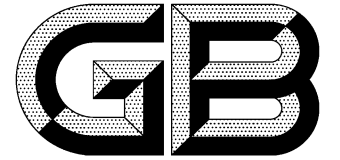


GB/T 1547—2004

- a) 完整鉴定样品所必要的全部资料；
 - b) 本标准编号；
 - c) 用数值表示结果；
 - d) 试验中观察到的任何异常现象；
 - e) 本标准或规范性引用文件中未规定的并可能影响结果的任何操作。
-

GB/T 1547—2004

ICS 85.040
Y 30



中华人民共和国国家标准

GB/T 1547—2004
代替 GB/T 1547—1989

纸浆 高锰酸钾值的测定

Pulps—Determination of permanganate number



GB/T 1547—2004

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-21193

定价: 8.00 元

2004-03-15 发布

2004-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中华人民共和国
国家标准
纸浆 高锰酸钾值的测定
GB/T 1547—2004

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.bzcb.com
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2004年7月第一版 2004年7月第一次印刷
*
书号: 155066·1-21193 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

10 结果的表述

10.1 计算方法

高锰酸钾值按公式(1)计算。

$$\text{高锰酸钾值} = \frac{V_1 - V_2}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- V_1 ——加入的高锰酸钾溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——滴定时所耗用的硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——绝干试样质量,单位为克(g)。

10.2 结果的表示

同时进行两次测定,取其算术平均值作为测定结果,要求准确到小数点后第一位。两次测定计算值间误差应不超过0.1。

11 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的测定值,在以下给出的平均值的范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况下不超过5%。

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值的范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况下不超过5%,见表1。

表 1

样品的标识	A	B	C	D	E
参加试验室的数目	8	8	8	8	8
可接受结果的数目	23	23	17	23	18
测试样品平均值	0.68	12.09	13.57	23.13	28.84
重复性标准差(S_r)	0.04	0.19	0.06	0.16	0.12
再现性标准差(S_R)	0.26	0.39	0.22	1.14	0.85
重复性限(r)	0.12	0.53	0.18	0.45	0.33
再现性限(R)	0.74	1.10	0.63	3.21	2.40

注:浆 A 为漂白硫酸盐木浆,浆 B 为未漂麦草浆,浆 C 为未漂竹浆,浆 D、浆 E 为未漂硫酸盐木浆。

12 质量保证和控制

高锰酸钾与硫酸的混合溶液呈紫红色,在与木素反应过程中,该混合液的颜色将逐渐褪却。

加入碘化钾溶液后,混合液变成清澈的红棕色。

用硫代硫酸钠滴定后,混合溶液褪色,当接近滴定终点时,混合溶液呈淡黄色。

加入淀粉指示剂后,混合溶液呈蓝色,当滴定终止时,蓝色消失。

测定高锰酸钾值时,碘的挥发是重要的可变因素。应尽量缩短从碘化钾溶液加入至完成滴定之间的时间。

13 试验报告

试验报告应包括下列项目:

6.2 碘化钾溶液(KI),1 mol/L。溶解碘化钾 41.5 g 于水中,稀释至 250 mL。溶液应贮存于棕色瓶中,一般贮存期为一周,溶液变黄应弃置。

6.3 高锰酸钾标准溶液(KMnO₄), $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.100\ 0\ \text{mol/L}\pm 0.000\ 5\ \text{mol/L}$ 。配制和标定方法见 GB/T 601。

6.4 硫代硫酸钠标准溶液(Na₂S₂O₃), $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.100\ 0\ \text{mol/L}\pm 0.000\ 5\ \text{mol/L}$ 。配制和标定方法见 GB/T 601。

6.5 淀粉指示剂,0.5%溶液。称取可溶性淀粉 0.50 g,加 5 mL 水使成糊状,加入 90 mL 沸水中,煮沸 1 min~2 min,冷却,稀释至 100 mL。此指示剂使用前配制。

7 仪器

一般实验室仪器及

7.1 电动搅拌器。

7.2 湿浆解离器或其他离散设备。

7.3 秒表。

7.4 恒温水浴。

7.5 磁力搅拌器。

7.6 反应烧杯:容量 1 000 mL 或 2 000 mL。

8 试样的制备

将约 10 g 的风干试样撕成小薄片,之后放入具塞的广口瓶中平衡不少于 20 min,备用。

9 试验步骤

9.1 试样

称取 2~3 份相当于 1 g(称准至 0.001g)绝干质量的试样。同时称取一份试样,按照 GB/T 741 测定绝干物含量。

9.2 测定

9.2.1 做两份试样的平行测定。

9.2.2 用量筒量取 650 mL 的蒸馏水,向解离器(7.2)中倒入不多于 400mL 蒸馏水(加入蒸馏水的量应保证剩余的水足够漂洗解离器),加入试样进行解离,直至没有浆块和大纤维束。将解离后的试样移至 1 000 mL 反应烧杯(7.6)中,并用量筒中剩下的水漂洗解离器(7.2),使总体积仍为 650 mL。将反应烧杯浸入恒温水浴(7.4)中,使整个反应期间温度保持在(25±1)℃。调整搅拌器(7.1)使溶液产生深约 25 mm 的旋涡。

9.2.3 用移液管吸取高锰酸钾溶液(6.3)25 mL±0.03 mL 于一个 100 mL 的小烧杯中,再加入硫酸(6.1)25 mL。迅速将混合溶液倒入解离的试样中,并立即开动秒表(7.3)计时,用 50 mL 水分次洗涤小烧杯,洗液亦倾入反应杯中(反应杯中溶液总量应为 750 mL),反应进行恰好 5 min 时,立即加入碘化钾溶液(6.2)5 mL 并停止搅拌。立即加盖玻璃表面皿,以减少碘挥发。将反应烧杯放在磁力搅拌器上,稍微移开表面皿,迅速用硫代硫酸钠标准溶液(6.4)滴定游离的碘,滴定至溶液呈淡黄色时加入新配制的淀粉溶液(6.5)2 mL~3 mL,继续滴定至蓝色消失为止。

9.2.4 如纸浆高锰酸钾值高于 20,则应加入高锰酸钾溶液(6.3)40 mL,硫酸(6.1)40 mL 及 1 120 mL 水到 2 000 mL 的反应烧杯(7.6)中。最后反应杯中溶液总量应为 1 200 mL,其余步骤完全相同。

前 言

本标准代替 GB/T 1547—1989《纸浆高锰酸钾值的测定法》。

本标准与 GB/T 1547—1989 相比主要变化如下。

——将引用标准修改为规范性引用文件,增加引用的标准,并对其他相关措辞进行相应变动(1989 年版的第 2 章;本版的第 2 章);

——修改了术语和定义的书写格式(1989 年版的第 2 章;本版的第 2 章);

——增加了试剂的配制和标准溶液的标定方法,警告语句,碘化钾溶液、淀粉指示剂的贮存注意事项和贮存期,修改了高锰酸钾标准溶液、硫代硫酸钠标准溶液的浓度表示方法(本标准的第 6 章);

——增加了仪器内容(1989 版的第 5 章;本版的第 7 章);

——修改了试样的制备步骤(1989 版的第 6 章;本版的第 8 章);

——修改了试验步骤,并要求整个反应期间温度保持在(25±1)℃(1989 版的第 7 章;本版的第 9 章);

——增加前言;

——增加了原理(见本版的第 4 章);

——增加了反应式(见本版的第 5 章);

——增加了精密度(见本版的第 11 章);

——增加了质量保证和控制(见本版的第 12 章);

——增加了试验报告(见本版的第 13 章)。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会归口。

本标准由深圳出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人:徐嵘、佟常飞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 1547—1979、GB/T 1547—1989。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会负责解释。