

ГОСТ 27678-88(СТ СЭВ 5881-87) Плиты древесностружечные и фанера. Перфораторный метод определения содержания формальдегида

Группа К29

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

Срок действия с 01.01.89
до 01.01.94*

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

О.Е.Поташев, канд. техн. наук; В.А.Лычев, канд. хим. наук; И.В.Пинтус;
Б.К.Иванов

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 06.04.88 N 998

3. Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 5881-87

4. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 1770-74	разд.2
ГОСТ 4159-79	разд.2
ГОСТ 4204-77	разд.2
ГОСТ 4328-77	разд.2
ГОСТ 4517-75	разд.2
ГОСТ 5789-78	разд.2
ГОСТ 6709-72	разд.2
ГОСТ 10163-76	разд.2
ГОСТ 10634-78	п.3.2
ГОСТ 20292-74	разд.2
ГОСТ 25336-82	разд.2
ГОСТ 25794.1-83	разд.2
ГОСТ 25794.2-83	разд.2
ГОСТ 27025-86	п.3.1
ГОСТ 27068-86	разд.2

ВНЕСЕНЫ: Изменение N 1, утвержденное и введенное в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 26.01.90 N 92 с 01.07.90, Изменение N 2, принятое

Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол N 13 от 28.05.98). Государство-разработчик Россия. Постановлением Госстандарта России от 16.10.98 N 373 введено в действие на территории РФ с 01.07.99

Настоящий стандарт распространяется на необлицованные и нелакированные древесно-стружечные плиты и фанеру и устанавливает перфораторный метод определения содержания формальдегида.

Метод заключается в экстрагировании в перфораторе формальдегида из образцов древесно-стружечных плит и фанеры кипящим толуолом, поглощении его дистиллированной водой и обратном йодометрическом титровании или фотоколориметрическом определении содержания формальдегида.

Фотоколориметрический способ соответствует Европейскому стандарту Е 120 "Щиты на основе древесины. Определение содержания формальдегида. Экстракционный метод, названный перфораторным методом.

1. ОТБОР ОБРАЗЦОВ

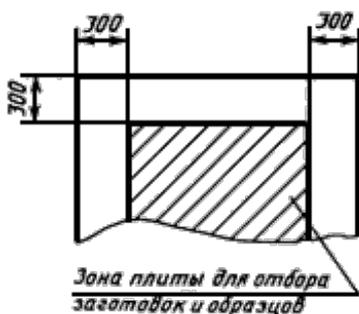
1.1. Средства измерения и точность изготовления образцов по ГОСТ 10633-78, ГОСТ 9620-94.

1.2. Древесно-стружечные плиты и фанеру для испытаний отбирают спустя не менее трех дней после изготовления.

Из указанной на черт.1 зоны плиты или фанеры вырезают заготовки для взятия образцов размером 25x25 мм общей массой около 500 г.

Черт.1. Зона плиты для отбора заготовок и образцов

Зона плиты для отбора заготовок и образцов



Черт.1

Допускается хранить и транспортировать герметично упакованные заготовки не более 42 дней.

1.3. Кромки образцов не должны быть обожжены.

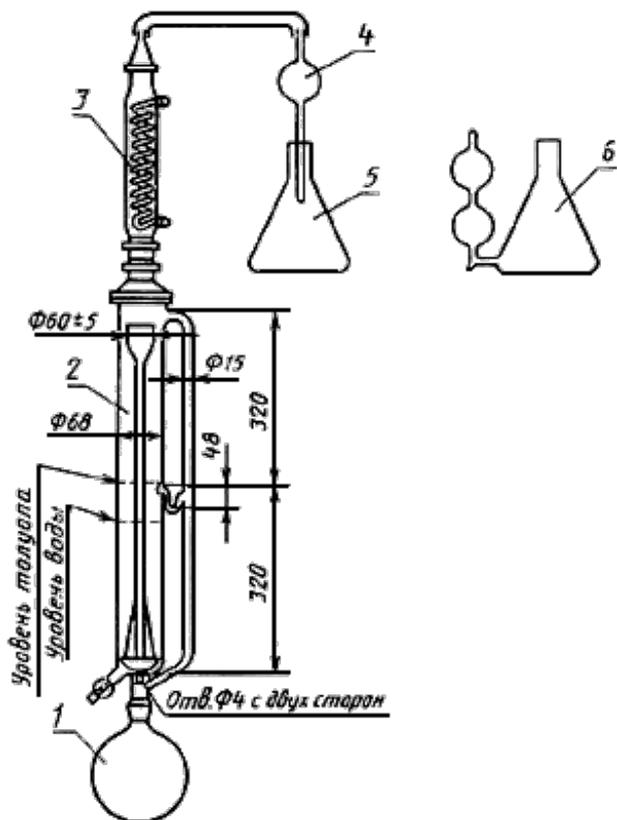
Допускается до начала испытания хранить герметично упакованные образцы не более 24 ч после вырезания при температуре (20 ± 2) °С.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Аппарат для экстракции (черт.2), состоящий из: круглодонной колбы 1 К-1-1000-45/40 ТХС по ГОСТ 25336-82: перфоратора 2 со спускным краном, фильтром ФКП-60-ПОР-160 ТХС по ГОСТ 25336-82 и теплоизолированными верхней частью и отводной трубкой; холодильника Э типа ХСВО или ХСВ по ГОСТ 25336-82 общей длиной около 400 мм; трубки 4 с шаровым расширением длиной 380 мм, наружным диаметром 10 мм, диаметром

