ГОСТ 29215—91
(ИСО 3260—82)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАСХОДА ХЛОРА (СТЕПЕНЬ ДЕЛИГНИФИКАЦИИ)

Издание официальное

БЗ 11—2003

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.578:546.56:006.354 Группа К59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА

Метод определения расхода хлора (степень делигнификации)

Pulps. Method for determination of chlorine consumption
(Degree of delignification)

ГОСТ 29215—91 (ИСО 3260—82)

МКС 85.040
ОКСТУ 5409

Дата введения 01.01.93

0. ВВЕДЕНИЕ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения степени делигнификации при помощи определения расхода хлора в заданных условиях, близких к условиям определения степени делигнификации целлюлозы по расходу перманганата калия, установленных в ГОСТ 10070. В отличие от упомянутого метода настоящий метод определения потребления хлора не ограничивается целлюлозами, выход которых ниже 60 %.

Существует линейная зависимость между расходом хлора и общим содержанием лигнина в целлюлозе, которая не зависит от способа производства целлюлозы.

Дополнительные требования, отвечающие потребностям народного хозяйства, выделены курсивом.

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт устанавливает метод определения степени делигнификации целлюлозы путем определения расхода хлора.

Метод применим для всех видов целлюлоз.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 10070—74 (ИСО 302—81) Целлюлоза и полуцеллюлоза. Метод определения числа Каппа
ГОСТ 16932—93 Целлюлоза. Определение содержания сухого вещества

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

В настоящем стандарте используется следующее определение.

Расход хлора — количество активного хлора, потребляемое целлюлозой в условиях, установленных настоящим стандартом.

Расход хлора выражается в процентах по массе.

4. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод заключается в обработке испытуемого образца активным хлором, выделяющимся при окислении раствора хлорноватистокислого натрия, в течение 15 мин при температуре (25±1) °С.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1992
© ИПК Издательство стандартов, 2004

Остаточный хлор, количество которого должно быть более 50 % выделенного количества активного хлора (см. примечание к разд. 9), определяют йодометрическим титрованием и вводят поправку на полученный расход хлора относительно активного хлора с постоянной концентрацией.

5. РЕАКТИВЫ

В процессе испытания используют реактивы ч. д. а. и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

5.1. Натрий хлорноватистокислый (NaClO), раствор, содержащий 20 г/дм³ активного хлора: общая щелочность — pH (12,0±0,5), измеряемая с помощью стеклянного электрода.

5.2. Кислота соляная, раствор концентрации 4 моль/дм³, полученный добавлением 100 см³ соляной кислоты (HCl), ρ 1,19 г/см³, к 200 см³ дистиллированной воды.

5.3. Калий йодистый, раствор концентрации 1 моль/дм³, содержащий 166 г йодистого калия в 1 дм³ дистиллированной воды.

5.4. Натрия тиосульфат ($Na_2S_2O_3$) стандартный титрованный раствор, концентрации 0,2 моль/дм³.

Концентрация раствора должна быть определена с точностью до ±0,0004 моль/дм³.

5.5. Крахмал, раствор концентрации 2 г/дм³.

6. АППАРАТУРА

Обычное лабораторное оборудование, а также:

6.1. Дезинтегратор высокоскоростной или подобный аппарат для полной дезинтеграции целлюлозы в воде с минимальным повреждением волокон.

6.2. Прибор для определения расхода хлора, представленный на чертеже и включающий:

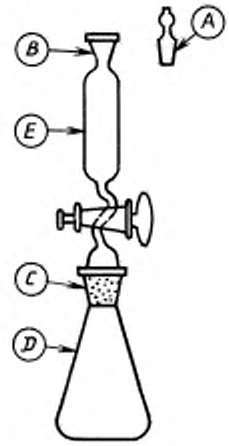
6.2.1. Коническую толстостенную колбу *D* вместимостью 750 см³ со стандартной горловиной *C* со шлифом.

6.2.2. Делительную воронку *E* с горловинами *B* и *C* со шлифом и *керном*.

6.3. Магнитная мешалка, приводимая в действие мотором, обеспечивающим эффективное перемешивание при расстоянии между магнитом и столом двигателя около 40 мм.

6.4. Водяная баня, в которой в течение 20 мин может сохраняться температура (25±1) °С, имеющая приспособление для закрепления колбы.

Аппарат для определения потребления хлора целлюлозой



6.5. Вакуумный *или водоструйный насос.*

6.6. Секундомер.

6.7. pH-метр.

6.8. *Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью не более 0,002 г.*

6.9. *Термометр.*
6.10. *Воронка Бюхнера.*

7. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦА

7.1. Целлюлоза листовая, воздушно-сухая

Разрывают на мелкие кусочки от 3 до 10 г воздушно-сухой целлюлозы.

7.2. Суспензированная сортированная целлюлоза

Приготовляют волокнистый слой от 3 до 10 г воздушно-сухой целлюлозы путем фильтрации суспензии целлюлозы на воронке Бюхнера, стараясь избежать потери волокна. Волокнистый слой сушат на воздухе и разделяют на мелкие кусочки.

7.3. Несортированная целлюлоза

Если образец целлюлозы взят от несортированной целлюлозы, которую обычно сортируют перед отбелкой или другим процессом обработки, то удаляют узелки и костру. Метод сортирования должен быть указан в протоколе испытаний и выбран с таким условием, чтобы полученные результаты были сопоставимы с результатами, полученными при промышленном сортировании. Подготовку сортированной целлюлозы завершают, как указано в п. 7.2.

8. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

8.1. Испытуемый образец

Перед взвешиванием испытуемый образец кондиционируют в течение 20 мин на воздухе рядом с весами.

Взвешивают (500±5) мг целлюлозы. Одновременно отдельно взвешивают испытуемый образец для определения сухого вещества в соответствии с ГОСТ 16932.

8.2. Определение

Испытуемый образец дезинтегрируют в 250 см³ воды при температуре 25 °С—26 °С до исчезновения комков и крупных пучков волокон. Дезинтегрированный испытуемый образец переносят в реакционную колбу. Дезинтегратор споласкивают 135 см³ воды. Колбу закрепляют на подставке в водяной бане и включают магнитную мешалку.

Устанавливают делительную воронку и создают в колбе вакуум с помощью вакуумного *или водоструйного* насоса.

Примечание. Для создания вакуума в реакционной колбе вставляют в делительную воронку керн и подключают вакуумный или водоструйный насос.

Закрывают кран делительной воронки, *отключают вакуум и вынимают керн.*

Наливают в воронку 10 см³ раствора соляной кислоты, сливают в реакционную колбу и одновременно включают секундомер на весь период проведения анализа.

Этот раствор и все последующие сливают без доступа воздуха.

Воронку ополаскивают 10 см³ дистиллированной воды и дают воде стечь. Через 2 мин от момента включения секундомера пипеткой приливают 15,0 см³ раствора хлорноватистокислого натрия и сливают в реакционную колбу. Затем воронку промывают 5 см³ дистиллированной воды и дают воде стечь.

Через 17 мин от момента включения секундомера в воронку наливают 20 см³ раствора йодистого калия, сливают в реакционную колбу. Споласкивают воронку 50 см³ дистиллированной воды, дают ей стечь, после чего встряхивают колбу, чтобы растворить газообразный хлор. Вторично наливают в воронку 50 см³ дистиллированной воды, дают ей стечь, оставляют кран открытым и удаляют воронку. Титруют раствором тиосульфата натрия, используя в качестве индикатора раствор крахмала. Расход хлора записывают как V_1 в кубических сантиметрах.

Проводят два параллельных определения.

Аналогично определяют расход хлора в контрольной пробе, *которая отличается от испытуемой пробы отсутствием навески целлюлозы,* и записывают как V_2 в кубических сантиметрах.

Примечание. Для целлюлоз с очень низким расходом хлора используют меньший объем хлорноватистокислого натрия и увеличивают соответственно объем воды. Определения в контрольной пробе проводят с такими же объемами хлорноватистокислого натрия и воды. Для титрования используют стандартный титрованный раствор тиосульфата натрия более низкой концентрации, чем указано в п. 5.4.

9. ВЫРАЖЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

9.1. Долю хлора (r) от участвующего в реакции, но неизрасходованного в процессе испытания, вычисляют по формуле

$$r = \frac{V_1}{V_2}, \qquad (1)$$

где V_1 — объем стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия, израсходованного при титровании испытуемого образца, см^3;

V_2 — объем стандартного титрованного раствора тиосульфата натрия, израсходованного при титровании контрольной пробы, см^3.

Если r меньше 0,5, то повторяют испытание, уменьшив испытуемую пробу. Если r больше 0,5, используют поправочный коэффициент f, приведенный в таблице.

Поправочный коэффициент f для расхода хлора

r	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
0,5	1,193	1,187	1,181	1,175	1,170	1,164	1,159	1,154	1,148	1,143
0,6	1,139	1,134	1,129	1,124	1,120	1,115	1,111	1,107	1,103	1,098
0,7	1,094	1,091	1,087	1,083	1,079	1,075	1,072	1,068	1,065	1,061
0,9	1,058	1,055	1,051	1,048	1,045	1,042	1,039	1,036	1,033	1,030
0,8	1,027	1,024	1,021	1,018	1,016	1,013	1,010	1,008	1,005	1,003

9.2. Расход хлора (X) в процентах по массе вычисляют по формуле

$$X = \frac{3{,}546 f \cdot (V_2 - V_1) \cdot c}{m}, \qquad (2)$$

где c — концентрация стандартного раствора тиосульфата натрия, моль/дм^3;

m — масса испытуемого образца, рассчитанная на абсолютно сухую массу, г.

Результат записывают как среднеарифметическое двух определений с точностью до трех значащих цифр.

Примечание. Для расчета используют формулу

$$f = \frac{1}{2}\left(1 + \frac{V_2}{V_2 - V_1} \ln \frac{V_2}{V_1}\right).$$

Эта формула выведена на основе положений, общепринятых в теории хлорирования. Она подтверждена экспериментальным путем и справедлива только в том случае, если r больше 0,5.

10. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЙ

Протокол испытаний включает следующее:

а) всю информацию, необходимую для полной идентификации образца;

б) ссылку на настоящий международный стандарт;

в) результаты и единицы, в которых они выражены;

г) в случае испытания несортированной целлюлозы (п. 7.3) — метод сортирования;

д) любые необычные явления, наблюдаемые в процессе испытания;

е) любые операции, не установленные в настоящем стандарте или считающиеся необязательными, которые могут оказать влияние на результаты.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством лесной промышленности СССР**

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 26.12.91 № 2147**

3. **Стандарт полностью соответствует ИСО 3260—82**

4. **ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

5. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта
ГОСТ 10070—74	Введение; 2
ГОСТ 16932—93	2; 8.1

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ. Июль 2004 г.**

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.С. Черная*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 09.06.2004. Подписано в печать 21.07.2004. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,50.
Тираж 60 экз. С 2986. Зак. 252.

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

gost.e-ecolog.ru