МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ЦЕЛЛЮЛОЗА

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДНОГО ЧИСЛА

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.728:543.06:006.354 Группа К59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ЦЕЛЛЮЛОЗА

## Метод определения медного числа

Pulp. Method for determination of copper number

**ГОСТ 9418—75**
**Взамен ГОСТ 9418—60**

ОКСТУ 5409

**Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 05.10.75 № 2562 дата введения установлена 01.01.77**

**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 медного числа.

Метод определения медного числа основан на восстановлении альдегидными группами целлюлозы окисной меди до закисной и на количественном определении закисной меди. Медное число — это масса меди в граммах, восстанавливаемой 100 г целлюлозы.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 7004—93.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения испытания применяют:

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

секундомер по НТД;

электроплитку;

колбы для фильтрования под вакуумом вместимостью 500 см$^3$ по ГОСТ 25336—82;

воронки фильтрующие типа ВФ—40 пор 100 по ГОСТ 25336—82;

колбы конические со шлифом вместимостью 50 и 250 см$^3$ по ГОСТ 25336—82;

холодильник воздушный с притертой пробкой длиной не менее 500 мм;

бюретки вместимостью 25 см$^3$ по НТД;

цилиндры измерительные вместимостью 50 см$^3$ по ГОСТ 1770—74;

колбы мерные вместимостью 1000 см$^3$ по ГОСТ 1770—74;

сосуд вместимостью 1000 см$^3$;

палочки стеклянные;

баню водяную;

фильтр бумажный;

медь сернокислую по ГОСТ 4165—78, ч. д. а.;

калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79, ч. д. а.;

---

* С 01.07.2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

**Издание официальное** **Перепечатка воспрещена**

*Издание (апрель 2002 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1986 г. (ИУС 6—86)*

© Издательство стандартов, 1975
© ИПК Издательство стандартов, 2002

железо сернокислое окисное по ГОСТ 9485—74, ч. д. а.;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, ч. д. а., раствор концентрацией $c$ ($^1/_5$ $KMnO_4$) = =0,1 моль/дм$^3$ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2—83, раствор концентрацией $c$ ($^1/_5$ $KMnO_4$) = =0,04 моль/дм$^3$ (0,04 н.) готовят разбавлением 400 см$^3$ 0,1 моль/дм$^3$ (0,1 н.) раствора марганцовокислого калия в мерной колбе вместимостью 1 дм$^3$ дистиллированной водой;

натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—77, ч. д. а.;

квасцы железоаммонийные, ч. д. а.;

аммоний роданистый по ГОСТ 19522—74, ч. д. а.;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, ч. д. а., раствор концентрацией $c$ ($^1/_2$ $H_2SO_4$) = 4 моль/дм$^3$ (4 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83 со следующими дополнениями: объем концентрированной серной кислоты, необходимый для приготовления 1 дм$^3$ раствора при $d$ = 1,830 г/см$^3$, равен 116,0 см$^3$, при $d$ = 1,835 г/см$^3$ равен 114,4 см$^3$;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

раствор 1; готовят следующим образом: 62,5 г трижды перекристаллизованной сернокислой меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем дистиллированной водой до метки. Затем раствор фильтруют через бумажный фильтр в сухой сосуд вместимостью 1000 см$^3$:

раствор 2; готовят следующим образом: 346 г виннокислого калия-натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$ и приливают 600 см$^3$ дистиллированной воды.

Для лучшего растворения колбу помещают в водяную баню с температурой 30—35 °С.

В другую колбу вносят 150 г едкого натра и 150 см$^3$ дистиллированной воды. Полученный раствор приливают в мерную колбу с раствором виннокислого калия-натрия и доводят объем дистиллированной водой до метки. Раствор перемешивают и фильтруют в сухой сосуд;

раствор 3; готовят одним из способов, указанных ниже.

