ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЦЕЛЛЮЛОЗА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ АЛЬФА-ЦЕЛЛЮЛОЗЫ

ГОСТ 6840—78



Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.728 : 543.06 : 006.354 Группа К59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦЕЛЛЮЛОЗА

Метод определения содержания альфа-целлюлозы

Cellulose.
Method for determination of α-cellulose content

ГОСТ 6840—78*

Взамен ГОСТ 6840—54, кроме разд. II

ОКП 54100

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 23 февраля 1978 г. № 535 срок введения установлен

с 01.01.79

Постановлением Госстандарта от 08.02.83 № 691 срок действия продлен

до 01.01.94

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу и устанавливает метод количественного определения содержания альфа-целлюлозы.

Сущность метода заключается в обработке целлюлозы 17,5%-ным раствором натрия гидроокиси и количественном определении нерастворившегося остатка после промывки 9,5%-ным раствором натрия гидроокиси водой и высушивания.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 7004—78.
(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытания должны применяться:
термостат для поддержания температуры 20,0±0,2°С;
шкаф сушильный с естественной циркуляцией воздуха, обеспечивающий автоматическое регулирование температуры от 10 до 200°С;
лампа инфракрасного излучения типа ЗИ-8,500 Вт по ГОСТ 13874—76;

Издание официальное Перепечатка воспрещена

* *Переиздание сентябрь 1983 г. с Изменением № 1, утвержденным в феврале 1983 г. (ИУС 5—83).*

© Издательство стандартов, 1984

весы лабораторные рычажные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г по ГОСТ 24104—80;

колба для вакуумного фильтрования вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 6514—75;

эксикатор по ГОСТ 6371—73;

тигли фильтрующие типа ТФ ПОР160 или воронки фильтрующие типа ВФ ПОР160 по ГОСТ 25336—82 и воронки фарфоровые по ГОСТ 9147—73;

насос водоструйный по ГОСТ 10696—75 или вакуумный;

вакуумметр по ГОСТ 8625—77;

стаканчики для взвешивания с притертой крышкой (бюксы) по ГОСТ 7148—70;

секундомер механический по ГОСТ 5072—79;

цилиндры мерные вместимостью 25 и 50 см³ по ГОСТ 1770—74;

стаканы фарфоровые вместимостью 150 см³ по ГОСТ 9147—80;

палочки стеклянные с расплющенным концом диаметром 1,5 см;

стекло часовое;

натрия гидроокись, ч. д. а., по ГОСТ 4328—77;

(17,50±50,15) %-ный и (9,50±0,15) %-ный растворы натрия гидроокиси.

Раствор натрия гидроокиси, свободный от карбонатов, готовят по ГОСТ 4517—75.

Для приготовления раствора натрия гидроокиси используют воду, не содержащую углекислоту по ГОСТ 4517—75. Приготовление растворов ведут в фарфоровой или полиэтиленовой посуде. Раствор хранят в стеклянных емкостях с резиновыми пробками или в полиэтиленовых закрытых сосудах;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

фенолфталеин по ГОСТ 5850—72;

метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовку проб проводят по ГОСТ 19318—73, разд. 4.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Из отобранной пробы воздушно-сухой целлюлозы берут навеску массой около 3 г, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и помещают в фарфоровый стакан вместимостью 150 см³. В отдельной пробе определяют влажность целлюлозы по ГОСТ 16932—82.

Навеску целлюлозы заливают 17,5%-ным раствором натрия гидроокиси, температура которого 20±0,2°С. Раствор натрия

гидроокиси добавляют в 15-кратном количестве по отношению к массе, взятой для анализа целлюлозы (например, на 3 г целлюлозы 45 см³ раствора).

Раствор натрия гидроокиси добавляют в следующем порядке: приливают часть его (около 15 см³), осторожно размешивая целлюлозу стеклянной палочкой с плоским концом до образования однородной кашицы в течение 2,5 мин, добавляют остальную часть раствора, равномерно и осторожно размешивая целлюлозу в течение 1 мин. При этом следует избегать чрезмерно сильного размешивания и растирания целлюлозы. Стакан со смесью покрывают часовым стеклом и помещают в термостат с температурой 20±0,2°С на 45 мин, считая с начала обработки целлюлозы щелочью.

По истечении 45 мин приливают 45 см³ дистиллированной воды с температурой 20±0,2°С и осторожно перемешивают щелочную массу в течение 1,5 мин. Целлюлозную массу переносят на фарфоровую воронку диаметром 6—8 см с отверстиями диаметром 1 мм или в стеклянный фильтрующий тигель или воронку, равномерно распределяют на фильтре, осторожно включают вакуум и отсасывают фильтрат в колбу.

Во избежание потерь фильтрат пропускают повторно (2 раза) через слой волокна на воронке до полного улавливания волокон.

При слабом вакууме производят промывку волокна в три приема по 25 см³ 9,5%-ного раствора натрия гидроокиси, температура которого 20±0,2°С. Каждую новую порцию промывной щелочи прибавляют лишь после полного отсоса предыдущей порции.

Продолжительность промывки щелочью должна быть 2—3 мин. После отсоса щелочи волокно промывают дистиллированной водой при температуре 18—20°С отдельными порциями с промежуточным отсосом. Промывку ведут до нейтральной реакции по фенолфталеину. По окончании промывки отсасывание продолжают до исчезновения капель на кончике воронки при уплотнении стеклянной палочкой.

Остаток (альфа-целлюлозы) пинцетом переносят в высушенный до постоянной массы стаканчик для взвешивания, помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре 100—105°С в течение 6—7 ч до постоянной массы. По окончании сушки стаканчик переносят в эксикатор, охлаждают до температуры окружающей среды, контролируют температуру помещенным в эксикатор термометром и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4.2. Массовую долю альфа-целлюлозы в процентах можно определять с применением ускоренного метода сушки альфа-целлюлозы лампой инфракрасного излучения. Для этого открытый

стаканчик и крышку помещают под лампу на расстоянии 7—8 см. Сушку производят в течение 40 мин, при этом через 20 мин альфа-целлюлозу пинцетом перевертывают на другую сторону. Стаканчик с альфа-целлюлозой переносят в эксикатор, охлаждают до температуры окружающей среды и взвешивают.

Повторную сушку для достижения постоянной массы производят в тех же условиях в течение 8 мин, перевертывая альфа-целлюлозу через 4 мин.

При ускоренной сушке альфа-целлюлозы влажность навески целлюлозы определяют также с помощью лампы инфракрасного излучения.

В случае разногласий между изготовителем и потребителем при контрольных анализах сушку проводят в сушильном шкафу.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Массовую долю альфа-целлюлозы (α) в процентах вычисляют по формуле

$$\alpha = \frac{(m_1 - m) \cdot 100}{m_2(100 - w)} \cdot 100,$$

где m — масса стаканчика для взвешивания, г;

m_1 — масса стаканчика с высушенной альфа-целлюлозой, г;

m_2 — масса воздушно-сухой целлюлозы, г;

w — влажность целлюлозы, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, округленное до 0,1%, расхождение между которыми не должно превышать 0,3% при $P = 0,95$.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *Т. В. Смыка*
Технический редактор *Л. В. Вейнберг*
Корректор *М. М. Герасименко*

...83 Подп. в печ 23.03.84 0,5 п. л. 0,5 усл кр.-отт. 0,26 уч.-изд. л.
Тир 6000 Цена 3 коп.

gost.e-ecolog.ru

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123840, Москва, ГСП,
Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндаугу, 12/14. Зак. 5619