МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДНОГО ЧИСЛА

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.728:543.06:006.354 Группа К59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА

Метод определения медного числа

Pulp. Method for determination of copper number

ГОСТ 9418—75
Взамен ГОСТ 9418—60

ОКСТУ 5409

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 05.10.75 № 2562 дата введения установлена 01.01.77

Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу и устанавливает метод определения медного числа.

Метод определения медного числа основан на восстановлении альдегидными группами целлюлозы окисной меди до закисной и на количественном определении закисной меди. Медное число — это масса меди в граммах, восстанавливаемой 100 г целлюлозы.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 7004—93.

Разд. 1. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

2.1. Для проведения испытания применяют:

весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью не более 0,0002 г по ГОСТ 24104—88*;

секундомер по НТД;

электроплитку;

колбы для фильтрования под вакуумом вместимостью 500 см^3 по ГОСТ 25336—82;

воронки фильтрующие типа ВФ—40 пор 100 по ГОСТ 25336—82;

колбы конические со шлифом вместимостью 50 и 250 см^3 по ГОСТ 25336—82;

холодильник воздушный с притертой пробкой длиной не менее 500 мм;

бюретки вместимостью 25 см^3 по НТД;

цилиндры измерительные вместимостью 50 см^3 по ГОСТ 1770—74;

колбы мерные вместимостью 1000 см^3 по ГОСТ 1770—74;

сосуд вместимостью 1000 см^3;

палочки стеклянные;

баню водяную;

фильтр бумажный;

медь сернокислую по ГОСТ 4165—78, ч. д. а.;

калий-натрий виннокислый по ГОСТ 5845—79, ч. д. а.;

* С 01.07.2002 г. вводится в действие ГОСТ 24104—2001.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание (апрель 2002 г.) с Изменением № 1, утвержденным в марте 1986 г. (ИУС 6—86)

© Издательство стандартов, 1975
© ИПК Издательство стандартов, 2002

железо сернокислое окисное по ГОСТ 9485—74, ч. д. а.;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, ч. д. а., раствор концентрацией c ($^1/_5$ $KMnO_4$) = =0,1 моль/дм^3 (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2—83, раствор концентрацией c ($^1/_5$ $KMnO_4$) = =0,04 моль/дм^3 (0,04 н.) готовят разбавлением 400 см^3 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) раствора марганцовокислого калия в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 дистиллированной водой;

натрия гидрат окиси (натр едкий) по ГОСТ 4328—77, ч. д. а.;

квасцы железоаммонийные, ч. д. а.;

аммоний роданистый по ГОСТ 19522—74, ч. д. а.;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, ч. д. а., раствор концентрацией c ($^1/_2$ H_2SO_4) = 4 моль/дм^3 (4 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83 со следующими дополнениями: объем концентрированной серной кислоты, необходимый для приготовления 1 дм^3 раствора при d = 1,830 г/см^3, равен 116,0 см^3, при d = 1,835 г/см^3 равен 114,4 см^3;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

раствор 1; готовят следующим образом: 62,5 г трижды перекристаллизованной сернокислой меди ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем дистиллированной водой до метки. Затем раствор фильтруют через бумажный фильтр в сухой сосуд вместимостью 1000 см^3:

раствор 2; готовят следующим образом: 346 г виннокислого калия-натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и приливают 600 см^3 дистиллированной воды.

Для лучшего растворения колбу помещают в водяную баню с температурой 30—35 °С.

В другую колбу вносят 150 г едкого натра и 150 см^3 дистиллированной воды. Полученный раствор приливают в мерную колбу с раствором виннокислого калия-натрия и доводят объем дистиллированной водой до метки. Раствор перемешивают и фильтруют в сухой сосуд;

раствор 3; готовят одним из способов, указанных ниже.

Первый способ. 50 г безводной окисной сернокислой соли железа вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 300 см^3 дистиллированной воды и 113 см^3 концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят его объем дистиллированной водой до метки.

Приготовленный раствор проверяют на отсутствие в нем закисной соли железа. Для этого к отдельной порции раствора добавляют несколько капель 0,1 моль/дм^3 (0,1 н.) раствора марганцовокислого калия и сразу же должна появиться розовая окраска. Если этого не наблюдается, то к раствору прибавляют столько марганцовокислого калия, чтобы перемена цвета стала заметной. Только после этого раствор может быть использован.

Второй способ. 100 г железоаммонийных квасцов вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, приливают 700 см^3 дистиллированной воды и 140 г концентрированной серной кислоты и доводят объем дистиллированной водой до метки.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Подготовка проб — по ГОСТ 19318—73, разд. 3.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Из подготовленной целлюлозы берут навеску массой около 1 г, взвешенную с погрешностью не более 0,0002 г (влажность определяют в отдельной навеске по ГОСТ 16932—93). Навеску помещают в сухую коническую колбу вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 дистиллированной воды и нагревают содержимое колбы до кипения.

В две сухие конические колбы, вместимостью по 50 см^3 каждая из бюреток наливают по 20 см^3 соответственно растворов 1 и 2. Растворы нагревают до кипения и сливают вместе.

Образовавшийся раствор темно-синего цвета осторожно вливают в колбу с навеской, закрывают пробкой с воздушным холодильником и кипятят содержимое колбы 3 мин. Во время кипячения необходимо следить, чтобы не было выбросов из колбы.

По окончании кипячения пробку воздушного холодильника быстро обмывают 50 см^3 дистиллированной воды, сливают эту воду в колбу и охлаждают в проточной воде до температуры (20±5) °С. Содержимое колбы фильтруют через воронку под вакуумом. Целлюлозу с осадком закиси меди промывают горячей водой до нейтральной реакции по фенолфталеину.

Воронку с промытой до нейтральной реакции целлюлозой и осадком закиси меди переносят на другую колбу для вакуумного фильтрования. При этом осадок волокна и закиси меди во избежание окисления последней должен находиться под водой. Затем отсасывают воду, быстро отключают вакуум, приливают 15 см^3 раствора 3 и помешивают стеклянной палочкой. После чего отсасывают жидкость из воронки, отключают вакуум и вторично приливают 15 см^3 раствора 3, перемешивают его с осадком и снова отсасывают.

Осадок на фильтре промывают в два приема по 30 см^3 4 моль/дм^3 (4 н.) раствором серной кислоты и затем примерно 150 см^3 дистиллированной воды до отрицательной реакции на железо (проба с роданистым аммонием).

Фильтрат титруют 0,04 моль/дм^3 (0,04 н.) раствором марганцовокислого калия до первой устойчивой окраски раствора в розовый цвет.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Медное число (X) в граммах меди на 100 г абсолютно сухой целлюлозы вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot 0{,}00254 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - W)},$$

где V — объем 0,04 моль/дм^3 (0,04 н.) раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см^3;

0,00254 — масса меди, соответствующая 1 см^3 0,04 моль/дм^3 (0,04 н.) раствора марганцовокислого калия, г;

m — масса целлюлозы, г;

W — влажность целлюлозы, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Степень округления результатов и допускаемые расхождения между параллельными определениями должны соответствовать требованиям таблицы.

Уровень показателя, г	Степень округления, г	Допускаемое расхождение между параллельными определениями, г
До 1,0	0,01	0,03
Свыше 1,0	0,1	0,2

(Измененная редакция, Изм. № 1).

Редактор *В.Н. Копысов*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000 Подписано в печать 06.06.2002. Усл.печ.л. 0,47. Уч.-изд.л. 0,35.
Тираж 46 экз. С 6187. Зак. 200.

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

gost.e-ecolog.ru