*Первый способ.* 50 г безводной окисной сернокислой соли железа вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, приливают 300 см$^3$ дистиллированной воды и 113 см$^3$ концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$ и доводят его объем дистиллированной водой до метки.

Приготовленный раствор проверяют на отсутствие в нем закисной соли железа. Для этого к отдельной порции раствора добавляют несколько капель 0,1 моль/дм$^3$ (0,1 н.) раствора марганцовокислого калия и сразу же должна появиться розовая окраска. Если этого не наблюдается, то к раствору прибавляют столько марганцовокислого калия, чтобы перемена цвета стала заметной. Только после этого раствор может быть использован.

*Второй способ.* 100 г железоаммонийных квасцов вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, приливают 700 см$^3$ дистиллированной воды и 140 г концентрированной серной кислоты и доводят объем дистиллированной водой до метки.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка проб — по ГОСТ 19318—73, разд. 3.

## 4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Из подготовленной целлюлозы берут навеску массой около 1 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г (влажность определяют в отдельной навеске по ГОСТ 16932—93). Навеску помещают в сухую коническую колбу вместимостью 250 см$^3$, приливают 20 см$^3$ дистиллированной воды и нагревают содержимое колбы до кипения.

В две сухие конические колбы, вместимостью по 50 см$^3$ каждая из бюреток наливают по 20 см$^3$ соответственно растворов 1 и 2. Растворы нагревают до кипения и сливают вместе.

Образовавшийся раствор темно-синего цвета осторожно вливают в колбу с навеской, закрывают пробкой с воздушным холодильником и кипятят содержимое колбы 3 мин. Во время кипячения необходимо следить, чтобы не было выбросов из колбы.

По окончании кипячения пробку воздушного холодильника быстро обмывают 50 см$^3$ дистиллированной воды, сливают эту воду в колбу и охлаждают в проточной воде до температуры (20±5) °С. Содержимое колбы фильтруют через воронку под вакуумом. Целлюлозу с осадком закиси меди промывают горячей водой до нейтральной реакции по фенолфталеину.

Воронку с промытой до нейтральной реакции целлюлозой и осадком закиси меди переносят на другую колбу для вакуумного фильтрования. При этом осадок волокна и закиси меди во избежание окисления последней должен находиться под водой. Затем отсасывают воду, быстро отключают вакуум, приливают 15 см$^3$ раствора 3 и помешивают стеклянной палочкой. После чего отсасывают жидкость из воронки, отключают вакуум и вторично приливают 15 см$^3$ раствора 3, перемешивают его с осадком и снова отсасывают.

Осадок на фильтре промывают в два приема по 30 см$^3$ 4 моль/дм$^3$ (4 н.) раствором серной кислоты и затем примерно 150 см$^3$ дистиллированной воды до отрицательной реакции на железо (проба с роданистым аммонием).

Фильтрат титруют 0,04 моль/дм$^3$ (0,04 н.) раствором марганцовокислого калия до первой устойчивой окраски раствора в розовый цвет.

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

## 5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Медное число ($X$) в граммах меди на 100 г абсолютно сухой целлюлозы вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}00254 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - W)},$$

где $V$ — объем 0,04 моль/дм$^3$ (0,04 н.) раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см$^3$;

0,00254 — масса меди, соответствующая 1 см$^3$ 0,04 моль/дм$^3$ (0,04 н.) раствора марганцовокислого калия, г;

$m$ — масса целлюлозы, г;

$W$ — влажность целлюлозы, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Степень округления результатов и допускаемые расхождения между параллельными определениями должны соответствовать требованиям таблицы.

| Уровень показателя, г | Степень округления, г | Допускаемое расхождение между параллельными определениями, г |
|---|---|---|
| До 1,0 | 0,01 | 0,03 |
| Свыше 1,0 | 0,1 | 0,2 |

**(Измененная редакция, Изм. № 1).**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000 Подписано в печать 06.06.2002. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,35.
Тираж 46 экз. С 6187. Зак. 200.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов

gost.e-ecolog.ru