

10070-74

Ч. 1, 2, 3, 4+

НИФТР И СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ
РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЦЕЛЛЮЛОЗА И ПОЛУЦЕЛЛЮЛОЗА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТЕПЕНИ ДЕЛИГНИФИКАЦИИ

ГОСТ 10070—74

Издание официальное



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

ЦЕЛЛЮЛОЗА И ПОЛУЦЕЛЛЮЗА

Метод определения степени делигнификации

Pulp and semi-pulp.
Method for the determination of
degree of delignification

ГОСТ

10070-74*

Взамен
ГОСТ 10070-62

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров ССР от 9 января 1974 г. № 63 срок введения установлен

с 01.01. 1975 г.

Проверен в 1979 г. Срок действия продлен

до 01.01. 1985 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

продлен до 01.01.90 ИУС 9-84

Настоящий стандарт распространяется на все виды небеленых и полубеленых целлюлоз и полуцеллюлоз с выходом до 70% и устанавливает метод определения относительной степени делигнификации.

Метод основан на определении расхода 0,1 н. раствора марганцовокислого калия на обработку 1 г абсолютно сухой целлюлозы (полуцеллюлозы) в условиях, установленных настоящим стандартом. В стандарте учтены рекомендации СЭВ по стандартизации РС 553-66 и ИСО Р 302.

1. ОТБОР ПРОБ

Отбор средней пробы должен производиться по ГОСТ 7004-78 (СТ СЭВ 445-77).

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА И РЕАКТИВЫ

Для проведения испытаний должны применяться следующие аппаратура, посуда и реактивы:

гидроразбиватель с частотой вращения 7000—8000 об/мин;

электромешалка лабораторная конструкции УкрНИИБ СЛМ-2 с набором реакционных стаканов вместимостью 500, 1000 и 1500 мл; секундомер по ГОСТ 5072-79;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

* Переиздание (декабрь 1979 г.) с изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1975 г., ноябре 1979 г. (ИУС 5-1975 г., 12-1979 г.).

© Издательство стандартов, 1980

весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г по ГОСТ 19491—74;

термометр со шкалой до 100°C с ценой деления 0,1°C по ГОСТ 2823—73;

пипетки по ГОСТ 20292—74 вместимостью 20, 50, 100 мл;

цилиндры измерительные по ГОСТ 1770—74 вместимостью 25, 50, 100, 500, 1000 мл;

бюretки по ГОСТ 20292—74 вместимостью 10 и 50 мл;

воронка Бюхнера № 3 по ГОСТ 9147—73;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, ч. д. а., $0,1 \pm 0,0005$ н. и $0,05 \pm 0,0005$ н. растворы;

натрий серноватистокислый по СТ СЭВ 223—75, ч. д. а., $0,2 \pm 0,005$ н. и $0,05 \pm 0,0005$ н. растворы;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч. д. а., 4 н. раствор;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74, ч. д. а., 1 М раствор;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, 0,5%-ный раствор;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Среднюю пробу целлюлозы (полуцеллюлозы) подготавливают по ГОСТ 19318—73, разд. 4.

Из подготовленной средней пробы целлюлозы (полуцеллюлозы) берут навеску массой от 0,1 до 10 г с таким расчетом, чтобы расход марганцовокислого калия составлял примерно $50 \pm 20\%$ от заданного на реакцию.

При анализе влажной целлюлозной массы готовят отливку на воронке Бюхнера с полотняным фильтром.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Подготовленную навеску целлюлозы разбивают в 270 мл дистиллированной воды в гидроразбивателе до исчезновения комочеков, избегая разрезания волокон. Полученную массу переносят в реакционный стакан вместимостью 1000 мл. Сосуд, в котором разбивали массу, тщательно ополаскивают 100 мл дистиллированной воды, которую также выливают в реакционный стакан. Пробу целлюлозы в реакционном стакане размешивают мешалкой до исчезновения комочеков массы. Не прерывая размешивания массы, приливают к ней смесь, состоящую из 50 мл 0,1 н. раствора марганцовокислого калия и 50 мл 4 н. раствора серной кислоты, предварительно отмеренные в стакан. Стакан из-под смеси ополаскивают 30 мл дистиллированной воды, которую выливают также в реакционный стакан. Общий объем жидкости в реакционном стакане должен быть 1000 мл.

кане должен составлять 500 мл. Через 5 мин с момента приливания смеси замеряют температуру реакционной смеси. Реакция должна протекать при температуре $25 \pm 5^\circ\text{C}$.

Через 10 мин от начала реакции в реакционный стакан добавляют из мерного цилиндра 10 мл 1 М раствора йодистого калия для прекращения реакции окисления лигнина. Не прерывая размешивания, выделившийся свободный йод титруют 0,2 н. раствором серноватистокислого натрия до соломенного цвета, затем добавляют 5—10 капель 0,5%-ного раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания смеси.

Параллельно определяют расход раствора серноватистокислого натрия на титрование холостой пробы. Для этого в реакционный стакан наливают 370 мл дистиллированной воды и смесь, состоящую из 25 мл 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, точно 25 мл дистиллированной воды и 50 мл 4 н. раствора серной кислоты, предварительно отмеренные в стакан. Стакан из-под смеси ополаскивают 30 мл дистиллированной воды, которую также выливают в реакционный стакан. Затем сразу добавляют 10 мл 1 М раствора йодистого калия и при непрерывном перемешивании оттитровывают выделившийся йод серноватистокислым натрием.

Температура реакции при определении холостой пробы должна быть $25 \pm 5^\circ\text{C}$.

4.2. При испытании полуцеллюлозы берут 100 мл 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, 100 мл 4 н. раствора серной кислоты и 20 мл 1 М раствора йодистого калия. Общий объем жидкости должен составлять 1000 мл. Остальные условия сохраняются неизменными.

При определении расхода раствора серноватистокислого натрия на титрование холостой пробы берут 50 мл 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, точно 50 мл дистиллированной воды и 100 мл 4 н. серной кислоты.

4.3. При испытании целлюлоз с небольшим содержанием лигнина на подготовленную навеску целлюлозы разбивают в 100 мл дистиллированной воды в гидроразбивателе до исчезновения комочеков, избегая разрезания волокон. Полученную массу переносят в реакционный стакан вместимостью 500 мл. Сосуд, в котором разбивали массу, тщательно ополаскивают 30 мл дистиллированной воды, которую также выливают в реакционный стакан.

Пробу целлюлозы в реакционном стакане размешивают мешалкой до исчезновения комочеков массы. Не прерывая размешивания массы, приливают к ней смесь, состоящую из 20 мл 0,05 н. раствора марганцовокислого калия и 20 мл 4 н. раствора серной кислоты, предварительно отмеренные в стакан. Стакан из-под смеси ополаскивают 30 мл дистиллированной воды, которую выливают также в реакционный стакан. Общий объем жидкости в реакцион-