шарового расширения 50 мм, расстоянием от нижнего конца трубки до расширения 200 мм; сборника 5 - колба Кн-2-250-50(34,40) ТС по ГОСТ 25336-82.

Черт.2. Аппарат для экстракции



Черт.2

Допускается вместо элементов 4 и 5 применять сборник 6 с размерами шаровых расширений 45-50 мм и вместимостью колбы 250 см³.

Нагреватель электрический для нагрева круглодонной колбы.

Колба мерная 2-2000-2 по ГОСТ 1770-74.

Колба для титрования Кн-1-500-29/32 по ГОСТ 25336-82.

Бюретка 1-2-50-0,1 по нормативно-технической документации.

Пипетки 2-2-10, 2-2-20, 2-2-50 и 2-2-100 по нормативно-технической документации.

Цилиндры мерные исполнения 1 (3) по ГОСТ 1770-74 вместимостью 100 и 1000 см³.

Весы лабораторные технические с ценой деления 0,1 г.

Толуол по ГОСТ 5789-78.

Йод по ГОСТ 4159-79, свежеприготовленный раствор концентрации точно

$c(\frac{1}{2}I_2) = 0,01$ моль/дм³, готовят разбавлением раствора йода концентрации

точно $c(\frac{1}{2}I_2) = 0,1$ моль/дм³ по ГОСТ 25794.2-83.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, раствор, разбавленный по объему в отношении 1:1.

Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) по ГОСТ 27068-86,

свежеприготовленный раствор концентрации точно $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,01$ моль/дм³ готовят разбавлением раствора серноватистоокислого

натрия концентрации точно c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) = 0,1 моль/дм³ по ГОСТ 25794.2-83.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, раствор концентрации c (NaOH) = 1 моль/дм³, готовят по ГОСТ 25794.1-83.

Крахмал растворимый по ГОСТ 10163-76, раствор с массовой долей 1%, готовят по ГОСТ 4517-87.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Спектрофотометр или электрофотокolorиметр с длиной волны 412 нм (допускается длина волны 400-440 нм) и стеклянные кюветы с шириной

рабочего слоя 20 мм и вместимостью не более 10 см³.

Водяной термостат для пробирок с рабочей температурой (40±2) °С.

Колбы 2-1000-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770-74.

Пипетки 4(5)-2-1(2), 6(7)-2-10(25) по ГОСТ 29228-91.

Пробирки ПП-20-КШ 10/19 по ГОСТ 19908-90.

Ацетилацетоновый реактив, приготовленный по п.1 приложения.

Стандартный образец состава раствора формальдегида ГСО 6263-91 по ГОСТ 8.315-97.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. Общие указания по проведению испытания - по ГОСТ 27025-86.

3.2. Определение влажности

Влажность плит в момент испытания определяют по ГОСТ 10634-88, фанеры - по ГОСТ 9621-72 на образцах размером (25х25) мм, взвешивая одновременно 5-6 образцов общей массой не менее 25 г

3.3. Определение содержания формальдегида

3.3.1. От общей массы образцов отбирают (105±5) г и взвешивают испытуемые образцы с погрешностью не более 0,1 г. Образцы помещают в круглодонную колбу и наливают в нее 600 см³ толуола, подсоединяют колбу к перфоратору, заполняют его водой так, чтобы между поверхностью воды и отверстием слива сифона оставалось пространство высотой 10-20 мм (объем воды около 1000 см³). Затем присоединяют холодильник и сборник через трубку с шаровым расширением. В сборник предварительно наливают 100 см³ воды.

Когда аппарат для экстракции полностью собран, подключают охлаждение и электрический нагреватель. Мощность нагревания регулируют так, чтобы время между включением и прохождением первых пузырей толуола через фильтр составляло 20-30 мин и скорость обратного регулярного потока толуола составляла 50-70 капель в минуту в течение всего времени экстрагирования.

Экстрагирование проводят в течение 2 ч, начиная с момента прохождения первых пузырей через фильтр. При экстрагировании вода из сборника не должна попадать в другие части аппарата для экстракции.

Содержащуюся в перфораторе воду после охлаждения переливают через спускной кран в мерную колбу. Перфоратор промывают водой два раза по 200

см³ и сливают ее также в мерную колбу. Затем переливают раствор из сборника в мерную колбу и доводят водой до метки. Раствор перемешивают.

3.3.2. Из мерной колбы пипеткой отбирают 100 см³ раствора в коническую колбу для титрования, добавляют 50 см³ раствора йода и 20 см³ раствора гидроксида натрия. Колбу закрывают и на 15 мин ставят в темноту. Затем осторожно добавляют 10 см³ раствора серной кислоты. Раствор при этом должен приобрести темно-коричневый цвет. Выделившийся в результате этого избыточный йод титруют раствором серноватисто-кислого натрия в присутствии раствора крахмала в конце титрования до исчезновения окраски.

3.4. Проводят контрольное испытание по п.3.3, используя реактивы из той же партии и в тех же количествах, что и при испытании, но без испытуемых образцов.

3.5. При фотоколориметрическом способе из мерной колбы пипеткой отбирают две рабочие пробы объемом каждая. Значение выбирают из диапазона 0,2-3,0 см в зависимости от ожидаемого содержания формальдегида в плите или фанере так, чтобы оптическая плотность полученных фотоколориметрических растворов находилась на линейном участке калибровочного графика. Для плит с содержанием формальдегида 3-8 мг на 100 г плиты рекомендуется выбирать , равное 1 см . Раствор фотоколориметрического сравнения готовят смешиванием в пробирке 3 см дистиллированной или бидистиллированной воды и 7 см ацетилацетонового реактива.

Отобранные пробы объемом помещают в пробирки, добавляют в каждую пробирку 7 см ацетилацетонового реактива и доводят дистиллированной или бидистиллированной водой до объема 10 см , все перемешивают и нагревают в термостате в течение 30 мин. Затем охлаждают растворы до комнатной температуры и определяют их оптическую плотность по инструкции на спектрофотометр или электрофотоколориметр. Содержание формальдегида в пробе () в микрограммах определяют по калибровочному гра

фику.

3.6. Контрольные пробы () в микрограммах готовят и анализируют одновременно с рабочими пробами по п.3.5, используя 3 см³ объема контрольного раствора () по п.3.4.

Допускается применение одной и той же поправки для всей партии реактивов, но не более 0,1 мг в целом. Если используется такая поправка, то приготовление контрольной пробы аналогично приготовлению рабочих проб, но вместо раствора используется дистиллированная вода, взятая для проведения экстракции по п.3.3.1

3.7. Правила приготовления растворов и порядок построения калибровочного графика приведены в приложении

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Содержание формальдегида (X) в миллиграммах на 100 г абсолютно сухой древесностружечной плиты и фанеры вычисляют по формуле

$$X = \frac{3(V - V_1)(100 + W)}{m}$$

где V - объем раствора серноватистоокислого натрия концентрации точно c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)=0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование в контрольном испытании, см³;

V_1 - объем раствора серноватистоокислого натрия концентрации точно c ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)=0,01 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

W - влажность образцов, %;

m - масса испытываемых образцов, г.

Результат округляют до целого числа.

4.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое не менее двух титрований, расхождение между которыми не должно превышать 5 мг на 100 г абсолютно сухой плиты или фанеры. В противном случае титрование повторяют.

4.3*. Результаты испытания заносят в протокол или журнал испытаний, который должен содержать следующие данные:

наименование предприятия-изготовителя;

характеристику плит и связующего, способ производства, марку плит, вид поверхности, номинальную толщину, плотность;

влажность образцов в момент испытания, %;

содержание формальдегида, мг на 100 г абсолютно сухой плиты;

дату изготовления плит;

дату отбора образцов и проведения испытания;

наименование организации, проводившей испытание;

ссылку на настоящий стандарт.

