10070-74
Изм. 1,2,3,4+

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ЦЕЛЛЮЛОЗА И ПОЛУЦЕЛЛЮЛОЗА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СТЕПЕНИ ДЕЛИГНИФИКАЦИИ

ГОСТ 10070—74

Издание официальное

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.728: 543.06(083.74) Группа К59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ЦЕЛЛЮЛОЗА И ПОЛУЦЕЛЛЮЛОЗА

Метод определения степени делигнификации

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

ГОСТ 10070—74*

Взамен ГОСТ 10070—62

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

с 01.01. 1975 г.

Проверен в 1979 г. Срок действия продлен до 01.01.2001 г.

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°С с ценой деления 0,1°С 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;

бюретки 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±0,0005 н. и 0,05±0,0005 н. растворы;

натрий сероватистокислый по СТ СЭВ 223—75, ч. д. а., 0,2±0,005 н. и 0,05±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±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 комочков, 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 комочков 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 ста-

кане должен составлять 500 мл. Через 5 мин с момента приливания смеси замеряют температуру реакционной смеси. Реакция должна протекать при температуре 25±5°С.

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±5°С.

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 комочков, 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 комочков 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-

ном стакане должен составлять 200 мл. Через 5 мин с момента приливания смеси замеряют температуру реакции, которая должна протекать при 25±5°С.

Через 10 мин от начала реакции в реакционный стакан добавляют из мерного цилиндра 5 мл 1 М раствора йодистого калия для прекращения реакции окисления лигнина. Не прерывая размешивания, выделившийся свободный йод титруют 0,05 н. раствором серноватистокислого натрия в присутствии 0,5%-ного раствора крахмала до обесцвечивания смеси.

Расход марганцовокислого калия на навеску целлюлозы должен составлять примерно 50±10% от заданного на реакцию. Параллельно определяют расход раствора серноватистокислого натрия на титрование холостой пробы. Для этого в реакционный стакан наливают 130 мл дистиллированной воды и смесь, состоящую из 10 мл 0,05 н. раствора марганцовокислого калия, точно 10 мл дистиллированной воды, и 20 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 5 мл 1 М раствора йодистого калия и при непрерывном перемешивании оттитровывают выделившийся йод серноватистокислым натрием.

Температура реакции при определении холостой пробы должна быть 25±5°С.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Степень делигнификации целлюлозы (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{v \cdot d}{m}[1+0{,}013(25-t)],$$

где d — коэффициент пересчета на 50%-ный расход марганцовокислого калия, зависящий от величины v, определяют по табл. 1;

m — навеска абсолютно сухой целлюлозы, г;

$[1+0{,}013(25-t)]$ — температурная поправка;

t — средняя температура реакционной смеси, °С;

v — расход 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, мл, определяют по формуле

$$v = \frac{(V_1-V_2)\text{н}}{0{,}1},$$

где V_1 — объем 0,2 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование холостой пробы, мл, определяют по формуле

$$V_1 = a - (0{,}5a - b),$$

где a — теоретический объем 0,2 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование 50 мл 0,1 н. раствора марганцовокислого калия (без учета улетучивания йода), мл;

b — объем 0,2 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование 25 мл 0,1 н. раствора марганцовокислого калия, мл;

V_2 — объем 0,2 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование, анализируемой пробы с навеской целлюлозы, мл;

н — нормальность раствора серноватистокислого натрия.

При определении степени делигнификации полуцеллюлозы коэффициент пересчета находят по табл. 1, но в этом случае полученный расход марганцовокислого калия v делят пополам.

