11960-79

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

ПОЛУФАБРИКАТЫ ВОЛОКНИСТЫЕ И СЫРЬЕ ИЗ ОДНОЛЕТНИХ РАСТЕНИЙ ДЛЯ ЦЕЛЛЮЛОЗНО-БУМАЖНОГО ПРОИЗВОДСТВА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЛИГНИНА

ГОСТ 11960—79

Издание официальное

Цена 3 коп.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР ПО СТАНДАРТАМ
Москва

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН Министерством целлюлозно-бумажной промышленности

ИСПОЛНИТЕЛЬ

Е. А. Опарина

ВНЕСЕН Министерством целлюлозно-бумажной промышленности

Зам. министра Г. Ф. Пронин

УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам 21 декабря 1979 г. № 4931

УДК 676.1.06.01:006.354 Группа К59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

ПОЛУФАБРИКАТЫ ВОЛОКНИСТЫЕ И СЫРЬЕ ИЗ ОДНОЛЕТНИХ РАСТЕНИЙ ДЛЯ ЦЕЛЛЮЛОЗНО-БУМАЖНОГО ПРОИЗВОДСТВА

Метод определения содержания лигнина

Fibre semi-products and raw materials of annuals for and paper industry. Method for determination of lignin

ГОСТ 11960—79

Взамен ГОСТ 11960—66

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21 декабря 1979 г. № 4931 срок действия установлен

с 01.01.1981 г.
до 01.01.1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Сущность метода заключается в гидролизе смесью серной и фосфорной кислот волокнистых материалов и сырья, предварительно подвергнутых экстракции хлористым метиленом.

Стандарт соответствует рекомендации СЭВ по стандартизации РС 554—66 в части методики проведения анализа.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб целлюлозы — по ГОСТ 7004—78, соломы и тростника — по ГОСТ 11911—66.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Электрическая лопастная ротационная быстроходная мельница любого типа с числом оборотов 1000—15000 в минуту.

Шкаф сушильный с естественной циркуляцией воздуха и автоматическим регулированием температуры от 30 до 200°С. Погрешность регулирования ±3%.

Термостат водяной.

Весы лабораторные рычажные с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г по ГОСТ 19491—74.

Эксикатор по ГОСТ 6371—73.

Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 7148—70.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

© Издательство стандартов, 1980

Фильтры обеззоленные с синей лентой или фильтр со стеклянной пористой пластинкой № 2 и 3 по ГОСТ 9775—69.

Воронка по ГОСТ 8613—75, тип В.

Стакан стеклянный лабораторный по ГОСТ 10394—72, вместимостью 500—800 мл.

Термометр по ГОСТ 2045—71.

Пипетка по ГОСТ 20292—74, вместимостью 15 мл.

Цилиндр по ГОСТ 1770—74, вместимостью 500 мл.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., 75%-ная, плотностью 1,669 при 20°С.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—58, ч. д. а., с массовой долей фосфорной кислоты не менее 85%, плотностью не менее 1,698 при 20°С.

Смесь кислотная из 6 частей серной кислоты и 1 части ортофосфорной кислоты.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233—77, ч. д. а., раствор 0,5 г/л натрия хлористого.

Кальций хлористый безводный по ГОСТ 4161—77, гранулированный, прокаленный, ч.

Метиловый оранжевый по ГОСТ 10816—64.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

Нафталин, ч. д. а.

Асбест очищенный.

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Перед испытанием определяют массовую долю смол и жиров по ГОСТ 6841—77.

3.2. Экстрагированную пробу высушивают на воздухе и разрыхляют на электрической мельнице 10—15 с.

3.3. Влажность испытуемой пробы определяют в отдельной навеске по ГОСТ 16932—71.

3.4. Определение массовой доли золы в пробе — по ГОСТ 18461—73.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Из экстрагированной пробы, подготовленной по пп. 3.1 и 3.2, берут навеску массой около 1 г, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в химический стакан и смачивают 15 мл кислотной смеси. Стакан с пробой помещают в водный термостат температурой 35,0±0,5°С и выдерживают 45 мин при периодическом перемешивании содержимого стакана.

По истечении указанного времени в стакан добавляют 400 мл дистиллированной воды, содержимое стакана нагревают до кипения и кипятят 15 мин.

Стакан оставляют на 10 мин для охлаждения и отстаивания выделившегося осадка лигнина.

4.2. Раствор с осадком лигнина фильтруют через два уравновешенных бумажных фильтра или через фильтр со стеклянной пористой пластинкой.

4.3. При фильтровании через бумажный фильтр лигнин промывают раствором хлористого натрия до полного удаления следов кислоты, используя в качестве индикатора метиловый оранжевый.

Промывку лигнина на стеклянном фильтре проводят при слабом вакууме, который постепенно увеличивают.

Фильтры с осадком лигнина высушивают в сушильном шкафу при температуре 103±2°С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием до комнатной температуры, затем верхний фильтр с лигнином взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, при этом нижний фильтр перекладывают на чашку весов с разновесами.

4.4. При фильтровании через фильтр со стеклянной пористой пластинкой лигнин фильтруют в горячем состоянии через предварительно высушенный до постоянной массы фильтр с пористой пластинкой № 3. Для ускорения фильтрации и облегчения удаления лигнина с фильтра (по окончании анализа) применяют фильтрование под разряжением через фильтр с пористой пластинкой № 2, применяя при этом нафталиновую «подушку».

Нафталиновую «подушку» готовят следующим способом: 25 г нафталина растворяют в 500 мл этилового спирта при нагревании в термостате при температуре 40°С, после чего раствор фильтруют через бумажный фильтр. В фильтрат добавляют 500 мл дистиллированной воды для выделения нафталина. 20—25 мл приготовленной смеси переносят на пористую пластинку фильтра, сильно отсасывают и промывают дистиллированной водой до достижения прозрачности промывной воды.

Лигнин на фильтре промывают горячим раствором 0,5 г/л хлористого натрия до полного удаления следов кислоты. Промывку производят при слабом вакууме, который постепенно увеличивают.

Фильтр с остатком лигнина высушивают в сушильном шкафу при температуре 103±2°С до постоянной массы.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю лигнина (X) в процентах к абсолютно сухой пробе вычисляют по формуле

$$X=\frac{(Л-А)(100-Б)100}{Е(100-В)},$$

где $Л$ — масса лигнина, г;

$А$ — масса золы, содержащейся в лигнине, г (если массовая доля золы не определяется, $А=0$);

$Б$ — массовая доля экстрагируемых веществ, %;

$Е$ — масса экстрагированной воздушной сухой пробы, г;

$В$ — влажность пробы, %.

Результат единичного определения выражают с точностью на порядок выше, чем округляют окончательный результат испытания.

5.2. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до 0,1%.

Допустимые расхождения между двумя параллельными определениями при доверительной вероятности (Р), равной 0,95, не должны превышать величин, указанных в таблице.

Массовая доля лигнина, %	Допустимые расхождения, %
До 1,0	0,1
Св. 1,0	0,2

Конгр

Группа К59

Изменение № 1 ГОСТ 11960—79 Полуфабрикаты волокнистые и сырье из однолетних растений для целлюлозно-бумажного производства. Метод определения содержания лигнина

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 13.03.85 № 549 срок введения установлен

с 01.09.85

Наименование стандарта. Исключить слово: «содержания».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 5409.

Вводная часть. Заменить слова: «Сущность метода заключается в» на «Метод основан на»; второй абзац исключить.

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: мл на $см^3$, г/л на $г/дм^3$.

Пункт 1. Заменить ссылку: ГОСТ 11911—66 на «нормативно-технической документации».

(Продолжение см. с. 196)

(Продолжение изменения к ГОСТ 11960—79)

Раздел 2. Первый абзац изложить в новой редакции: «Электрическая лопастная ротационная быстроходная мельница по нормативно-технической документации с частотой вращения (200±10) $с^{-1}$ (12000±600) об/мин»;

третий абзац дополнить словами: «лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры (35,0±0,5) °С»;

четвертый абзац изложить в новой редакции: «Весы лабораторные общего назначения с погрешностью взвешивания не более 0,0002 г по ГОСТ 24104—80»;

восемнадцатый абзац. Заменить слова: «по ГОСТ 10816—64» на «готовят по ГОСТ 4919.1—77»;

заменить ссылки: ГОСТ 6371—73, ГОСТ 9775—69, ГОСТ 8613—75, ГОСТ 10394—72, ГОСТ 7148—70 на ГОСТ 25336—82, ГОСТ 6552—58 на ГОСТ 6552—80.

Пункт 3.2 после слова «высушивают» дополнить словами: «около 5 ч».

Пункт 3.3. Заменить ссылку: ГОСТ 16932—71 на ГОСТ 16932—82.

Пункт 5.1. Последний абзац изложить в новой редакции: «Результат единичного определения округляют до 0,01 %».

(ИУС № 6 1985 г.)

Редактор *Т. В. Смыка*
Технический редактор *В. Н. Прусакова*
Корректор *Р. В. Ананьева*

Сдано в набор 17.01.80 **Подп. в печ.** 20.02.80 0,5 п. л. 0,36 уч.-изд. л. Тир 8000 Цена 3 коп.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов. 123557, Москва, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак 165

gost.e-ecolog.ru