ГОСТ 30437—96
(ИСО 3688—77)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ЦЕЛЛЮЛОЗА

## Метод определения белизны

Издание официальное

БЗ 3—2001

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 144, Украинским государственным научно-исследовательским институтом целлюлозно-бумажной промышленности (УкрНИИБ)

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 10 от 3 октября 1996 г.)

За принятие проголосовали:

| Наименование государства | Наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|
| Республика Беларусь | Госстандарт Республики Беларусь |
| Республика Казахстан | Госстандарт Республики Казахстан |
| Российская Федерация | Госстандарт России |
| Республика Узбекистан | Узгосстандарт |
| Украина | Госстандарт Украины |

3 Настоящий стандарт содержит полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 3688—77 «Целлюлоза. Определение коэффициента диффузного отражения в голубом свете (степень белизны по ИСО)», дополненный разделом «Сущность метода», «Приложением А» и требованиями, отражающими потребности экономики страны, которые в тексте выделены курсивом

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 21 февраля 2001 г. № 83-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30437—96 (ИСО 3688—77) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2001 г.

5 ВЗАМЕН ГОСТ 7690—76 в части измерения белизны целлюлозы

© ИПК Издательство стандартов, 2001

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

**к ГОСТ 30437—96 Целлюлоза. Метод определения белизны**

| В каком месте | Напечатано | Должно быть | |
|---|---|---|---|
| Предисловие. Таблица согласования | — | Азербайджанская Республика | Азгосстандарт |
| | — | Республика Молдова | Молдовастандарт |
| | | Республика Таджикистан | Таджикстандарт |
| | | Туркменистан | Главгосслужба «Туркменстандартлары» |

(ИУС № 12 2001 г.)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# ЦЕЛЛЮЛОЗА

## Метод определения белизны

Pulps. Method for determination of brightness

Дата введения 2001—07—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу и устанавливает метод определения белизны. Применяется вместе с ГОСТ 30116.

Стандарт не распространяется на целлюлозу, в которую добавлены оптические люминесцентные отбеливатели.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7004—93 (ИСО 7213—81) Целлюлоза. Отбор проб для испытаний

ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10138—93 Ткани чистольняные, льняные и полульняные бельевые. Общие технические условия

ГОСТ 10652—73 Соль динатриевая этилендиамин-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б)

ГОСТ 12026—76 Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия

ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия

ГОСТ 25336—82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25794.1—83 Реактивы. Методы приготовления титрованных растворов для кислотно-основного титрования

ГОСТ 29298—92 Ткани хлопчатобумажные и смешанные бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 30094—93* Полуфабрикаты волокнистые. Дезинтеграция в воде в лабораторных условиях

ГОСТ 30116—94 (ИСО 2469—77) Бумага, картон и целлюлоза. Измерение коэффициента диффузного отражения

---

* На территории Российской Федерации не принят.

## 3 Определения

В настоящем стандарте применяют следующий термин с соответствующим определением:

**коэффициент диффузного отражения в синей области спектра или белизна:** Собственный коэффициент диффузного отражения, определяемый при эффективной длине волны 457 нм, на приборе, соответствующем требованиям ГОСТ 30116.

## 4 Сущность метода

Метод основан на измерении в синей области спектра при эффективной длине волны 457 нм коэффициента диффузного отражения поверхности светонепроницаемой стопы образцов по отношению к коэффициенту отражения абсолютного рассеивателя, принимаемого за 100 %.

## 5 Отбор проб

*5.1 Отбор проб целлюлозы по ГОСТ 7004 с дополнениями:*

5.1.1 Пробу целлюлозы отбирают с кип, рулонов, *мешков.*

5.1.2 Из отобранной пробы изготовляют не менее четырех отливок минимальной массой 1 м$^2$ 200 г.

На одну испытуемую отливку берется навеска целлюлозы 2 г (в пересчете на абсолютно сухую массу).

*При диаметре воронки Бюхнера 90 мм навеска целлюлозы составляет 1,3 г (в пересчете на абсолютно сухую массу).*

5.2 Отобранная проба должна быть защищена от воздействия света, тепла и влаги.

## 6 Аппаратура, реактивы и вспомогательные материалы

6.1 Для измерения белизны применяют фотометрический прибор, откалиброванный образцовыми средствами измерения и соответствующий требованиям ГОСТ 30116, (*например фотометр белизны бумаги — Лейкометр фирмы Carl Zeiss IENA*).

*Допускается использовать спектрофотометры типов Спекол-10, Спекол-11 с шаровой приставкой Rd/o для измерения белизны целлюлозы. Спектрофотометры указанных типов настраивают по поверочным пластинам со значением белизны, отличающимся от значения белизны контролируемой продукции не более чем на ±10 %.*

6.1.1 *Абсолютная погрешность фотометра не должна превышать 0,5 %.*

6.2 Фильтр, который вместе со спектральными характеристиками прибора должен обеспечить эффективную длину волны (457±0,5) нм и полуширину пропускания 44 нм.

6.3 Две рабочие поверочные пластины *должны соответствовать требованиям ГОСТ 30116.*

6.3.1 Рабочие поверочные пластины следует *не реже одного раза в 10 дней* калибровать сличением с образцовыми средствами измерений при помощи фотометрического прибора по ГОСТ 30116.

6.3.2 Для калибровки следует применять образцовые средства измерений (*стандартные образцы*), значения белизны которых отличаются от значения белизны рабочей поверочной пластины не более чем на ±5 %. Измеренные значения белизны округляют до 0,1 % и записывают на временном свидетельстве до следующей калибровки сличением.

6.4 Дезинтегратор целлюлозы *должен быть из некорродируемого материала (например быстроходная пропеллерная мешалка типа БМ-3).*

Примечание — Оборудование, с которым соприкасается целлюлоза, изготовляют из некорродируемого материала (например стекло, фарфор, пластмасса, хромированная или нержавеющая сталь), т. к. ионы металлов, которые окисляются, придают целлюлозе красноватый оттенок.

6.5 Воронка Бюхнера должна быть изготовлена из некорродируемого материала, перфорированное дно которой должно быть плоским внутренним диаметром 115 мм и вместимостью не менее 500 см$^3$.

*Примечание — Допускается применение воронки Бюхнера внутренним диаметром 90 мм и вместимостью 200 см$^3$ по ГОСТ 9147.*

*6.6 Колба для фильтрования под вакуумом вместимостью 1000—2000 см³ по ГОСТ 25336.*

*6.7 Насос вакуумный (например насос водоструйный по ГОСТ 25336).*

6.8 Пресс дисковый гидравлический (*либо другого типа*), создающий давление 300—500 кПа.

6.9 Диски из некорродируемого материала (нержавеющей стали, хромированного металла, *текстолита,* гибкого пластика) с гладкой поверхностью диаметром, превышающим диаметр отливки не менее 10 мм и толщиной 1,0—1,5 мм.

6.10 pH-метр лабораторного типа со стеклянным и каломельным электродами и терморегулятором с погрешностью измерения не более ±0,05 ед. pH.

6.11 *Фильтры обеззоленные марки «красная лента» диаметром 110 мм* или бумага фильтровальная быстрофильтрующая, которая не должна содержать люминесцентные вещества и растворимые примеси (*например марки ФОБ по ГОСТ 12026*).

*Примечание — Допускаются фильтры диаметром 90 мм, если применяют воронку Бюхнера меньшего диаметра чем 115 мм.*

6.12 *Фильтры обеззоленные марки «синяя лента» диаметром 125 мм* либо бумага фильтровальная, медленнофильтрующая, которая не должна содержать люминесцентные вещества и растворимые примеси (*например марки ФОМ по ГОСТ 12026).*

*Примечание — Допускаются фильтры диаметром 110 мм, если применяют воронку Бюхнера меньшего диаметра чем 115 мм.*

6.13 Бумага промокательная белая, массой 1 м² 250 г, не содержащая люминесцентных веществ, применяется во время прессования как прокладка между испытуемыми образцами для впитывания воды.

*6.14 Прокладки белые льняные по ГОСТ 10138 или из шифона, или из бязи по ГОСТ 29298.*

6.15 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода эквивалентной чистоты, не содержащая красящих веществ, ионов железа, меди.

6.16 Соль динатриевая этилендиамина-N, N, N′, N′-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б) по ГОСТ 10652.