Таблица 1

v, мл	d	v, мл	d	v мл	d	v, мл	d
15	0,958	20	0,979	25	1,000	30	1,022
15,5	0,960	20,5	0,981	25,5	1,002	30,5	1,024
16	0,962	21	0,983	26	1,004	31	1,026
16,5	0,964	21,5	0,985	26,5	1,006	31,5	1,028
17	0,966	22	0,987	27	1,009	32	1,030
17,5	0,968	22,5	0,989	27,5	1,011	32,5	1,033
18	0,970	23	0,991	28	1,013	33	1,035
18,5	0,973	23,5	0,994	28,5	1,015	33,5	1,037
19	0,975	24	0,996	29	1,017	34	1,039
19,5	0,977	24,5	0,998	29,5	1,019	34,5	1,042
						35,0	1,044

5.2. Степень делигнификации целлюлоз с низким содержанием лигнина (X_1) вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{v \cdot d}{m} [1 + 0{,}013(25 - t)],$$

где d коэффициент пересчета на 50%-ный расход марганцовокислого калия, зависящий от величины v, определяют по табл. 2;

m — навеска абсолютно сухой целлюлозы, г;

$[1 + 0{,}013(25 - t)]$ — температурная поправка;

t — средняя температура реакционной смеси, °С;

v расход 0,1 н. раствора марганцовокислого калия мл, определяют по формуле

$$v = \frac{(V_1 - V_2)н}{0{,}1}.$$

Таблица 2

v, мл	d	v, мл	d	v, мл	d	v, мл	d
8,0	0,979	9,0	0,989	10,0	1,000	11,0	1,011
8,2	0,981	9,2	0,991	10,2	1,002	11,2	1,013
8,4	0,983	9,4	0,994	10,4	1,004	11,4	1,015
8,6	0,985	9,6	0,996	10,6	1,006	11,6	1,017
8,8	0,987	9,8	0,998	10,8	1,009	11,8	1,019
						12,0	1,022

где V_1 — объем 0,05 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование холостой пробы, мл, определяют по формуле

$$V_1 = a - (0{,}5a \cdot b),$$

где a — теоретический объем 0,05 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование 20 мл 0,05 н. раствора марганцовокислого калия (без учета улетучивания йода), мл;

b — объем 0,05 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование 10 мл 0,05 н. раствора марганцовокислого калия, мл;

V_2 — объем 0,05 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование анализируемой пробы с навеской целлюлозы, мл;

н — нормальность раствора серноватистокислого натрия.

Чтобы получить 50%-ный расход марганцовокислого калия на окисление образца целлюлозы, его массу определяют по формуле

$$m_{50} = m_x \cdot \frac{50}{X},$$

где m_{50} — навеска целлюлозы для 50%-ного поглощения марганцовокислого калия, г;

m_x — навеска целлюлозы при x%-ном поглощении марганцовокислого калия, г;

X — расход марганцовокислого калия на испытуемую навеску, m_x, %.

За окончательный результат принимают среднее арифметическое двух определений.

При степени делигнификации меньше 100 результаты испытаний округляют с погрешностью не более 0,1, допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,5 единицы.

При степени делигнификации больше 100 результаты испытаний округляют с погрешностью не более 1, допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 2,0 единиц.

При определении степени делигнификации целлюлозы с небольшим содержанием лигнина допускаемые расхождения между параллельными определениями не должны превышать 0,05 единиц.

Редактор *Т. И. Василенко*
Технический редактор *Ф. И. Шрайбштейн*
Корректор *В. А. Рякайте*

Сдано в наб. 02.07.80 Подп. в печ. 01.12.80 0,5 п. л. 0,41 уч.-изд. л. Тир. 8000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, Москва, Д 557, Новопресненский пер., д. 3.
Вильнюсская типография Издательства стандартов, ул. Миндаугу, 12/14. Зак. 3398

Изменение № 3 ГОСТ 10070—74 Целлюлоза и полуцеллюлоза. Метод определения степени делигнификации

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 14.06.84 № 1926 срок введения установлен

с 01.01.85

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 5409.

По всему тексту стандарта заменить слова и единицу измерения: мл на

(Продолжение см. стр. 182)

см^3», «средняя проба» на «объединенная проба», «с погрешностью не более» на «с точностью до», и. на моль/дм^3.

Раздел 1 изложить в новой редакции:

«1. Отбор проб

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 7004—78».

Раздел 2. Заменить значения и ссылки: 7000—8000 об/мин на 112—128 с$^{-1}$; ГОСТ 19491—74 на ГОСТ 24104—80, ГОСТ 9147—73 на ГОСТ 9147—80;

одиннадцатый, двенадцатый и тринадцатый абзацы изложить в новой редакции: «калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, ч. д. а., раствор кон-

(Продолжение см. стр. 183)

центрацией с $\left(\frac{1}{5}KMnO_4\right)=0{,}1$ моль/дм³ (0,1 н.) готовят по ГОСТ 25794.2—83;

натрий серноватистокислый по СТ СЭВ 223—75, ч. д. а., раствор концентрацией с $(Na_2S_2O_3)=0{,}2$ моль/дм³ (0,2 н.) готовят по ГОСТ 25794.2—83;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч. д. а., раствор концентрацией с $\left(\frac{1}{2}H_2SO_4\right)=4$ моль/дм³ (4 н.) готовят по ГОСТ 25794.1—83».

Пункт 5.1. Формула. Заменить обозначение: *к* на *с*. Экспликация. Заменить слова: «*v* — расход 0,1 н. раствора марганцовокислого калия» на «*v* — расход 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) раствора марганцовокислого калия»;

«v_1 — объем 0,2 н. раствора серноватистокислого натрия» на «v_1 — объем 0,2 моль/дм³ (0,2 н.) раствора серноватистокислого натрия»; «*a* — теоретический объем 0,2 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование 50 мл 0,1 н. раствора марганцовокислого калия» на «*a* — теоретический объем 0,2 моль/дм³ (0,2 н.) раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование 50 мл 0,1 моль/дм³ (0,05 н.) раствора марганцовокислого калия»; «*b* — объем 0,2 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование 25 мл 0,1 н. раствора марганцовокислого калия» на «*b* — объем 0,2 моль/дм³ (0,2 н.) раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование 25 мл 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) раствора марганцовокислого калия»;

«v_2 — объем 0,2 н. раствора серноватистокислого натрия» на «v_2 — объем 0,2 моль/дм³ (0,2 н.) раствора серноватистокислого натрия»; «*к* — нормальность

(Продолжение см. стр. 184)

раствора серноватистокислого натрия» на «c — концентрация раствора серноватистокислого натрия».

Пункт 5.2. Заменить слова: «v — расход 0,1 н. раствора марганцовокислого калия» на «v — расход 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) раствора марганцовокислого калия»;

формулу для определения v изложить в новой редакции:

$$v = \frac{(V_1 - V_2)c}{0,1};$$

заменить слова: «V_1 — объем 0,05 н. раствора серноватистокислого натрия» на «V_1 — объем 0,05 моль/дм³ (0,05 н.) раствора серноватистокислого натрия»; «a — теоретический объем 0,05 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование 20 мл 0,05 н. раствора марганцовокислого калия» на «a — теоретический объем 0,05 моль/дм³ (0,05 н.) раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование 20 мл 0,05 моль/дм³ (0,05 н.) раствора марганцовокислого калия»; «b — объем 0,05 н. раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование 10 мл 0,05 н. раствора» на «b — объем 0,05 моль/дм³ (0,05 н.) раствора серноватистокислого натрия, израсходованный на титрование 10 мл 0,05 моль/дм³ (0,05 н.) раствора»; «V_2 — объем 0,05 н. раствора серноватистокислого натрия» на «V_2 — объем 0,05 моль/дм³ (0,05 н) раствора серноватистокислого натрия»; «n — нормальность раствора серноватистокислого натрия» на «c — концентрация раствора серноватистокислого натрия»; «с погрешностью не более 0,1» на «до 0,1»; «с погрешностью не более 1 на «до целого числа».

(ИУС № 9 1984 г.)

Изменение № 4 ГОСТ 10070—74 Целлюлоза и полуцеллюлоза. Метод определения степени делигнификации

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 749

Дата введения 01.01.91

На обложке и первой странице стандарта указать обозначение: **(СТ СЭВ 6600—89, ИСО 302—81).**

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Целлюлоза и полуцеллюлоза. Метод определения числа Каппа**

Pulp and semi-pulp. Method for determinating Kappa number».

Вводная часть. Заменить слова: **«до 70 %»** на **«не более 60 %»**, **«относительной степени делигнификации»** на **«степени провара (делигнификации), выражающейся числом Каппа»**;

второй абзац изложить в новой редакции: **«Метод основан на окислении лигнина марганцовокислым калием и последующем иодометрическом определении его расхода в условиях, установленных настоящим стандартом».**

Раздел 2 изложить в новой редакции:

«2. Аппаратура, посуда и реактивы

весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью взвешивания не более 0,002 г по ГОСТ 24104—88;

дезинтегратор, позволяющий дезинтегрировать целлюлозную суспензию с минимальным повреждением волокна, с частотой вращения не менее (50±±25) $с^{-1}$ (3000±150) об/мин;

мешалка пропеллерного типа из стекла или другого нержавеющего материала с частотой вращения не менее (13±1) $с^{-1}$ (800±50) об/мин;

эксикатор по ГОСТ 25336—82;

секундомер СОПпр—2а-3—000 по ГОСТ 5072—79;

термометр со шкалой до 100 °С с ценой деления 0,1 °С по ГОСТ 27544—87,

воронка Бюхнера 3 по ГОСТ 9147—80;

термостат, обеспечивающий поддержание температуры в реакционном стакане (25±0,2) °С;

пипетки 2—2—20, 2—2—50, 2—2—100 по ГОСТ 20292—74;

цилиндры 1—25, 1—50, 1—100, 1—500, 1—1000 по ГОСТ 1770—74;

бюретки 1—2—10 или 2—2—10, 1—2—50 или 2—2—50 по ГОСТ 20292—74;

стакан Н-2—400 ТХС, Н-2—600 ТХС, Н-2—1000 ТХС, Н-2—2000 ТХС по ГОСТ 25336—82;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, ч.д.а., раствор концентрацией $с$ (1/5 $KMnO_4$) = 0,1 моль/$дм^3$ (0,1 н.) и 0,05 моль/$дм^3$ (0,05 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83;

кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч.д.а., раствор концентрацией $с$ (1/2 H_2SO_4) = 4 моль/$дм^3$ (4 н.);

натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный по ГОСТ 27068—86, ч.д.а., раствор концентрацией $с$ ($Na_2S_2O_3 \cdot 5\ H_2O$) = 0,2 моль/$дм^3$ (0,2 н.) и 0,05 моль/$дм^3$ (0,05 н.); готовят по ГОСТ 25794.2—83;

калий йодистый по ГОСТ 4232—74, раствор концентрацией $с$ (KI) = = 1,0 моль/$дм^3$;

крахмал растворимый по ГОСТ 10163—76, раствор с массовой долей 0,5 %;

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72;

фильтр из ткани по ГОСТ 7617—77, ГОСТ 9310—75, ГОСТ 11680—76 или фильтры беззольные по ТУ 6—09—1678—77».

Пункт 3.1. Второй абзац после слов **«до 10 г»** дополнить словами: **«с точностью до третьего десятичного знака»**;

заменить значение: 50±20 % на (50±20) %;

(Продолжение см. с. 180)

третий абзац изложить в новой редакции: «Для анализа проб волокнистой суспензии готовят отливки на воронке Бюхнера»;

дополнить абзацем: «Влажность целлюлозы (полуцеллюлозы) определяют по ГОСТ 16932—82».

Раздел 3 дополнить пунктом — 3.2: «3.2. Для установления массы пробы целлюлозы (полуцеллюлозы) для испытания проводят предварительное испытание.

Количество целлюлозы (полуцеллюлозы) (m_{50}) в граммах, необходимое для 50 %-ного расхода марганцовокислого калия, вычисляют по формуле

$$m_{50} = \frac{50}{x} \cdot m_x,$$

где m_x — масса пробы при x %-ном поглощении марганцовокислого калия, г;

x — расход марганцовокислого калия на массу пробы m_x при предварительном испытании, %».

Пункт 4.1 изложить в новой редакции. «4.1. Подготовленную навеску целлюлозы (полуцеллюлозы) разбивают в 500 см³ дистиллированной воды в дезинтеграторе до исчезновения комочков, избегая разрезания волокон. Полученную суспензию переносят в стакан вместимостью 1500 см³. Дезинтегратор тщательно ополаскивают 270 см³ дистиллированной воды, которую также выливают в стакан с суспензией.

Затем стакан помещают в термостат с температурой (25,0±0,2) °С и размешивают пробу целлюлозы (полуцеллюлозы) мешалкой до исчезновения комочков массы.

Не прерывая размешивания массы, приливают к ней смесь, состоящую из 100 см³ 0,1 моль/дм³ раствора марганцовокислого калия и 100 см³ 4 моль/дм³ раствора серной кислоты, предварительно отмеренные в стакан. Смесь предварительно подогревают до 25 °С. Стакан из-под смеси ополаскивают 30 см³ дистиллированной воды, которую также выливают в стакан с суспензией. Общий объем жидкости в стакане должен составлять 1000 см³. Точно через 10 мин от начала реакции в стакан с суспензией добавляют из мерного цилиндра 20 см³ 1 моль/дм³ раствора иодистого калия для прекращения реакции окисления лигнина. Не прерывая размешивания, выделившийся свободный иод титруют 0,2 моль/дм³ раствором тиосульфата натрия до соломенного цвета, затем добавляют 5—10 капель раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания смеси.

Параллельно определяют расход раствора тиосульфата натрия на титрование контрольной пробы, используя те же реактивы в тех же количествах, но без добавления целлюлозы (полуцеллюлозы). Иодистый калий добавляют непосредственно после добавления смеси марганцовокислого калия и серной кислоты.

Допускается в контрольную пробу вместо 100 см³ раствора марганцовокислого калия приливать 50 см³ и дополнять его объем точно 50 см³ дистиллированной воды. В этом случае вычисление объема раствора тиосульфата натрия производится по формуле (3) приложения».

Пункты 4.2, 4.3 исключить.

Пункты 5.1, 5.2 изложить в новой редакции:

«5.1. Число Каппа (X) вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_1 \cdot d}{m}; \qquad (1)$$

$$V_1 = \frac{(V_2 - V_3)\ C}{0,1}, \qquad (2)$$

где V_1 — объем раствора марганцовокислого калия, израсходованного на окисление лигнина, см³;

V_2 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование контрольной пробы, см³;

(Продолжение см. с. 181)

V_3 — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование пробы с навеской целлюлозы (полуцеллюлозы), см³;

C — концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм³;

d — коэффициент пересчета на 50 %-ный расход марганцовокислого калия, зависящий от величины V_1 (определяют по табл. 1);

m — масса пробы абсолютно сухой целлюлозы (полуцеллюлозы), г.

Таблица 1

V_1, см³	d									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
30	0,958	0,960	0,962	0,964	0,966	0,968	0,970	0,973	0,975	0,977
40	0,979	0,981	0,983	0,985	0,987	0,989	0,991	0,994	0,996	0,998
50	1,000	1,002	1,004	1,006	1,009	1,011	1,013	1,015	1,017	1,019
60	1,022	1,024	1,026	1,028	1,030	1,033	1,035	1,037	1,039	1,042
70	1,044									

5.2. Определяют среднее арифметическое двух параллельных определений. Результат округляют до первого десятичного знака при значении числа Каппа до 100, и до целого числа — свыше 100.

Расхождения между параллельными определениями при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать 2 %

Предельные границы относительной погрешности результата испытания не превышают ± 2 % при $P = 0{,}95$».

Стандарт дополнить приложением:

«ПРИЛОЖЕНИЕ

Обязательное

Определение числа Каппа для контроля технологического процесса производства целлюлозы

1. **Подготовка образцов**

1.1. Из несортированной целлюлозы предварительно удаляют сучки и непровар.

1.2. Суспензию сортированной целлюлозы фильтруют через воронку Бюхнера. Полученную отливку, содержащую 3—10 г воздушно-сухой целлюлозы, разрывают на мелкие кусочки и выдерживают в эксикаторе не менее 3 ч.

