



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЕДИНАЯ СИСТЕМА ЗАЩИТЫ ОТ КОРРОЗИИ И СТАРЕНИЯ

БУМАГА

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ГРИБОСТОЙКОСТИ

ГОСТ 9.801—82

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

Единая система защиты от коррозии и старения

БУМАГА

Методы определения грибостойкости

ГОСТ
9.801-82Unified system of corrosion and ageing protection.
Paper. Test methods by fungus resistanceПостановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 28 июня
1982 г. № 2558 срок введения установлен

с 01.07. 1983 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на бумагу, основу которой составляет целлюлоза, и устанавливает методы лабораторных испытаний на грибостойкость с использованием ферментных препаратов — грибных целлюлоз (в дальнейшем фермент).

Методы применяют для сравнительной оценки грибостойкости бумаги.

Сущность методов заключается в гидролизе целлюлозной основы бумаги ферментом в условиях, оптимальных для его действия, с последующей количественной оценкой изменения прочности бумаги на излом при многократных перегибах (метод 1) или по накоплению сахаров в растворе (метод 2).

Стандарт не распространяется на бумагу с биоцидной обработкой.

1. МЕТОД 1

1.1. Отбор листов бумаги для испытаний

1.1.1. Отбор листов проб бумаги производят по ГОСТ 8047-78.

1.1.2. Из листов проб вырезают два листа для испытаний и два контрольных листа каждого композиционного состава: для каждого варианта один лист в машинном направлении и один лист в поперечном. Размер одного листа (160 ± 10) мм \times (150 ± 5) мм. На каждый лист наносят обозначения, соответствующие вариантам испытаний.

1.1.3. Каждый лист для испытаний и контрольный взвешивают с погрешностью 0,1 г.

1.2. Аппаратура, материалы и реактивы

Термостат, обеспечивающий поддержание температуры $45 \pm 0,5^\circ\text{C}$ в рабочем объеме с допустимой погрешностью $\pm 2^\circ\text{C}$.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание температуры 120°C в рабочем объеме.

Холодильник бытовой электрический по ГОСТ 16317—76.

Весы технические или аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,1 г.

Аппарат для определения прочности бумаги на излом при многократных перегибах по ГОСТ 13525.2—80.

pH-метр лабораторный типа ЛПУ-01; pH-метр-милливольтметр pH-340 или другого типа с погрешностью измерения не более 0,05 pH.

Электроплитки бытовые по ГОСТ 306—76.

Термометры стеклянные технические по ГОСТ 2823—73.

Баня водяная лабораторная.

Кюветы эмалированные с крышками.

Пинцеты медицинские по ГОСТ 21241—77.

Цилиндры и колбы мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 1770—74.

Ступки лабораторные фарфоровые по ГОСТ 9147—80.

Натрий уксуснокислый 3-водный по ГОСТ 199—78, ч. д. а.

Кислота уксусная по ГОСТ 61—75, х.ч.

Препарат ферментный целлюлоза с удельной активностью 75—100 ед/г.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77, ч.

Колбы стеклянные лабораторные по ГОСТ 10394—72.

1.3. Подготовка к испытаниям

1.3.1. Посуду для испытаний тщательно моют, 2—3 раза ополаскивают дистиллированной водой. Новую посуду моют водой с любым моющим средством при температуре $(60 \pm 10)^\circ\text{C}$. После этого посуду погружают на 20 мин в 2%-ный раствор соляной кислоты, промывают дистиллированной водой. Посуду сушат в сушильном шкафу при температуре $(100 \pm 20)^\circ\text{C}$ в течение (30 ± 10) мин.

1.3.2. Готовят ацетатный буфер по обязательному приложению 1.

1.3.3. Готовят 1%-ный раствор фермента. Для этого навеску фермента в количестве 10 г растирают в ступке с небольшим объемом ацетатного буфера. Затем содержимое ступки количественно переносят в мерную колбу или цилиндр и доводят объем ацетатным буфером до 1000 см³. Образование пены не допускается.

Раствор фермента готовят непосредственно перед проведением испытаний.

1.3.4. Ферментный препарат до использования хранят в холодильнике при температуре $(0 \pm 4)^\circ\text{C}$.

1.4. Проведение испытаний

1.4.1. Раствор фермента, приготовленного по п. 1.3.3, и ацетатного буфера, приготовленного по обязательному приложению 1, нагревают в колбах до 45°C и наливают в кюветы.

1.4.2. Листы для испытаний помещают в кювету с 1%-ным раствором фермента, контрольные листы — в кювету с ацетатным буфером. Кюветы закрывают крышками и немедленно ставят в термостат, нагретый до 45°C .

Расход 1%-ного раствора фермента и ацетатного буфера на (50 ± 1) г листов бумаги для испытаний составляет по (1000 ± 10) см².

Воздействию фермента и ацетатного буфера в одной кювете могут подвергаться листы для испытаний из бумаги разной композиции.

1.4.3. Кюветы выдерживают в термостате в течение 4 ч при 45°C . Отсчет времени испытаний ведут с момента погружения листов в растворы.

1.4.4. Кюветы вынимают из термостата. Листы для испытаний и контрольные листы осторожно извлекают пинцетом из растворов, помещают отдельно в кюветы с дистиллированной водой и промывают 3—4 раза. Воду сливают, листы раскладывают в один ряд на поверхности фильтровальной бумаги и высушивают на воздухе в течение 6 ч. Затем все листы кондиционируют по ГОСТ 13523—78.

1.4.5. Образцы для испытаний прочности на излом при многократных перегибах вырезают по ГОСТ 13525.2—80 из листов для испытаний и из контрольных листов.

1.4.6. Определение прочности на излом при многократных перегибах производят в соответствии с требованиями ГОСТ 12525.2—80.

1.5. Обработка результатов

1.5.1. Значение потери прочности на излом по числу двойных перегибов бумаги, обработанной ферментом, по отношению к бумаге, обработанной ацетатным буфером, X в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \left(1 - \frac{a + a_1}{a + a_1} \right) \cdot 100,$$

где a — прочность на излом в машинном направлении образцов бумаги, вырезанных из листов для испытаний, число двойных перегибов;

- d_1 — прочность на излом в поперечном направлении образцов бумаги, вырезанных из листов для испытаний, число двойных перегибов;
- b — прочность на излом в машинном направлении образцов бумаги, вырезанных из контрольных листов, число двойных перегибов;
- b_1 — прочность на излом в поперечном направлении образцов бумаги, вырезанных из контрольных листов, число двойных перегибов.

1.5.2. Грибостойкость бумаги оценивают по значению потери прочности на излом:

- до 30% — высокая,
- от 31 до 50% — средняя,
- от 51 до 75% — низкая,
- 76% и выше — очень низкая.

2. МЕТОД 2

2.1. Отбор образцов

2.1.1. Образцы бумаги вырезают в форме дисков диаметром $(7 \pm 0,2)$ мм из листов пробы, отобранной по ГОСТ 8047—78.

2.1.2. Делают не менее шести навесок образцов бумаги каждого композиционного состава по $(0,125 \pm 0,002)$ г; три навески для испытаний и три контрольных навески.

2.2. Аппаратура, материалы и реактивы

2.2.1. Аппаратура, материалы и реактивы по п. 1.2.

Весы аналитические с погрешностью взвешивания не более 0,001 г.

Пробирки стеклянные по ГОСТ 10515—75.

Пипетки мерные лабораторные стеклянные по ГОСТ 20292—74.

Воронки Бюхнера по ГОСТ 9147—80.

Пробки укупорочные корковые по ГОСТ 5541—76.

Препарат ферментный, целлюлаза с удельной активностью не менее 300 ед/г, в 1%-ном растворе которого содержится не более 0,02 мг/см³ сахаров.

2.3. Подготовка к испытаниям

2.3.1. Посуду, применяемую для испытаний, обрабатывают в соответствии с требованиями п. 1.3.1.

2.3.2. Готовят ацетатный буфер по обязательному приложению 1.

2.3.3. Готовят 0,01%-ный раствор фермента. Для этого навеску фермента в количестве 0,01 г растирают в ступке с небольшим объемом ацетатного буфера. Затем содержимое ступки количественно переносят в мерную колбу и доводят объем ацетатным буфером до 100 см³. Образование пены не допускается.

Раствор фермента готовят непосредственно перед проведением испытаний.

2.3.4. Ферментный препарат до использования хранят в соответствии с требованиями п. 1.3.4.

2.4. Проведение испытаний

2.4.1. В три пробирки наливают пипеткой по 5 см³ ацетатного буфера, в три другие — по 5 см³ 0,01%-ного раствора фермента, нагретых до температуры 45°C.

2.4.2. В пробирки с раствором фермента помещают навески образцов для испытаний по п. 2.1.2; в пробирки с ацетатным буфером помещают контрольные навески образцов. Пробирки закрывают корковыми пробками и немедленно помещают в термостат, нагретый до 45°C.

2.4.3. Пробирки выдерживают в термостате в течение 4 ч. Отсчет времени испытаний ведут с момента погружения образцов бумаги в растворы.

2.4.4. В течение экспозиции пробирки 3—4 раза вынимают из термостата и перемешивают их содержимое.

2.4.5. По окончании испытаний пробирки извлекают из термостата, образцы бумаги отфильтровывают через воронку Бюхнера. Образцы бумаги, не извлекая из воронки, 2—3 раза промывают отфильтрованной жидкостью до получения прозрачного фильтрата. В фильтрате определяют количество сахаров по обязательному приложению 2.