Раствор трилона Б готовят следующим образом: 5 г соли растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды.

Примечание — При изготовлении отливок раствор трилона Б добавляют в дистиллированную воду для предотвращения изменения цвета отливок.

6.17 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Готовят раствор молярной концентрации $c$ (NaOH) = 1 моль/дм³ по ГОСТ 25794.1.

6.18 Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³.

6.19 Кислота серная по ГОСТ 4204 плотностью 1,84 г/см³.

Раствор концентрации $c$ ($^1/_2$ $H_2SO_4$) = $^1/_2$ моль/дм³ готовят по ГОСТ 25794.1 или по стандарт-титру (фиксаналу).

*6.20 Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104 с пределом взвешивания не более 1000 г и погрешностью взвешивания ±0,03 г.*

## 7 Подготовка образцов

### 7.1 Приготовление суспензии

Пробу целлюлозы расслаивают и разрывают на кусочки размером не более 3 см в наибольшем измерении. Отбирают навеску целлюлозы 9—10 г (*в пересчете на абсолютно сухую массу*) и помещают в дезинтегратор (6.4), наливают 1 дм³ дистиллированной воды, добавляют раствор трилона Б (6.16) по 1 см³ на каждую отливку и выдерживают около 30 мин для облегчения разделения волокон. Целлюлозу разбирают в дезинтеграторе по ГОСТ 30094 до полного разделения волокон без заметного их укорачивания.

*Примечание — Допускается навеска целлюлозы 6,5—7,0 г (в пересчете на абсолютно сухую массу) при использовании воронки Бюхнера диаметром 90 мм.*

Образовавшуюся суспензию разбавляют водой до 6 дм³ и определяют концентрацию волокна.

*Если для изготовления отливок было отобрано 6,5—7,0 г целлюлозы, то целлюлозную суспензию не разбавляют водой и не определяют ее концентрацию.*

**7.2 Изготовление отливок**

При изготовлении отливок необходимо измерять pH целлюлозной суспензии на pH-метре (6.10).

7.2.1 Отливки изготовляют из целлюлозной суспензии, pH которой должна быть 4,0—5,5.

Если значение pH меньше 4,0, в целлюлозную суспензию добавляют раствор гидроокиси натрия (6.17).

Если значение pH больше 5,5, в целлюлозную суспензию добавляют раствор серной кислоты (6.18).

Примечание — Степень белизны небеленной целлюлозы зависит от pH целлюлозной суспензии. Поэтому определение белизны целлюлозы должно проводиться на испытуемых отливках, полученных из целлюлозной суспензии, pH которой находится в пределах 4,0—5,5.

7.2.2 Тщательно перемешивают суспензию и разделяют ее на порции так, чтобы каждая порция содержала 2 г абсолютно сухой целлюлозы.

*Примечание — При использовании воронки Бюхнера диаметром 90 мм порция суспензии должна содержать 1,3 г абсолютно сухой целлюлозы.*

7.2.3 Из полученной суспензии изготовляют четыре отливки следующим образом.

Каждую порцию суспензии перемешивают и отфильтровывают на воронке Бюхнера (6.5) *через предварительно смоченный фильтр марки «красная лента»* (6.11). Для получения равномерной отливки необходимо воронку располагать горизонтально *на колбе для фильтрования (6.6) под вакуумом,* а под фильтр подложить *белую прокладку (6.14).* Фильтрат отсасывают насосом.

Избегают избыточного прохождения воздуха через отливку и после исчезновения зеркала отлива отсасывание прекращают.

Извлекают отливку вместе с фильтром из воронки и укладывают ее верхней стороной *на фильтр марки «синяя лента» (6.12). Осторожно отделяют от отливки использованный фильтр и заменяют его другим фильтром марки «синяя лента».*

7.2.4 Отливки прессуют на прессе (6.8) при давлении 300 кПа в течение 1 мин, при этом под пресс закладывают многослойный набор, включающий:

- диск (6.9);
- два сухих листа промокательной бумаги (6.13);
- отливку между двумя фильтрами;
- два сухих листа промокательной бумаги;
- диск;
- два сухих листа промокательной бумаги;
- следующую отливку между двумя фильтрами и т. д.