2. **Проведение испытания**

2.1. Берут параллельно навески целлюлозы для определения влажности и числа Каппа.

2.2. Навеску целлюлозы разбивают в дезинтеграторе в 270 см³ дистиллированной воды. Полученную суспензию переносят в стакан вместимостью 1000 см³. Дезинтегратор ополаскивают 100 см³ дистиллированной воды.

2.3. Для окисления лигнина используют смесь, состоящую из 50 см³ 0,1 моль/дм³ раствора марганцовокислого калия и 50 см³ 4 моль/дм³ раствора серной кислоты. Стакан из-под смеси ополаскивают 30 см³ дистиллированной воды. Общий объем жидкости в стакане с суспензией должен составлять 500 см³. Для прекращения реакции окисления лигнина добавляют 10 см³ 1 моль/дм³ раствора иодистого калия.

Для контрольного опыта используют смесь, состоящую из 25 см³ 0,1 моль/дм³ раствора марганцовокислого калия, точно 25 см³ дистиллированной воды, 50 см³ 4 моль/дм³ раствора серной кислоты и 400 см³ дистиллированной воды.

(Продолжение см. с. 182)

2.4. При испытании целлюлоз с массовой долей лигнина менее 2 % подготовленную навеску разбивают в 100 см³ дистиллированной воды в дезинтеграторе. Полученную суспензию переносят в стакан вместимостью 500 см³. Дезинтегратор ополаскивают 30 см³ дистиллированной воды.

2.5. Для окисления лигнина используют смесь, состоящую из 20 см³ 0,05 моль/дм³ раствора марганцовокислого калия и 20 см³ 4 моль/дм³ раствора серной кислоты. Стакан из-под смеси ополаскивают 30 см³ дистиллированной воды. Общий объем жидкости в стакане с суспензией должен составлять 200 см³.

Для прекращения реакции окисления лигнина добавляют 5 см³ 1 моль/дм³ раствора иодистого калия. Расход марганцовокислого калия на окисление лигнина должен составлять примерно (50±10) % от заданного на реакцию.

Для контрольного опыта используют смесь, состоящую из 10 см³ 0,05 моль/дм³ раствора марганцовокислого калия, точно 10 см³ дистиллированной воды, 20 см³ 4 моль/дм³ раствора серной кислоты и 160 см³ дистиллированной воды.

2.6. Допускается проводить испытания при температуре реакционной смеси 20—30 °С без применения термостата.

3. Обработка результатов

3.1. Для нахождения коэффициента пересчета d по табл. 1 значение $\frac{1}{V_2}$, вычисленное по формуле (2), увеличивают вдвое.

Коэффициент d для целлюлоз с массовой долей лигнина менее 2 % находят по табл. 2.

Таблица 2

V_2, см³	d	V_2, см³	d	V_2, см³	d	V_2, см³	d
8,0	0,979	9,0	0,989	10,0	1,000	11,0	1,011
8,2	0,981	9,2	0,991	10,2	1,002	11,2	1,013
8,4	0,983	9,4	0,994	10,4	1,004	11,4	1,015
8,6	0,985	9,6	0,996	10,6	1,006	11,6	1,017
8,8	0,987	9,8	0,998	10,8	1,009	11,8	1,019
						12,0	1,022

3.2. Объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование контрольной пробы (V_2), в см³, вычисляют по формуле

$$V_2 = a - (0{,}5a - b), \qquad (3)$$

где a — теоретический объем раствора тиосульфата натрия, расходуемого на титрование раствора марганцовокислого калия (без учета улетучивания иода), см³;

b — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование марганцовокислого калия, см³.

3.3. Если температура реакционной смеси отличается от 25 °С, то результат испытания (число Каппа) умножают на температурную поправку K, вычисленную по формуле

$$K = 1 + 0{,}013(25 - t),$$

где t — температура реакционной смеси, измеренная с погрешностью ±0,1 °С по истечении 5 мин после начала реакции, °С».

(ИУС № 7 1990 г.)

gost.e-ecolog.ru