МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СРЕДНЕЙ СТЕПЕНИ ПОЛИМЕРИЗАЦИИ

Издание официальное

БЗ 4—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.728:542.952.6.08:006.354 Группа К59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА

Метод определения средней степени полимеризации

ГОСТ 9105—74

The determination method of polymerisation average degree

ОКСТУ 5409

Дата введения 01.07.75

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу и устанавливает метод определения средней степени полимеризации.

Метод основан на определении вязкости разбавленных медно-аммиачных растворов целлюлозы.

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 7004.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения испытания должны применяться следующие аппаратура, материалы и растворы:

- банки полиэтиленовые (черт. 1) или стеклянные с пришлифованными пробками вместимостью 50 или 100 см^3 для растворения целлюлозы;
- аппарат для взбалтывания растворов целлюлозы типа АВР-3 конструкции Центрального научно-исследовательского института бумаги;
- бюретки 1—2—50 и 1—2—100 ГОСТ 29252;
- вискозиметр капиллярный стеклянный ВПЖ-3—0,03, ХСЗ ГОСТ 10028;
- термостат жидкостный лабораторный, обеспечивающий поддержание температуры (20±0,2) °С;
- секундомер типа СОПпр-2-а-3—000 с ценой деления 0,2 с по ТУ 25—1894—003;
- насос водоструйный или вакуумный по ГОСТ 25336;
- весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и с погрешностью взвешивания не более 0,002 г по ГОСТ 24104;
- проволока медная круглая электротехническая диаметром 3,0—5,0 мм по ТУ 16.К71.087, в виде кусочков массой около 1,5 г каждый;
- медно-аммиачный раствор следующего состава: (13±0,2) г/дм^3 меди, (200±2) г/дм^3 аммиака и 2 г/дм^3 сахарозы, приготовленный по ГОСТ 14363.2;
- термометр по ГОСТ 28498;
- кислота соляная по ГОСТ 3118, ч. д. а., раствор 1:3;
- кислота соляная по ГОСТ 3118, ч.д.а., раствор с массовой долей 10 %;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709;
- бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

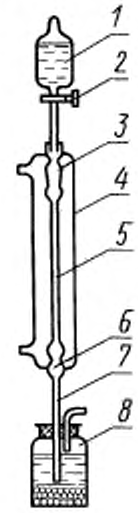
© Издательство стандартов, 1974
© ИПК Издательство стандартов, 1999
Переиздание с Изменениями

Полиэтиленовая банка



Черт. 1

Капиллярный вискозиметр



1 — насадка; *2* — кран; *3* и *6* — шлифты; *4* — рубашка вискозиметра; *5* — капилляр; *7* — промежуточная стеклянная трубка; *8* — полиэтиленовая банка

Черт. 2

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовка проб к испытанию — по ГОСТ 19318, разд. 3.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

3.2. Рабочий объем банок для растворения целлюлозы определяют следующим образом. В чистую сухую стеклянную или полиэтиленовую банку помещают (в зависимости от объема банки) 15 или 30 г меди. Из бюретки заполняют банку дистиллированной водой при температуре (20±0,2) °С. После заполнения водой полиэтиленовой банки необходимо вставить в нее резиновую пробку, снабженную капиллярной трубкой с зажимом (стеклянный шарик в резиновой трубке). Слегка сдавливая банку при открытом зажиме, вытесняют из нее остатки воздуха до заполнения водой капиллярной трубки и закрывают зажим.

Рабочий объем банки (V), см^3, вычисляют по формулам:

$$V = V_1 - 0{,}1 \text{ при объеме банки 50 см}^3;$$

$$V = V_1 - 0{,}2 \text{ при объеме банки 100 см}^3,$$

где V_1 — общий объем воды в банке, см^3;

0,1 или 0,2 — объем, занимаемый навеской целлюлозы, см^3.

Допускается определять рабочий объем банки весовым методом.

3.3. Приготовление медно-аммиачного раствора целлюлозы

Концентрацию медно-аммиачного раствора целлюлозы выбирают в зависимости от ожидаемого показателя степени полимеризации. Она должна быть подобрана так, чтобы величина, характеризующая повышение вязкости раствора по отношению к вязкости растворителя, находилась в пределах 0,3—1,0.

Рекомендуются следующие концентрации растворов:

- при степени полимеризации целлюлозы от 450 до 1000 — 1,5 г/дм^3 (0,15 %);
- при степени полимеризации св. 1000 — 1 г/дм^3 (0,1 %) или 0,75 г/дм^3 (0,075 %).