Полученный набор располагают по центру на плите пресса.

7.2.5 После прессования от отливки отделяют фильтры, а затем отливки, прикрытые этими же фильтрами, развешивают и высушивают при комнатной температуре до сухости 85 %—95 % в течение 2,5—4,0 ч.

*Допускается обдув отливок вентилятором.*

7.2.6 Высушенные отливки, защищенные фильтрами, прессуют на прессе (6.8) при давлении 300—500 кПа в течение 0,5 мин.

Маркировку отливки проводят на верхней стороне для обозначения отливки и ее верхней стороны.

7.2.7 Отливки нужно сложить в стопу верхней стороной вверх. Стопа должна быть защищена сверху и снизу защитными листами от загрязнения, воздействия света и тепла.

Белизну отливок измеряют сразу после их изготовления, но не позднее чем через 4 ч после сушки.

## 8 Проведение испытания

8.1 При измерении белизны целлюлозы используют световой поток лампы накаливания фотометрического прибора (6.1).

8.2 Белизну измеряют при введенном синем светофильтре прибора, обеспечивающем эффективную длину волны 457 нм.

8.3 Перед каждой серией измерений прибор настраивают с помощью рабочей поверочной

пластины, белизна которой наиболее близка к белизне испытуемых образцов и *отличается от нее не более чем на ±10 %.*

8.4 При измерении белизны целлюлозы со стопы образцов (отливок) необходимо удалить предохранительные листы, не прикасаясь пальцами к испытуемой поверхности.

Белизну целлюлозы измеряют только на верхней стороне образца. Считывают показания прибора и записывают результат, округляя его до 0,1 %.

Верхний испытуемый образец перекладывают в низ стопы и измеряют белизну следующего образца до тех пор, пока будет измерена белизна всех образцов.

*8.5 Допускается измерение белизны целлюлозы экспресс-методом, который приведен в приложении А.*

*8.6 При разногласиях в оценке качества целлюлозы белизну определяют только в отливках.*

## 9 Выражение результатов

Белизну целлюлозы выражают в процентах. За результат испытания принимают среднее арифметическое значение четырех измерений белизны, округленное до 0,5 %.

## 10 Протокол испытания

В протокол испытания записывают следующие данные:

а) необходимые сведения об образце;

б) ссылку на настоящий стандарт;

в) результаты испытания и форму их выражения;

г) отклонения от настоящего стандарта, которые влияют на результаты испытаний;

д) характерные явления, наблюдаемые при испытаниях;

*е) сведения о применяемом приборе.*

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(рекомендуемое)

### Экспресс-метод определения белизны целлюлозы

А.1 Отбор проб — по ГОСТ 7004.

А.2 От пробы целлюлозы отбирают 10 образцов листовой целлюлозы размером (100±5) × (100±5) мм.

А.3 При испытаниях белизны целлюлозы применяют фотометрический прибор (6.1), стандартные образцы и рабочие поверочные пластины (6.3).

А.4 Подготовку стандартных образцов и рабочих поверочных пластин проводят согласно 6.3.

А.5 Десять испытуемых образцов листовой целлюлозы складывают в две стопы более гладкой стороной вверх. Образцы должны быть чистыми и ровными. Влажность образцов должна быть не более 20 %.

А.6 Белизну образцов листовой целлюлозы измеряют на более гладкой стороне образцов в соответствии с разделом 8.

А.7 Белизну целлюлозы $W$, %, вычисляют по формуле

$$W = W_{л}\, a, \qquad (1)$$

где $W_{л}$ — среднее арифметическое значение десяти измерений белизны образцов листовой целлюлозы;

$a$ — поправочный коэффициент, полученный экспериментально для данных условий производства, как отношение белизны целлюлозы в отливках к белизне листовой целлюлозы.

За результат испытаний принимают среднее значение белизны целлюлозы, выраженное ближайшим числом, кратным 0,5.

УДК 676.1:006.354 МКС 85.040 К59 ОКСТУ 5410

Ключевые слова: целлюлоза, метод определения белизны, коэффициент диффузного отражения, подготовка образцов, приборы, проведение испытания

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 04.06.2001. Подписано в печать 26.06.2001. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 000 экз. С 1196. Зак. 642.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062, Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru