

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й   С Т А Н Д А Р Т**

---

# **ЦЕЛЛЮЛОЗА**

## **МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ПЕНТОЗАНОВ**

Издание официальное

БЗ 6—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й     С Т А Н Д А Р Т****ЦЕЛЛЮЛОЗА****Метод определения массовой доли пентозанов**Pulp. Method for determination of pentosans  
fraction of total mass**ГОСТ  
10820—75**

ОКСТУ 5409

Дата введения **01.01.91**

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу и устанавливает метод определения массовой доли пентозанов.

Метод основан на образовании фурфурола из пентозанов при обработке целлюлозы раствором с массовой долей соляной кислоты 13 % при нагревании и определении отогнанного фурфурола спектрофотометрическим методом.

Применение метода предусматривается в стандартах на продукцию, устанавливающих технические требования на нее.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

**1. ОТБОР ПРОБ**

1.1. Отбор пробы целлюлозы — по ГОСТ 7004.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

**2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ**

2.1. Для проведения испытания применяют следующие приборы, посуду, реактивы и растворы: фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, обеспечивающий возможность работы при эффективной длине волны 630 нм;

плитку нагревательную с регулируемым нагревом по ГОСТ 14919;

баню с глицерином или другой жидкостью, обеспечивающую необходимую температуру нагрева;

шкаф сушильный вакуумный;

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

термостат;

установку стеклянную для гидролиза пентозанов и отгона фурфурола (см. чертеж), состоящую из следующих частей: круглодонной колбы вместимостью 500 см<sup>3</sup>, к горлышку которой пришлифована насадка с вмонтированной капельной воронкой, трубка которой опущена в колбу на 85—90 мм, и трубкой, пришлифованной другим концом к холодильнику;

холодильник ХПТ-2—400—29/23 ХС или ХПТ-2—600—29/23 ХС по ГОСТ 25336;

цилиндр 1—250 по ГОСТ 1770;

колбы 2—250—2 и 2—1000—2 по ГОСТ 1770;

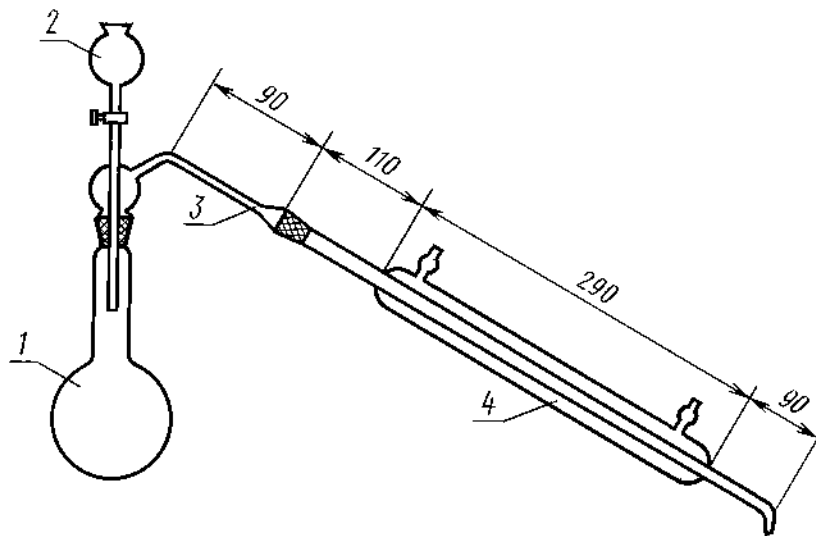
цилиндр 1—50 или 3—50 по ГОСТ 1770;

пипетки 1—2—5 или 2—2—5, или 3—2—5, или 4—2—5, или 5—2—5, или 6—2—5; 1—2—10 или 2—2—10, или 3—2—10, или 4—2—10, или 5—2—10, или 6—2—10; 2—2—20; 2—2—25; 2—2—50; 2—2—100 по НТД;

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1975  
© ИПК Издательство стандартов, 1999  
Переиздание с Изменениями



1 — круглодонная колба емкостью 500 см<sup>3</sup>; 2 — капельная воронка; 3 — трубка;  
4 — холодильник

колбу типа К<sub>ц</sub>-100—14/23 и колбу типа К-1—500—29/32 по ГОСТ 25336;

термометр технический со шкалой до 200 °С по ГОСТ 28498;

термометр со шкалой до 100 °С по ГОСТ 28498;

кислоту соляную по ГОСТ 3118, ч. д. а., раствор концентрации  $c$  (HCl) =  $(9,5 \pm 0,05)$  моль/дм<sup>3</sup>  $(9,5 \pm 0,05)$  н.; готовят по ГОСТ 25794.1 со следующими дополнениями: объем концентрированной соляной кислоты, необходимый для приготовления 1 дм<sup>3</sup> раствора, при  $d = 1,174$  г/см<sup>3</sup> равен 855 см<sup>3</sup>, при  $d = 1,188$  г/см<sup>3</sup> равен 807,5 см<sup>3</sup>; и раствор с массовой долей соляной кислоты 13 %;

железо хлорное по ГОСТ 4147, ч. д. а., раствор с массовой долей хлорного железа 2 %;

раствор орси́на готовят следующим образом: массу  $(0,400 \pm 0,025)$  г орси́на растворяют в  $(9,5 \pm 0,05)$  моль/дм<sup>3</sup>  $(9,5 \pm 0,05)$  н. растворе соляной кислоты, добавляют 1 см<sup>3</sup> раствора хлорного железа и доводят объем раствора в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> до метки (срок хранения три недели);

спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962 или спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300;

натрий хлористый по ГОСТ 4233, ч. д. а.;

Д-ксилоза, ч;

раствор ксилозы: для приготовления раствора ксилозы взвешивают  $(2,2727 \pm 0,0001)$  г Д-ксилозы, высушенной до постоянной массы при температуре  $(60 \pm 2)$  °С в вакуумном сушильном шкафу и растворяют в растворе с массовой долей соляной кислоты 13 %, доводя объем раствора в мерной колбе вместимостью 1000 см<sup>3</sup> до метки.