* Изменением N 1 предлагается пункт 4.3 дополнить словами: "марку фанеры,

породу древесины, толщину, количество слоев, марку смолы, состав клея, вид поверхности"; после слов "плиты" и "плит" дополнить словом: "фанеры.

4.4. Содержание формальдегида, определенное фотоколориметрическим способом, ($X_{фк}$) в миллиграммах на 100 г абсолютно сухой плиты или фанеры вычисляют с точностью до 0,1 мг на 100 г плиты или фанеры по формуле

$$X_{фк} = \frac{2(C_x / V_x - C_0 / V_0)(100 + W)}{M}$$

где C_x - содержание формальдегида в рабочей пробе, определенное по калибровочному графику, мкг;

V_x - объем пробы рабочего раствора, см³;

C_0 - содержание формальдегида в контрольной пробе, определенное по калибровочному графику, мкг;

V_0 - объем пробы контрольного раствора, см³;

W - влажность образца, %;

M - масса анализируемого образца плиты или фанеры, г.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое значение не менее двух определений, разность между которыми не должна превышать 5% относительно наибольшего значения. В противном случае необходимо повторить операции по пп.3.5, 3.6, 4.3.

В протокол и журнал испытаний записывают следующее:

Испытания проведены с использованием ацетилацетонового реактива.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Рекомендуемое

1. Ацетилацетоновый реактив

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ помещают 150 г аммония уксуснокислого и добавляют 600-700 см³ дистиллированной воды. При постоянном перемешивании к этому раствору добавляют 2 см³ ацетилацетона, 3 см³ уксусной кислоты и затем доводят объем раствора в колбе водой до метки. Раствор тщательно перемешивают. Срок хранения реактива в закрытой посуде (колбе или бутылке) из темного стекла не более 6 мес.

2. Рабочий раствор формальдегида (10 мкг/см³)

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 1 см³ стандартного образца состава раствора формальдегида (1 мг/см³), доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Раствор устойчив в течение нескольких часов.

Для приготовления раствора с более низкой концентрацией рабочий раствор непосредственно перед употреблением разбавляют соответствующим количеством дистиллированной воды.

3. Калибровочные растворы формальдегида готовят в пробирках в соответствии с таблицей по три образца каждого раствора, кроме первого.

Шкала калибровочных растворов

Наименование раствора	Объем раствора, см ³			
	Номер раствора			
	1	2	3	4
Рабочий раствор формальдегида с концентрацией 10 мкг/см ³	0	0,2*	0,4**	1,0
Вода дистиллированная или бидистиллированная	3,0	2,8	2,6	2,0
Раствор ацетилацетонового реактива	7,0	7,0	7,0	7,0
Содержание формальдегида в пробе, мкг	0	2,0	4,0	10,0

* Допускается 1 см³ раствора с концентрацией 2 мкг/см³.

** Допускается 1 см³ раствора с концентрацией 4 мкг/см³.

Примечание. При таких заменах раствора в пробирки добавляют по 2 см³ дистиллированной воды, чтобы общий объем раствора составил 10 см³.

Пробирки закрывают пробками, перемешивают растворы и нагревают в термостате 30 мин. Затем охлаждают растворы до комнатной температуры и определяют их оптическую плотность по инструкции на спектрофотометр или электрофотокolorиметр.

По полученным результатам строят, используя метод наименьших квадратов и квадратичное (допускается линейное) приближение, калибровочный график зависимости содержания формальдегида в пробе (в микрограммах) от ее оптической плотности. Рекомендуются графическое и (или) аналитическое выражение указанной зависимости.

При необходимости испытаний продукции с большим содержанием формальдегида дополнительно приготавливают три пробирки, содержащие 20 мкг формальдегида (2 см³ рабочего раствора, 1 см³ дистиллированной воды и 7 см³ раствора ацетилацетонового реактива).

Построение калибровочного графика производят каждый раз при приготовлении ацетилацетонового реактива, ремонте или замене электрофотокolorиметра или смене кювет. Проверка калибровочного графика производится ежемесячно три раза по одной точке. Отклонение не должно превышать 5%. В противном случае проводят корректировку калибровочного графика, а при отклонении более чем на 10% калибровочный график признают негодным.
