

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЕЩЕСТВ,
РАСТВОРИМЫХ В 10 И 18 %-НЫХ РАСТВОРАХ ГИДРООКИСИ
НАТРИЯ**

Издание официальное

БЗ 5—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ЦЕЛЛЮЛОЗА

ГОСТ
9597—76***Метод определения массовой доли веществ, растворимых
в 10 и 18 %-ных растворах гидроокиси натрия**Pulp.
Method for determining fraction of total mass of substances
in sodium tydroxide solutions of 10 % and 18 %Взамен
ГОСТ 9597—73

ОКСТУ 5409

**Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 28 сентября 1976 г. № 2226
срок действия установлен**с 01.07.77**Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации,
метрологии и сертификации (ИУС 11—95)**

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу и устанавливает метод определения веществ, растворимых в 10 и 18 %-ных растворах гидроокиси натрия.

Сущность метода заключается в обработке целлюлозы 10 и 18 %-ными растворами гидроокиси натрия и окислении растворенных органических веществ двухромовокислым калием.

Избыток двухромовокислого калия определяют объемно-аналитическим методом титрованием солью Мора в присутствии индикатора ферроина.

Стандарт соответствует МС ИСО 692—82 в части используемых реагентов для титрования, применяемой аппаратуры, проведения процесса обработки целлюлозы щелочью и процесса фильтрования целлюлозной суспензии.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 7004—93.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения испытания должны применять:

мешалку лабораторную стандартную СЛМ-1500 (см. чертеж);

термостат для поддержания температуры $(20 \pm 0,2)$ °С;

насос водоструйный по ГОСТ 25336—82 или насос вакуумный;

весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью не более 0,0002 г по ГОСТ 24104—88;

секундомер СОПр;

колбу для фильтрования под вакуумом 1—250 или 1—500 по ГОСТ 25336—82;

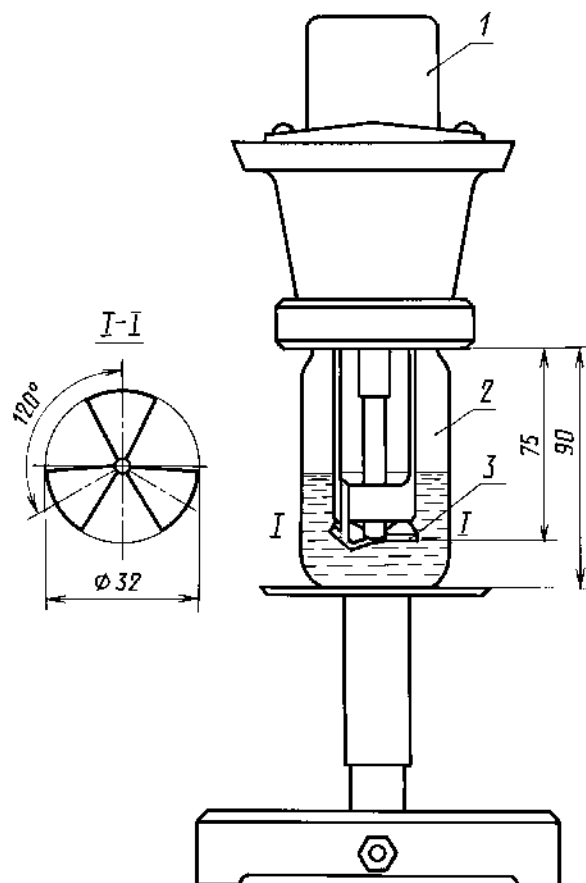
склянку промежуточную по ГОСТ 25336—82;

воронки фильтрующие типа ФКП-40ПОР100 по ГОСТ 25336—82;

Издание официальное**Перепечатка воспрещена**

**Переиздание (ноябрь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в августе 1982 г.,
сентябре 1986 г. (ИУС 11—82, 12—86)*

© Издательство стандартов, 1976
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями



1 — двигатель; 2 — стакан; 3 — крыльчатка

сосуд реакционный широкогорлый, толстостенный стеклянный, вместимостью 200—250 см³;
 бюретки 1—1—50—0,1 по НТД;
 пипетки 6,7—1—10, 2—1—25 по НТД;
 цилиндры 1—50, 1—100, 1—250 по ГОСТ 1770—74;
 колбы 2—1000 по ГОСТ 1770—74;
 колбы Кн-2—250 ТХС по ГОСТ 25336—82;
 натрия гидроокись по ГОСТ 4328—77, ч.д.а.; (10,00±0,15) %-ный (по массе) — 110,9 г/дм³ и
 (18,00±0,15) %-ный раствор (по массе) — 215,5 г/дм³;

раствор гидроокиси натрия, свободный от карбонатов, готовят по ГОСТ 4517—87. Концентрацию раствора гидроокиси натрия устанавливают титрованием с фенолфталеином и метиловым оранжевым. При расчете учитывают только массовую долю гидроокиси натрия. Пробы растворов для титрования отбирают весовым методом.

Результаты анализов и расчеты разбавления выражают в массовых долях, в процентах.

Примечание. Под массовой долей понимают долю компонента в смеси, выраженную в долях единицы или в процентах.

кислоту серную концентрированную по ГОСТ 4204—77, ч.д.а.;

калий двухромовокислый по ГОСТ 4220—75, ч.д.а., раствор концентрации $c(\frac{1}{6} K_2Cr_2O_7) = 0,4$ моль/дм³ (0,4 н.); готовят следующим образом: в мерной колбе вместимостью 1000 см³ растворяют приблизительно в 500 см³ дистиллированной воды 20 г двухромовокислого калия, добавляют 150 см³ концентрированной серной кислоты, охлаждают до (20,0±0,2) °С и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки;

соль закиси железа и аммония двойная серноокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, х.ч., раствор концентрации $c(NH_4)_2SO_4FeSO_4 \cdot 6H_2O = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.); готовят следующим образом:

около 40 г голубовато-зеленых (без бурой побежалости) кристаллов соли Мора растворяют в 500 см³ воды, к которой прибавлено 10 см³ концентрированной серной кислоты. Затем разбавляют водой до 1000 см³ и, в случае необходимости, фильтруют. Раствор соли Мора нестойкий. Следует ежедневно определять поправочный коэффициент к нормальности раствора контрольными анализами (см. приложение);

ферроин — 2 %-ный раствор индикатора; готовят следующим образом: 1,5 г о-фенантролина моногидрата или 1,6 г солянокислого о-фенантролина, ч.д.а., смешивают в ступке с 0,7 г закисного сернокислого железа по ГОСТ 4148—78, х.ч., и растворяют в 100 см³ воды. Раствор индикатора может храниться длительное время;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, х.ч., раствор концентрации $c(^{1/5} \text{KMnO}_4) = 0,1$ моль/дм³ (0,1 н.), приготовленный по ГОСТ 25794.2—83;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80, ч.д.а.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовка проб целлюлозы должна проводиться по ГОСТ 19318—73, разд. 4.

При испытании образцов целлюлозы, обработанной поверхностно-активными веществами (ПАВ), пробы нарезают из полос, не обработанных ПАВ.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Около 1,5 г воздушно-сухой целлюлозы, взвешенной с точностью до 0,0001 г, помещают в реакционный сосуд. Отмеряют цилиндром 100 см³ раствора гидроокиси натрия с температурой (20±0,2) °С и наливают в сосуд с навеской целлюлозы. В отдельной пробе определяют влажность целлюлозы по ГОСТ 16932—93.

Сосуд с раствором гидроокиси натрия и целлюлозы помещают в термостат с температурой (20±0,2) °С. В течение 2 мин навеска целлюлозы набухает в растворе гидроокиси натрия, затем сосуд устанавливают на мешалку и перемешивают суспензию целлюлозы в течение 3 мин до полного разделения на волокна. При недостаточном разделении целлюлозы на волокна допускается увеличивать время перемешивания до полного разделения на волокна.

Мешалку останавливают, вынимают из сосуда (небольшим количеством волокон на пропеллере мешалки можно пренебречь), сосуд закрывают крышкой, помещают в термостат при температуре (20±0,2) °С и выдерживают в нем в течение 60 мин, считая с начала обработки целлюлозы щелочью.

Образовавшуюся суспензию перемешивают стеклянной палочкой. Затем примерно 20 см³ этой суспензии фильтруют при медленном отсасывании через стеклянный фильтр до исчезновения капель на кончике воронки. Полученный фильтрат отбрасывают. Фильтр с образовавшимся слоем волокна переносят на чистую колбу и при включенном вакууме через него медленно фильтруют последующие порции суспензии, не допуская прососа воздуха через слой волокна на фильтре.

Пипеткой отбирают 10 см³ фильтрата, переносят в коническую термостойкую колбу вместимостью 250 см³. Добавляют пипеткой 10 см³ раствора двуххромовокислого калия и осторожно, вращая колбу, добавляют из цилиндра 30 см³ концентрированной серной кислоты. Колбу со смесью оставляют стоять 10 мин для завершения реакции окисления и затем охлаждают под струей воды до комнатной температуры. К охлажденному раствору добавляют 50 см³ дистиллированной воды и опять охлаждают.

Затем раствор титруют 0,1 моль/дм³ раствором соли Мора. К концу титрования (переход окраски раствора от желтого к зеленому) добавляют пять-шесть капель ферроина и титруют до появления темно-красного окрашивания раствора.

Параллельно в тех же условиях проводят контрольный опыт, используя 10 см³ соответствующего раствора гидроокиси натрия вместо фильтрата.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).