глицерин по ГОСТ 6259, технический;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 2, 3).**

### 3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Отобранную объединенную пробу подготавливают по ГОСТ 19318, разд. 4.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

3.2. Масса навески воздушно-сухой целлюлозы для определения пентозанов, взвешенной с погрешностью не более 0,0002 г, для образцов, с массовой долей пентозанов свыше 2 %, должна быть 1 г, для образцов с массовой долей пентозанов 2 % и менее — 3 г.

При массовой доле пентозанов менее 0,4 % необходимо увеличить массу навески до 5 г или увеличить объем дистиллята для определения оптической плотности до 10 см<sup>3</sup>.

В этом случае полученный результат после расчета массовой доли пентозанов следует уменьшить в два раза.

Для построения градуировочного графика готовят серию из десяти растворов ксилозы, соответствующих массе пентозанов в пробе от 10 до 100 мг.

Коэффициент перевода безводной ксилозы в пентозаны 0,88.

Для получения пробы, соответствующей массе 10 мг пентозанов, требуется отобрать такое количество раствора ксилозы, чтобы в нем содержалось  $\frac{10}{0,88} = 11,4$  мг безводной ксилозы, что соответствует  $\frac{11,4 \cdot 1000}{2,2727 \cdot 1000} = 5$  см<sup>3</sup> (см. таблицу).

Номер пробы	Масса пентозанов в пробе, мг	Объем раствора, см <sup>3</sup>
1	10	5
2	20	10
3	30	15
4	40	20
5	50	25
6	60	30
7	70	35
8	80	40
9	90	45
10	100	50

Каждый из десяти подготовленных растворов ксилозы подвергают дистилляции и фотометрированию по п. 4.1 в тех же условиях, которые рекомендуются для анализа целлюлозы.

По полученным показателям оптической плотности строят градуировочные графики зависимости оптической плотности от массы пентозанов в пробе. Величину оптической плотности откладывают на оси ординат, а соответствующие этим величинам массы пентозанов в пробе — на оси абсцисс.

Градуировочный график проверяют при замене прибора или орсина.

**(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

3.3. Влажность испытуемого образца целлюлозы определяют в отдельной навеске по ГОСТ 16932.

**(Введен дополнительно, Изм. № 2).**

#### 4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Навеску целлюлозы помещают в круглодонную колбу. Туда же насыпают 20 г хлористого натрия и с помощью мерного цилиндра наливают 100 см<sup>3</sup> раствора с массовой долей соляной кислоты 13 %.

Круглодонную колбу помещают в баню с глицерином и присоединяют к установке. При этом уровень глицерина следует поддерживать на 1,5—2,0 см выше уровня жидкости в колбе.

В глицериновой бане укрепляют термометр. Установку помещают в вытяжной шкаф.

Сбор дистиллята следует производить в мерный стакан или цилиндр, помещенный для охлаждения в кристаллизатор с холодной водой.

Нагревание глицериновой бани регулируется. Температуру глицерина необходимо поддерживать 164—166 °С. При этом отгонка дистиллята должна происходить со скоростью 30 см<sup>3</sup> в течение 10 мин. После отгонки каждые 30 см<sup>3</sup> из капельной воронки в круглодонную колбу приливают по 30 см<sup>3</sup> раствора с массовой долей соляной кислоты 13 %.

Отгоняют 225 см<sup>3</sup> дистиллята.

После окончания отгонки дистиллят из мерного стакана переносят в мерную колбу вместимостью 250 см<sup>3</sup>, стакан ополаскивают небольшим количеством раствора с массовой долей соляной кислоты 13 % и объем в колбе доводят до метки раствором той же кислоты.

Колбу закрывают пробкой и содержимое в колбе тщательно перемешивают.

После перемешивания отбирают пипеткой 5 см<sup>3</sup> раствора и переносят в колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Туда же пипеткой с помощью резиновой груши вносят 25 см<sup>3</sup> раствора орсина, затем колбу закрывают пробкой и содержимое колбы перемешивают и выдерживают в течение 50 мин при (20 ± 0,5) °С.

Через 50 мин к содержимому в колбе приливают пипеткой 20 см<sup>3</sup> этилового спирта. После перемешивания содержимое колбы слегка охлаждают и выдерживают при (20 ± 0,5) °С в течение 10—15 мин.

Одновременно таким же способом готовят контрольную пробу, в которой анализируемый раствор заменяют 5 см<sup>3</sup> раствора с массовой долей соляной кислоты 13 %. Выдерживают контрольную пробу вместе с испытуемыми пробами.