2.5. Обработка результатов

2.5.1. Количество сахаров, высвободившихся в результате ферментативного гидролиза целлюлозы, вычисляют по разнице содержания в пробирках с образцами для испытаний и с контрольными образцами.

2.5.2. Грибостойкость бумаги оценивают по накоплению сахаров:

- до 0,06 мг/см³ — высокая,
- от 0,07 до 0,10 мг/см³ — средняя,
- от 0,11 до 0,14 мг/см³ — низкая,
- 0,15 мг/см³ и выше — очень низкая.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Обязательное

ПРИГОТОВЛЕНИЕ АЦЕТАТНОГО БУФЕРА

1. Аппаратура, материалы и реактивы — по разд. 1.2.
2. Готовят 0,2 М раствор уксусной кислоты. Для этого 4,8 г ледяной уксусной кислоты растворяют в 400 см³ дистиллированной воды.
3. Готовят 0,2 М раствор уксуснокислого натрия. Для этого 21,76 г уксуснокислого натрия растворяют в 800 см³ дистиллированной воды.
4. Растворы, приготовленные по пп. 2 и 3, соединяют в соотношении 3:7. Для этого 300 см³ раствора уксусной кислоты приливают к 700 см³ раствора уксуснокислого натрия.
5. Ацетатный буфер должен иметь рН $5 \pm 0,05$. Для корректировки значения рН используют избыточные объемы растворов.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Обязательное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ САХАРОВ ПО МЕТОДУ ШОМОДИ—НЕЛЬСОНА

Сущность метода заключается в колориметрическом определении сахаров по калибровочной кривой, построенной по растворам глюкозы.

1. Аппаратура, материалы и реактивы

- 1.1. Аппаратура, материалы и реактивы по п. 2.2 настоящего стандарта. Колориметр фотоэлектрический лабораторный по ГОСТ 12083—78.
- Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165—78, ч.д.а.
- Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201—79, ч.д.а.
- Натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79, ч.д.а.
- Калий-натрий виннокислый 4-водный по ГОСТ 5845—79, ч.д.а.
- Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76, ч.д.а.
- Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765—78, ч.д.а.
- Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч.д.а.
- Натрий мышьяковокислый, ч.
- Глюкоза кристаллическая гидратная по ГОСТ 975—75, ч.д.а.
- Лед.

2. Приготовление раствора Шомоди

- 2.1. Раствор Шомоди представляет собой смесь трех растворов: А, Б и В.
- 2.2. Для приготовления раствора А 10 г сернокислой меди растворяют в 90 см³ дистиллированной воды.
- 2.3. Для приготовления раствора Б 24 г натрия углекислого безводного и 12 г калия-натрия виннокислого растворяют в 250 см³ дистиллированной воды, затем

при перемешивании последовательно вносят 40 см³ раствора А и 16 г кислого углекислого натрия.

2.4. Для приготовления раствора В 18 г сернокислого безводного натрия растворяют в 500 см³ горячей дистиллированной воды и кипятят в течение 40 мин на электроплитке. Раствор охлаждают до комнатной температуры.

2.5. Растворы В и С соединяют и доводят объем дистиллированной водой до 1000 см³ в мерном цилиндре. Если образуется осадок, его отфильтровывают. Готовый раствор Шомоди хранят в емкости из темного стекла в защищенном от света месте.

3. Приготовление раствора Нельсона

3.1. Раствор Нельсона представляет собой смесь двух растворов: Г и Д.

3.2. Для приготовления раствора Г 3 г мышьяковокислого натрия растворяют в 25 см³ дистиллированной воды.

3.3. Для приготовления раствора Д 25 г молибденовокислого аммония растворяют в 450 см³ дистиллированной воды.

3.4. Перемешивая, к раствору Д добавляют 21 см³ концентрированной серной кислоты, раствор Г.

Раствор Нельсона выдерживают в термостате при температуре 55°C в течение (25±1) мин.

Готовый раствор Нельсона хранят в емкости из темного стекла в защищенном от света месте.

4. Определение сахаров

4.1. Определение сахаров проводят на фотоэлектрическом колориметре при длине волны 0,508 м.

4.2. Для определения сахаров готовят опытный раствор. Для этого отбирают 1 см³ фильтрата по п. 2.4.5. К нему приливают 1 см³ раствора Шомоди и кипятят 15 мин на водяной бане. Затем смесь быстро охлаждают на ледяной бане. К 2 см³ этой смеси добавляют 1 см³ раствора Нельсона и доводят объем дистиллированной водой до 10 см³. Раствор тщательно перемешивают.

4.3. Контрольный раствор готовят по п. 4.2 настоящего приложения, заменяя фильтрат дистиллированной водой.

4.4. При оптической плотности раствора выше 0,5 определение повторяют с большим разведением.

4.5. Количество сахаров определяют по калибровочной кривой, построенной по растворам глюкозы.

Редактор Т. В. Смыка

Технический редактор Л. В. Вейнберг

Корректор М. М. Герасименко