

前 言

本标准根据中国轻工总会轻总质(1994)8号文关于“造纸行业1994年制定、修订国家标准、行业标准计划项目”中的编号G 94006,对国家标准GB 5404—85《纸、纸板和纸浆水溶性硫酸盐的测定》进行修订。

本标准等效采用ISO 9198:1989“Paper, board and pulp—Determination of water-soluble sulphates—Titrimetric method”。并按GB 1.4—88《标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定》和GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定》两个标准中的有关规定进行修订。

在此次修订中,除了对文字部分作了修改外,对电导仪的灵敏度提出了更高的要求,还增加了采用计算器进行线性回归,计算滴定消耗硫酸锂的方法,这就给分析工作者带来了计算方便。

本标准自生效之日起,同时代替GB 5404—85。

本标准由中国轻工总会提出。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:中国制浆造纸工业研究所。

本标准主要起草人:魏鹏月、杨研飞。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国标准研究机构(ISO 成员)的一个世界性联合会。国际标准的准备工作是由 ISO 技术委员会来进行的,对某个技术委员会确立的专题感兴趣的每一个成员国,有权参加该委员会的工作。政府或非政府的国际性组织与 ISO 联系也可以参加其工作。关于电气技术标准化方面的所有事情,ISO 与国际电工委员会(IEC)保持密切合作。

技术委员会采纳的国际标准草案,在 ISO 理事会接受其为国际标准之前,需送交各成员国审定,根据 ISO 的手续要求,审查标准需经至少 75%的成员国表决批准。

国际标准 ISO 9198 是由 ISO/TC 6 纸、纸板和纸浆技术委员会提出的。

中华人民共和国国家标准

纸、纸板和纸浆水溶性硫酸盐的测定(电导滴定法)

GB/T 2678.6—1996
eqv ISO 9198:1989

代替 GB 5404—85

Paper, board and pulp—Determination of water soluble sulphates (Conductimetric titration method)

1 范围

本标准规定了采用电导滴定法测定纸浆、纸和纸板中的水溶性硫酸盐。
本方法所分析的物料硫酸根离子的最低极限是 20 mg/kg。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB 450—89 纸和纸板试样的采取
- GB 462—89 纸和纸板水分的测定
- GB 740—89 纸浆试样的采取
- GB 741—89 纸浆分析试样水分的测定法

3 原理

至少 4 g 的片状试样用 100 mL 的热水抽提 1 h,过滤抽提液,并用过量的钡离子沉淀其中的硫酸根离子,而过量的钡离子用硫酸锂按电导滴定法来测定。

4 试剂

在分析中,均使用分析纯(A. R.)的试剂和按 4.1 规定的水。

- 4.1 蒸馏水或去离子水:电导率小于 1.0 mS/m。
- 4.2 乙醇(C_2H_5OH):95%(V/V)。
- 4.3 氯化钡溶液: $c(BaCl_2 \cdot 2H_2O) \approx 5 \text{ m mol/L}$ 。
- 4.4 盐酸: $c(HCl) \approx 1 \text{ m mol/L}$ 的溶液。
- 4.5 硫酸锂标准液: $c(Li_2SO_4 \cdot H_2O) = 5 \text{ m mol/L}$ 。

用水(4.1)准确地溶解 0.640 g 干燥的单结晶水硫酸锂,并移入到 1 L 的容量瓶中,用水稀释到刻度。

5 仪器

- 5.1 电导仪,灵敏度 0.001 mS/m。
- 5.2 微量滴定管,5 mL,刻度为 0.02 mL。如果有条件,也可以使用自动滴定装置。

国家技术监督局 1996-06-25 批准

1997-01-01 实施

5.3 恒温水浴,能控制和调节温度 $25^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 或可以选择接近室温的其他温度,并在滴定的过程中始终保持温度恒定。在整个滴定过程中,试液的温度保持恒定,对于实验结果的精确是必不可少的。

5.4 搅拌器和自动滴定装置,能控制和调节温度。

6 试样的采取和制备

浆样的采取按 GB 740 的规定进行,纸与纸板平均试样的采取按照 GB 450 的规定进行。在取样的过程中,应戴干净的手套拿取试样和准备纸片,操作时要小心拿取,防止污染试样。应保持试样远离酸雾,并防止落灰尘。

7 试验步骤

每个样品进行两份试验。试剂的空白试验也应当完全按试样的操作步骤进行。

7.1 纸样的抽提

称取风干试样不少于 4 g(精确到 0.01 g),同时称取试样测定水分。纸和纸板样品水分的测定按 GB 462 进行,纸浆样品水分的测定按 GB 741 进行。将试样剪成或撕成约 $5\text{ mm} \times 5\text{ mm}$ 大小的片状,装入一个具有标准接口的 250 mL 的锥形瓶中,厚纸板在抽提前应解离分层。

然后用一支移液管移入 100 mL 水(4.1),接上空气冷凝器,放入水浴中,固定住锥形瓶,加热抽提 1 h,并不时摇动。

当抽提到达时间后,取下并冷却到室温,然后用玻璃滤器或布氏漏斗及预先处理过的无灰滤纸进行过滤,将滤液收集到一个带塞的干净的锥形瓶中。

7.2 硫酸盐的测定

用一支移液管吸取 50.0 mL 抽提的滤液,放入一个 250 mL 的烧杯中,加入 100 mL 95% 的乙醇(4.2),10 mL 的盐酸(4.4),并准确地加入 2.0 mL 氯化钡溶液(4.3)。

将烧杯放入恒温水浴中(水浴温度为 $25^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$)或在比较稳定的室温下,将电导仪的电极插入试液中,用一支玻璃棒或搅拌装置以均匀速度搅拌试液,待温度稳定后,利用微量滴定管(5.2)每次加入 0.2 mL 硫酸锂标准溶液(4.5)。在每次加入硫酸锂后,待电导率指示数到达恒定值时进行记录,重复地加入标准液并读取相应的电导率数,直至加入硫酸锂的总体积达到 3.5 mL~4.0 mL 为止。

如果使用一台自动滴定仪,所加的硫酸锂滴定液的速率应控制在约 0.2 mL/min。

注意: 为了保证硫酸根离子的完全沉淀,在滴定开始时要有足够过量的钡离子,此点甚为重要,如硫酸锂的相应消耗量少于 1 mL,则需取少量的抽提液(少于 50 mL,如取 20 mL 或 10 mL 等),再加蒸馏水补充到总体积为 50 mL,重新进行测定。

7.3 计算滴定消耗硫酸锂的毫升数

7.3.1 方法 1: 绘制滴定曲线,以加入硫酸锂的毫升数为横坐标,溶液的电导率读数为纵坐标,对测试结果进行作图。通过各点画直线,并形成“V”型,在两条直线的交叉点读出等当点消耗硫酸锂标准液的体积。

7.3.2 方法 2: 采用计算器,弃掉两条直线交界处的 2~3 点,然后分别求出两直线回归方程的斜率和截距:

$$Y_1 = b_1 X_1 + a_1 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: b_1 ——斜率;

a_1 ——截距。

$$Y_2 = b_2 X_2 + a_2 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: b_2 ——斜率;

a_2 ——截距。

两条直线相交于坐标 (X, Y) 时 $Y = Y_1 = Y_2, X = X_1 = X_2$ 。

解联立方程得：

$$X = \frac{(a_1 - a_2)}{(b_2 - b_1)} \dots\dots\dots(3)$$

8 结果计算

由式(4)计算试样的水溶性硫酸盐含量：

$$X = \frac{96.1c \cdot V_3 \cdot (V_0 - V_1)}{V_2 \cdot m} \dots\dots\dots(4)$$

式中： X ——水抽出物硫酸盐含量，mg/kg；

c ——硫酸锂溶液的真实浓度(标准为 5 m mol/L)，m mol/L；

96.1——硫酸根(SO_4^{2-})分子量；

V_0 ——在空白滴定时所消耗硫酸锂溶液的体积，mL；

V_1 ——在试验溶液滴定时所消耗硫酸锂溶液的体积，mL；

V_2 ——取来滴定的抽提液体积(标准为 50 mL)，mL；

V_3 ——试验时所加水的总体积(标准为 100 mL)，mL；

m ——绝干试样的质量，g。

将 c, V_2, V_3 代入标准值时，其公式简化成：

$$X = \frac{961(V_0 - V_1)}{m} \dots\dots\dots(5)$$

取两次测定结果的平均值作为水溶性硫酸盐含量，以每千克绝干样品的毫克数表示，并将结果修约至整数位。

9 试验报告

试验报告应包括如下内容：

a) 国家标准编号；

b) 试验的日期和地点；

c) 所测物料的标志；

d) 试验结果；

e) 任何规定操作步骤的变更或可能影响其测定结果的其他细节的变化。