

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ  
ЭКЗЕМПЛЯР**

ГОСТ 20422—89

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**

---

# **ЦЕЛЛЮЛОЗА, БУМАГА И КАРТОН**

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ХЛОРИД-  
И СУЛЬФАТ-ИОНОВ**

Издание официальное



Москва  
Стандартинформ  
2007

## ЦЕЛЛЮЛОЗА, БУМАГА И КАРТОН

Методы определения массовой доли хлорид- и  
сульфат-ионовГОСТ  
20422—89Pulp, paper and board. Methods for determination of  
chloride-ions and sulphate-ions fraction of total massМКС 85.040  
ОКСТУ 5409

Дата введения 01.01.91

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу, бумагу и картон и устанавливает методы определения массовой доли хлорид- и сульфат-ионов.

Сущность методов заключается в фототурбидиметрическом определении массовой доли хлорид-ионов в азотнокислой вытяжке, потенциометрическом определении массовой доли хлорид-ионов в водной вытяжке и фототурбидиметрическом определении массовой доли сульфат-ионов в водной вытяжке.

В случае возникновения разногласий при определении массовой доли хлорид-ионов применяют потенциометрический метод.

## 1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб целлюлозы — по ГОСТ 7004, бумаги и картона — по ГОСТ 8047.

## 2. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ХЛОРИД-ИОНОВ

2.1. Фототурбидиметрический метод определения массовой доли хлорид-ионов

2.1.1. *Аппаратура, посуда, реактивы и растворы*

Фотоэлектроколориметр типов КФК-2, КФК-2МП или других аналогичных типов с длиной волны 400 нм.

Плитка нагревательная с регулируемым нагревом по ГОСТ 14919 или песочная баня с электрообогревателем.

Секундомер.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и с погрешностью взвешивания не более 0,002 г по ГОСТ 24104.\*

Термометр по ГОСТ 28498.

Колбы Кн—1—250—24/29 ТС по ГОСТ 25336.

Холодильник воздушный со шлифом 24/29, длиной не менее 500 мм.

Колбы 2—25—2 или 1—25—2 и 2—1000—2 по ГОСТ 1770.

Пипетки вместимостью 2, 10, 20 или 50 см<sup>3</sup>.

Воронки В-36—80 по ГОСТ 25336.

Цилиндр Т-100 по ГОСТ 1770.

Фильтры обеззоленные по ТУ 6—09—1678.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч. д. а., раствор с массовой долей 5 %.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., концентрированная, раствор 1 : 9.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

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

Стандартный раствор 1, содержащий 100 мг хлорид-ионов в 1000 см<sup>3</sup>, готовят растворением 0,165 г хлористого натрия в растворе азотной кислоты 1 : 9 в колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

Стандартный раствор 2, содержащий 2 мг хлорид-ионов в 1000 см<sup>3</sup>, готовят разбавлением 20 см<sup>3</sup> стандартного раствора 1 в растворе азотной кислоты 1 : 9 в колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

Стандартный раствор 3, содержащий 5 мг хлорид-ионов в 1000 см<sup>3</sup>, готовят разбавлением 50 см<sup>3</sup> стандартного раствора 1 в растворе азотной кислоты 1 : 9 в колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup>.

#### 2.1.2. Подготовка к испытанию

##### 2.1.2.1. Подготовка проб целлюлозы — по ГОСТ 19318.

Пробу бумаги и картона готовят следующим образом: от каждого листа объединенной пробы вырезают образцы так, чтобы их общая масса была не менее 40 г. Образцы измельчают на кусочки размером приблизительно 10·10 мм и перемешивают.

##### 2.1.2.2. Построение градуировочного графика

В зависимости от величины массовой доли хлорид-ионов в испытуемой продукции строят градуировочный график одним из следующих способов.

2.1.2.2.1. При определении в целлюлозе, бумаге и картоне хлорид-ионов в пределах от 0,0002 до 0,0040 % из стандартного раствора 2 готовят 10 образцовых растворов. Массовая концентрация хлорид-ионов в них должна быть от 0,0001 до 0,0020 мг/см<sup>3</sup>.

В мерные колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup> наливают от 1,25 до 25 см<sup>3</sup> стандартного раствора 2 и доводят объем его до метки азотной кислотой 1 : 9. В колбы добавляют по четыре капли раствора азотнокислого серебра, тщательно перемешивают содержимое колбы и ставят на 20 мин в темное место при температуре (20±1) °С для созревания коллоида хлорида серебра.

Одновременно тем же способом готовят контрольную пробу, в которой стандартный раствор заменен азотной кислотой 1 : 9.

Измеряют оптическую плотность каждого из приготовленных растворов по отношению к контрольной пробе. Фотометрирование производят по длине волны 400 нм (фиолетовый светофильтр) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм.

По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс концентрации хлорид-ионов в образцовых растворах, по оси ординат — соответствующие им полученные значения оптической плотности. Для каждой концентрации образцового раствора измеряют оптическую плотность трех параллельных проб и берут среднее арифметическое значение полученных результатов.

2.1.2.2.2. При определении в целлюлозе, бумаге и картоне массовой доли хлорид-ионов в пределах от 0,0020 до 0,0100 % из стандартного раствора 3 готовят серию из пяти образцовых растворов с массовой концентрацией хлорид-ионов от 0,001 до 0,005 мг/см<sup>3</sup>. Для этого в мерные колбы вместимостью 25 см<sup>3</sup> помещают от 5 до 25 см<sup>3</sup> стандартного раствора 3.

Далее испытания проводят согласно п. 2.1.2.2.1.

2.1.2.3. Градуировочные графики проверяют один раз в три месяца, а также при замене реактивов и прибора.

Работа по построению градуировочного графика должна проводиться только со свежеприготовленными образцовыми растворами.

2.1.2.4. Влажность испытуемой целлюлозы — по ГОСТ 16932; бумаги и картона — по ГОСТ 13525.19.

2.1.2.5. При определении массовой доли хлорид-ионов менее 0,001 % применяют дистиллированную воду с удельной электрической проводимостью не более 5 мкСм/см.

2.1.2.6. При определении массовой доли хлорид-ионов в азотнокислой вытяжке и при построении градуировочного графика в помещении лаборатории не должно быть ионов хлора.

#### 2.1.3. Проведение испытания

2.1.3.1. Из подготовленной воздушно-сухой целлюлозы, бумаги и картона берут навеску массой 5 г, взвешенную с погрешностью не более 0,01 г.

Навеску помещают в коническую колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, заливают 100 см<sup>3</sup> раствора азотной кислоты 1 : 9, закрывают пробкой с воздушным холодильником и кипятят на электрической плитке или песочной бане в течение 5 мин, считая с момента вскипания пробы, затем охлаждают под струей холодной воды и фильтруют через бумажный фильтр, дважды промытый горячей дистиллированной водой и один раз азотнокислой вытяжкой.

### С. 3 ГОСТ 20422—89

При испытании продукции с повышенной впитываемостью допускается увеличение навески при сохранении гидромодуля 1 : 20, подготавливают две параллельные азотнокислые вытяжки.

Отфильтрованную азотнокислую вытяжку помещают в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> до метки и далее подготавливают к фотометрированию и определяют оптическую плотность пробы по п. 2.1.2.2.1.

В качестве контрольной пробы используют 25 см<sup>3</sup> азотнокислой вытяжки и четыре капли дистиллированной воды. По полученной величине оптической плотности, пользуясь градуировочным графиком, находят массовую концентрацию хлорид-ионов в 1 см<sup>3</sup> испытанной пробы.

#### 2.1.4. Обработка результатов

2.1.4.1. Массовую долю хлорид-ионов  $X$  в процентах к абсолютно сухой целлюлозе, бумаге или картону вычисляют по формуле

$$X = \frac{a \cdot 10 \cdot V}{m \cdot (100 - W)},$$

где  $a$  — массовая концентрация хлорид-ионов, определенная по градуировочному графику, мг/см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески целлюлозы, бумаги или картона, г;

$W$  — влажность навески, %;

$V$  — объем азотнокислой вытяжки, см<sup>3</sup>.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не должны превышать величин, указанных в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля хлорид-ионов, %	Округление величины, %	Допускаемое расхождение между параллельными определениями, %
До 0,001	0,0001	0,0002
Св. 0,001	0,0005	0,0007

## 2.2. Потенциометрический метод определения массовой доли хлорид-ионов в водной вытяжке

### 2.2.1. Аппаратура, посуда, реактивы и растворы

Устройство для измерения постоянного напряжения в пределах 0—300 мВ — иономер типа И-130 с погрешностью 2 мВ по ТУ 25.05—11—044.

Электроды: измерительный ЭМ-С1—01 по ТУ 25.05.1910; сравнительный ЭВЛ-1-М3.1 по ТУ 25.05.21.81.

Электролитический ключ, заполненный раствором азотнокислого натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н).

Мешалка магнитная по ТУ 25—11.834.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и с погрешностью взвешивания не более 0,002 г по ГОСТ 24104.

Секундомер.

Плитка нагревательная с регулируемым нагревом по ГОСТ 14919.

Холодильник воздушный со шлифом 24/29, длиной не менее 500 мм.

Колба Кн-1—250-24/29 ТС по ГОСТ 25336.

Пипетка вместимостью 25 см<sup>3</sup>.

Стакан В-1—250 ТС по ГОСТ 25336.

Бюретка вместимостью 2 см<sup>3</sup>.

Капельница 2—50 ХС по ГОСТ 25336.

Цилиндр 1—250 или 2—250 по ГОСТ 1770.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч., раствор с массовой долей 1 %.

Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, ч. д. а., раствор молярной концентрации 0,0025 моль/дм<sup>3</sup> (0,0025 н).