Расчет навески воздушно-сухой целлюлозы (G) в граммах, необходимой для приготовления медно-аммиачного раствора целлюлозы, проводят по формуле

$$G = \frac{V C 100}{1000 (100 - W)} = \frac{V C}{10 (100 - W)},$$

где V — рабочий объем банки, см^3;

C — концентрация целлюлозы в растворе, г/дм^3;

W — влажность целлюлозы, %.

Навеску воздушно-сухой целлюлозы, взвешенную с точностью до третьего десятичного знака, и 30 или 15 т меди помещают в стеклянную или полиэтиленовую банку. Из бюретки заполняют банку медно-аммиачным раствором при температуре (20±0,2) °С в количестве, равном рабочему объему банки. Стеклянную банку закрывают притертой пробкой, закрепляя ее двумя плоскими резиновыми кольцами. При использовании полиэтиленовой банки последовательно выполняют операции, указанные в п. 3.2, затем резиновую пробку закрепляют гайкой. Заполненную банку помещают в аппарат для взбалтывания и растворяют целлюлозу в течение 10—30 мин.

Необходимо убедиться в полном растворении целлюлозы путем визуального осмотра банки в проходящем свете.

Затем банку с раствором целлюлозы помещают в термостат на 10 мин при температуре (20±0,2) °С.

(Измененная редакция, Изм. № 1—3).

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Определение вязкости медно-аммиачного раствора целлюлозы

Банку вынимают из термостата, открывают и соединяют её с нижним концом вискозиметра промежуточной стеклянной трубкой (см. черт. 2) таким образом, чтобы забрать нижний слой раствора из банки. На верхний конец вискозиметра надевают насадку, соединенную с насосом, и, открывая стеклянный кран, засасывают раствор из банки через вискозиметр до тех пор, пока насадка не наполнится наполовину. Затем кран закрывают, отделяют от вискозиметра насадку и банку с промежуточной трубкой и измеряют секундомером время истечения раствора между верхней и нижней метками вискозиметра (t_1).

Таким же образом определяют время истечения растворителя (t_0). При проведении непрерывных измерений вязкости растворов предварительная промывка вискозиметра не требуется, так как при засасывании раствора в насадку вискозиметр промывается раствором, подлежащим испытанию.

По окончании испытаний вискозиметр должен быть промыт водой, раствором соляной кислоты 1:3 и дистиллированной водой, которые засасываются насосом. Банки и кусочки меди промывают проточной водой, обрабатывают раствором соляной кислоты с массовой долей 10 % и снова промывают проточной водой, а затем дистиллированной. Промытые кусочки меди просушивают на фильтровальной бумаге. Они должны иметь блестящую поверхность, на покрытую окисью меди.

Высушенная медь должна храниться в сухой закрытой банке.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Из полученных данных рассчитывают величину удельной вязкости ($\eta_у$), характеризующую повышение вязкости раствора по отношению к вязкости растворителя, по формуле

$$\eta_у = \frac{t_1}{t_0} - 1. \qquad (1)$$

Затем рассчитывают характеристическую вязкость [η] по формуле

$$[\eta] = \frac{\eta_у}{C (1 + K' \eta_у)}, \qquad (2)$$

где C — концентрация целлюлозы в растворе, г/дм^3;

K' — константа, равная для медно-аммиачных растворов целлюлозы 0,29.

Среднюю степень полимеризации (*СП*) вычисляют по формуле

$$СП = \frac{[\eta]}{K_m}, \qquad (3)$$

где K_m — вязкостно-молекулярная константа, равная для медно-аммиачных растворов целлюлозы $5 \cdot 10^{-4}$.

Из формул (2) и (3) получают для расчета средней степени полимеризации уравнение

$$СП = \frac{10000\,\eta_y}{5\,C\,(1+0{,}29\,\eta_y)} = \frac{2000\,\eta_y}{C\,(1+0{,}29\,\eta_y)}. \qquad (4)$$

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, округленное до десяти при степени полимеризации до 450, до двадцати при степени полимеризации св. 450. Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений, проведенных в одной лаборатории и на одном вискозиметре, не должны превышать 4 % среднего арифметического значения.

Примеры расчетов *СП* — по табл. 1 и 2.

а) *При концентрации раствора 0,1 %*

Если время истечения чистого медно-аммиачного раствора (растворителя) $t_0 = 81$ с, а время истечения медно-аммиачного раствора целлюлозы с концентрацией 0,1 % $t_1 = 116{,}4$ с, то

$$\eta_y = \frac{116{,}4}{81} - 1 = 0{,}437.$$

В табл. 1 приведены величины η_y от 0,30 до 1,10 с погрешностью не более 0,01. При $\eta_y = 0{,}437$ показатель *СП* находится в пределах 765—780. Разность этих показателей равна 15 ед.

