

МЕЖДУНАРОДНЫЙ СТАНДАРТ

**ISO
6588-2**

Первое издание
2005-05-15

Бумага, картон и целлюлоза. Определение pH водных экстрактов. Часть 2. Горячее экстрагирование

*Paper, board and pulps – Determination of pH of aqueous extracts –
Part 2: Hot extraction*
(standards.iteh.ai)

ISO 6588-2:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01e855f0-d6d1-44fc-a203-c37bac044caa/iso-6588-2-2005>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO 6588-2:2005(R)

© ISO 2005

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 6588-2:2005

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01e855f0-d6d1-44fc-a203-c37bac044caa/iso-6588-2-2005>



ДОКУМЕНТ ОХРАНЯЕТСЯ АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2005

Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 734 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Принцип	2
4 Реактивы	2
5 Аппаратура и оборудование	2
6 Отбор и приготовление образцов	2
7 Методика	3
8 Расчет	3
9 Сходимость	4
10 Протокол испытания	4
Приложение А (информативное) Приготовление стандартных буферных растворов	5
Библиография	6

[ISO 6588-2:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01e855f0-d6d1-44fc-a203-c37bac044caa/iso-6588-2-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01e855f0-d6d1-44fc-a203-c37bac044caa/iso-6588-2-2005>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член ISO, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO непосредственно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам электротехнической стандартизации.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, приведенными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы настоящего международного стандарта могут быть объектом патентных прав. ISO не может нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

Международный стандарт ISO 6588-2 разработан Техническим комитетом ISO/TC 6, *Бумага, картон и целлюлоза*.

Настоящее первое издание ISO 6588-2 вместе с ISO 6588-1 отменяет и заменяет международный стандарт ISO 6588:1981, который был подвергнут техническому пересмотру. Работа, проведенная в рамках Технического комитета ISO/TC 6, показала, что результаты, полученные при использовании методов, приведенных в двух частях ISO 6588, эквивалентны результатам, полученным при использовании методов ISO 6588:1981. По сравнению с предыдущим изданием ISO 6588:1981 настоящее издание имеет четыре основных отличия:

- a) ISO 6588 был разделен на две части: одна касается холодного экстрагирования, а другая – горячего экстрагирования;
- b) определение в настоящем издании выполняется на воздушно-сухом образце без определения содержания сухого вещества, так как количество образца не является критическим;
- c) экстракт фильтруется;
- d) для ускорения измерения добавляется раствор соли.

ISO 6588 состоит из следующих частей под общим заголовком *Бумага, картон и целлюлоза. Определение pH водных экстрактов*:

— *Часть 1. Холодное экстрагирование*

— *Часть 2. Горячее экстрагирование*

Введение

Хорошо известно, что крафт-фибра содержит способные к ионизации группы, которые закрепляются в оболочке фибры или на ней. Для достижения электронейтральности эти группы уравниваются эквивалентным количеством положительных зарядов, которыми могут быть либо протоны, либо ионы различных металлов. Это явление может вызывать заметное несбалансированное распределение подвижных ионов между объемом, удерживаемым оболочкой фибры, и объемом раствора суспензии, особенно в случае суспензий целлюлозы с низкой ионной силой. Это означает, что фибра действует как ионообменник. Эти явления ионного обмена очень хорошо моделируются с помощью теории Donnan [2, 3].

При разбавлении относительно чистого образца целлюлозы, например, белой сухой целлюлозы, в деионизированной воде образуется суспензия целлюлозы, имеющая очень низкую ионную силу. В такой системе большинство присутствующих катионов, включая протоны, будут концентрироваться в объеме воды, удерживаемом оболочкой фибры. При измерении pH будет измеряться значение pH в объеме раствора суспензии. При добавлении соли к системе такого типа явления ионного обмена будут снижаться, и концентрация различных катионов будет одинаковой как в воде, удерживаемой оболочкой фибры, так и в объеме раствора суспензии. Поскольку производственная вода всегда содержит некоторое количество ионов, то такое добавление соли будет создавать более реалистичную окружающую среду при измерении pH относительно чистых образцов целлюлозы.

Необходимо знать об этих явлениях при интерпретации измеренных значений pH высокооблагороженной целлюлозы.

[ISO 6588-2:2005](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01e855f0-d6d1-44fc-a203-c37bac044caa/iso-6588-2-2005)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/01e855f0-d6d1-44fc-a203-c37bac044caa/iso-6588-2-2005>

Бумага, картон и целлюлоза. Определение pH водных экстрактов.

Часть 2. Горячее экстрагирование

1 Область применения

Настоящая часть ISO 6588 устанавливает метод определения значения pH в электролитах, полученных при экстрагировании горячей водой образца бумаги, картона или целлюлозы.

Данная часть ISO 6588 применима ко всем типам бумаги, картона и целлюлозы.

Когда количество экстрагируемых ионных веществ приближается к нулю, как в случае высокооблагороженной целлюлозы, сходимость метода становится низкой из-за трудностей, возникающих при проведении измерений pH в воде, содержащей малое количество электролита.

Поскольку экстрагирование в этой части ISO 6588 проводится в дистиллированной или деионизированной воде, значение pH иногда будет отличаться (например, для полностью отбеленной целлюлозы) от значения pH, измеренного в условиях заводского процесса, в котором используются различные типы производственной воды, например, химически обработанная речная вода, содержащая электролиты.

Метод, установленный в ISO 6588-1, отличается от метода, описанного в данной части ISO 6588, только условиями экстрагирования. Невозможно установить общие правила относительно того, какая из двух методик (горячее или холодное экстрагирование) более соответствует конкретной ситуации.

Для целлюлозной бумаги электролитического назначения следует использовать метод, приведенный в международном стандарте IEC 60554-2 (см. [4] в разделе Библиография).

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными при применении данного документа. Для жестких ссылок применяется только цитированное издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 186, *Бумага и картон. Метод отбора образцов для определения среднего качества*

ISO 3696, *Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний*

ISO 7213, *Целлюлоза. Отбор образцов для испытаний*

3 Принцип

Экстрагирование образца массой 2 г в течение 1 ч в 100 мл кипящей воды высокой чистоты. Фильтрация экстракта и добавление раствора соли. Измерение значения pH экстракта при температуре от 20 °C до 25 °C.

4 Реактивы

4.1 Вода, дистиллированная или деионизированная вода должна использоваться на протяжении всего испытания. Удельная электропроводность воды не должна превышать 0,1 мСм/м после кипячения в течение 1 ч и охлаждения в атмосфере, не содержащей кислоты (например, свободной от CO₂, SO₂, H₂S), до температуры от 20 °C до 25 °C. Значение pH воды должно находиться в диапазоне 6,8 – 7,3. Инструкции по определению электропроводности установлены в международном стандарте ISO 3696.

4.2 Стандартные буферные растворы, с известными значениями pH приблизительно 4, 7 и 9. Такие буферные растворы доступны для приобретения. В Приложении А приводятся несколько примеров пригодных буферных растворов и описывается их приготовление.

4.3 Раствор хлорида калия, приблизительно 1М. Растворяют приблизительно 7,4 г KCl аналитической чистоты в 100 мл свежekiпяченной дистиллированной воды. Готовят свежий раствор каждую неделю.

5 Аппаратура и оборудование

В дополнение к обычной лабораторной аппаратуре и оборудованию используют следующее.

5.1 Стеклянная лабораторная посуда, из химически стойкого стекла, колбы со шлифами, пробки, стаканы, обратный холодильник и фильтр из фриттованного стекла. Всю стеклянную посуду необходимо очистить хромовой смесью без использования мыла или детергента, тщательно промыть водой (4.1) и дать возможность просохнуть перед использованием.

5.2 pH-метр, оборудованный стеклянным и каломельным электродами или комбинированным электродом, способными давать показания с точностью, по меньшей мере, 0,05 единиц pH.

6 Отбор и приготовление образцов

6.1 Отбор образцов

Методика отбора образцов, которой необходимо следовать, зависит в каждом случае от конкретных обстоятельств. Если анализ выполняется с целью оценки серии или партии бумаги, картона и целлюлозы, образец должен отбираться в соответствии с международными стандартами ISO 7213 или ISO 186 соответственно. Если анализ выполняется на другом типе образца, записывают в отчет природу образца и, если возможно, методику отбора образцов.

Надевают чистые защитные перчатки при обращении с образцом.

ПРИМЕЧАНИЕ Некоторые перчатки посыпают порошком для предотвращения их слипания, и этот порошок может вызывать загрязнение образца.

6.2 Приготовление образца

Не допускается касаться образца руками без защитных перчаток и необходимо удостовериться в том, что он размещался только на чистых поверхностях. Нарезают или разрывают образец на кусочки

размером приблизительно 1 см^2 с помощью чистого ножа или резака. Расщепляют образцы толстого картона.

Тщательно перемешивают кусочки образца. Хранят кусочки в чистых закрытых контейнерах.

7 Методика

Выполняют методику дважды.

7.1 Взвешивание

Взвешивают $2,0 \text{ г} \pm 0,1 \text{ г}$ воздушно-сухого образца (6.2).

ПРИМЕЧАНИЕ Поскольку количество образца не является критическим, то нет необходимости определять содержание сухого вещества для корректировки незначительных расхождений в содержании влаги.

7.2 Экстрагирование

Добавляют 100 мл воды (4.1) в колбу вместимостью 250 мл (5.1) и нагревают до кипения. Добавляют взвешенный образец, вставляют в колбу обратный холодильник (5.1) и поддерживают умеренное кипение в течение $1 \text{ ч} \pm 5 \text{ мин}$ на электрической плитке.

Не снимая холодильник, быстро охлаждают колбу до температуры $20 \text{ }^\circ\text{C} - 25 \text{ }^\circ\text{C}$. Фильтруют экстракт через фильтр грубой очистки из фриттованного стекла в небольшой химический стакан (5.1). Сразу же добавляют 2 мл раствора хлорида калия (4.3) и продолжают измерение.

7.3 Определение pH

Эксплуатируют pH-метр в соответствии с инструкцией изготовителя. Промывают электроды водой (4.1); дают возможность стекать воде с электродов, но не протирают их. Калибруют pH-метр (5.2) при температуре от $20 \text{ }^\circ\text{C}$ до $25 \text{ }^\circ\text{C}$ по двум различным буферным растворам (4.2), имеющим такие значения pH, чтобы значение pH экстракта находилось между значениями pH этих растворов. Первый буферный раствор следует выбирать таким образом, чтобы значение pH буферного раствора находилось в том же интервале, что и электрическая нулевая точка pH-метра (обычно равняется 7). Показание для второго буферного раствора должно совпадать с его исправленным значением в пределах 0,1 единицы pH.

Если pH-метр не показывает исправленного значения для второго буферного раствора, необходимо обратиться к руководству изготовителя. Отклонение, превышающее 0,2 единицы pH, указывает на повреждение электродов. Кроме того, медленное, но постоянное увеличение или уменьшение показаний указывает на повреждение электродов.

После калибровки промывают электроды несколько раз водой (4.1) и сразу же небольшим количеством экстракта. Проверяют, чтобы температура экстракта была в диапазоне $20 \text{ }^\circ\text{C} - 25 \text{ }^\circ\text{C}$. Погружают электроды в экстракт. Регистрируют значение pH, если не наблюдается измеримого дрейфа в пределах 30 с.

Перед измерением следующего образца тщательно промывают электроды водой (4.1) для удаления следов образца или буферного раствора.

В конце серии измерений проверяют электроды по буферным растворам.

8 Расчет

Рассчитывают среднее значение параллельных определений.

Записывают значение pH с точностью до 0,1 единицы pH. Отдельные результаты не должны отличаться друг от друга более чем на 0,2 единицы pH. Если это расхождение больше, повторяют определение с двумя дополнительными экстрактами, записывают среднее значение и диапазон всех измерений.

9 Сходимость

9.1 Повторяемость

Значения pH для четырех различных образцов были определены в одной лаборатории в соответствии с этой частью ISO 6588. В каждом случае было сделано десять определений. Средние значения и коэффициенты вариации для каждого типа образца представлены в Таблице 1.

Таблица 1 — Повторяемость этого метода

Образец	pH	Коэффициент вариации, %
Копировальная бумага	10,0	0,21
Картон	8,7	0,64
Беленая целлюлоза	5,2	0,50
Небеленая целлюлоза	8,0	0,54

9.2 Воспроизводимость

Значения pH для четырех различных образцов были определены в пяти различных лабораториях в соответствии с этой частью ISO 6588. Средние значения и коэффициенты вариации для каждого типа образца на основе результатов, полученных в пяти лабораториях, представлены в Таблице 2.

Таблица 2 — Воспроизводимость этого метода

Образец	pH	Коэффициент вариации, %
Копировальная бумага	9,7	2,6
Картон	8,5	1,8
Беленая целлюлоза	5,6	9,6
Небеленая целлюлоза	8,0	4,9

10 Протокол испытания

Протокол испытания должен включать следующую информацию:

- ссылку на данную часть ISO 6588;
- дату и место проведения испытаний;
- всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;
- результат, выраженный, как указано в Разделе 8;
- любые особенности, отмеченные во время испытания;
- любые отклонения от методики, описанной в этой части ISO 6588, или любые обстоятельства, которые могут повлиять на результат.