э}$ — при горячем экстрагировании.

Водная вытяжка перед испытанием не должна фильтроваться. В случае приготовления водной вытяжки из бумаги, содержащей парафин или воск, перед определением pH их необходимо удалить с поверхности экстракта.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4.5. Величину pH водной вытяжки определяют в помещении, не содержащем пары кислот и аммиака.

4.6. По окончании серии измерений проверяют стабильность работы pH-метра путем повторного измерения значения pH контрольного буферного раствора, pH которого ближе к значению pH вытяжки испытуемой пробы. Отклонение должно быть в пределах ±0,1 pH.

При измерении pH большого количества проб следует настраивать pH-метр и контролировать стабильность его работы так, чтобы отклонения значения pH в процессе испытания были в пределах ±0,1 pH.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. За результат испытаний принимают среднее арифметическое значение результатов двух (трех для электротехнических видов бумаги и картона) параллельных определений, допускаемое расхождение между которыми не должно превышать 0,2 pH. В противном случае испытание повторяют на других пробах и за результат испытания принимают среднее арифметическое четырех (шести) измерений. Результат округляют до десятых долей.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством лесной, целлюлозно-бумажной и деревообрабатывающей промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИКИ

М. А. Иванов, кандидат химических наук; **В. А. Богданова,** ст. инженер

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 19.09.77 № 2250

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 3673—82 ИСО 6588—81

4. ВЗАМЕН ГОСТ 12523—67

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 8.135—74	2.1
ГОСТ 1770—74	2.1
ГОСТ 4204—77	2.1
ГОСТ 4234—77	2.1
ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 6755—88	2.1
ГОСТ 7004—93	1.1
ГОСТ 8047—93	1.2
ГОСТ 16338—85	2.1
ГОСТ 19318—73	3.1
ГОСТ 20490—75	2.1
ГОСТ 24104—88	2.1
ГОСТ 25336—82	2.1
ГОСТ 27544—87	2.1

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (февраль 1999 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1983 г., июне 1987 г. (ИУС 7—83, 10—87)

Редактор *Т. А. Леонова*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Е. Ю. Митрофанова*
Компьютерная верстка *В. Н. Рамановой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 09.03.99. Подписано в печать 24.03.99. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,53.
Тираж 129 экз. С 2377 Зак. 598

ИПК Издательство стандартов,107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138