Сначала по табл. 1 находят значения *СП* при $\eta_y = 0{,}43$, равное 765, а затем по разности 15 в табл. 2 находят дополнительное значение для третьего знака 0,007, равное 10,5 ед.

Суммируя найденные величины, получают окончательное значение

$$СП = 765 + 10{,}5 = 775{,}5.$$

б) *При концентрации растворов меньше или больше 0,1 %.*

Расчеты проводят по табл. 1 и 2 для концентрации раствора 0,1 % с поправками на концентрацию раствора.

Если при концентрации раствора, например 0,075 % (0,75 г/дм³), $\eta_y = 0{,}437$, то *СП* целлюлозы с учетом поправки на концентрацию будет

$$СП = 775{,}5 : 0{,}75 = 1034.$$

Если при концентрации раствора, например 0,15% (1,5 г/дм³), $\eta_y = 0{,}521$, то *СП*, найденная по табл. 1 и 2, будет равна 904 + 1,5 = 905,5.

Тогда *СП* = 905,5 : 1,5 = 603,6.

Таблица 1

Пересчет величин η_y в показатель *СП* при *С* = 0,1 %

η_y	*СП*	η_y	*СП*	η_y	*СП*	η_y	*СП*
0,20	385	0,34	619	0,48	843	0,62	1051
0,21	400	0,35	635	0,49	858	0,63	1065
0,22	416	0,36	652	0,50	873	0,64	1080
0,23	432	0,37	668	0,51	889	0,65	1094
0,24	449	0,38	685	0,52	904	0,66	1108
0,25	466	0,39	701	0,53	919	0,67	1122
0,26	484	0,40	717	0,54	934	0,68	1136
0,27	500	0,41	733	0,55	949	0,69	1150
0,28	518	0,42	749	0,56	964	0,70	1164
0,29	535	0,43	765	0,57	978	0,71	1177
0,30	552	0,44	780	0,58	993	0,72	1191
0,31	569	0,45	796	0,59	1007	0,73	1205
0,32	586	0,46	812	0,60	1022	0,74	1218
0,33	602	0,47	827	0,61	1037	0,75	1232

Продолжение табл. 1

η_y	*СП*	η_y	*СП*	η_y	*СП*	η_y	*СП*
0,76	1246	0,85	1364	0,94	1477	1,03	1586
0,77	1259	0,86	1377	0,95	1490	1,04	1598
0,78	1272	0,87	1390	0,96	1502	1,05	1610
0,79	1285	0,88	1402	0,97	1514	1,06	1622
0,80	1299	0,89	1415	0,98	1526	1,07	1633
0,81	1312	0,90	1427	0,99	1533	1,08	1645
0,82	1325	0,91	1440	1,00	1550	1,09	1656
0,83	1338	0,92	1452	1,01	1562	1,10	1668
0,84	1351	0,93	1465	1,02	1574		

Таблица 2

Тысячные доли η_y	Разности показателей *СП*					
	17	16	15	14	13	12
0,001	1,7	1,6	1,5	1,4	1,3	1,2
0,002	3,4	3,2	3,0	2,8	2,6	2,4
0,003	5,1	4,8	4,5	4,2	3,9	3,6
0,004	6,8	6,4	6,0	5,6	5,2	4,8
0,005	8,5	8,0	7,5	7,0	6,5	6,0
0,006	10,2	9,6	9,0	8,4	7,8	7,2
0,007	11,9	11,2	10,5	9,8	9,1	8,4
0,008	13,6	12,8	12,0	11,2	10,4	9,6
0,009	15,3	14,4	13,5	12,6	11,7	10,7

(Измененная редакция, Изм. № 2).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

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

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Л.Е. Де-Милло, В.А. Солган, Ц.В. Виландберг

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 14.07.74 № 1477**

3. **ВЗАМЕН ГОСТ 9105—59**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2.1
ГОСТ 6709—72	2.1
ГОСТ 7004—93	1.1
ГОСТ 10028—81	2.1
ГОСТ 12026—76	2.1
ГОСТ 14363.2—83	2.1
ГОСТ 19318—73	3.1
ГОСТ 24104—88	2.1
ГОСТ 25336—82	2.1
ГОСТ 28498—90	2.1
ГОСТ 29252—91	2.1
ТУ 25—1894—003—90	2.1
ТУ 16.К71.087—90	2.1

5. **Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта от 20.08.91 № 1371**

6. **ПЕРЕИЗДАНИЕ (ноябрь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1981 г., апреле 1986 г., августе 1991 г. (ИУС 4—81, 7—86, 11—91)**

Редактор *В.П. Огурцов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 18.11.98. Подписано в печать 04.12.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,62.
Тираж 000 экз. С1531. Зак. 836.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru