МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИТРОЦЕЛЛЮЛОЗА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ОСТАТОЧНОГО СПИРТА

Издание официальное

БЗ 5—99

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.728.86:547.262.06:006.354 Группа Л29

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

НИТРОЦЕЛЛЮЛОЗА

Метод определения массовой доли остаточного спирта

ГОСТ 17291—71*

Nitrocellulose. Method for determination of mass fraction of residual spirit.

ОКСТУ 2231

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета министров СССР от 16 ноября 1971 г. № 1875 дата введения установлена

01.01.73

Ограничение срока действия снято по протоколу № 4—93 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 4—94)

Настоящий стандарт распространяется на обезвоженную нитроцеллюлозу и устанавливает метод определения массовой доли остаточного спирта.

Сущность метода состоит в определении концентрации растворов на интерферометре по разности показателей преломления эталонных и испытуемых растворов.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1. АППАРАТУРА, ПОСУДА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Интерферометр типа ИТР или ЛИР-2.
Пипетка Лунге-Рея или бюретка вместимостью 25 $см^3$.
Термометр по ГОСТ 28498—90 с ценой деления 0,5 °С.
Колба Кн 1—2—500 ТХС по ГОСТ 25336—82.
Колба 1—2—250—2 или 1—2—500—2 по ГОСТ 1770—74.
Воронка В ХС по ГОСТ 25336—82.
Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026—76 марки ФНС.
Спирт этиловый гидролизный по ГОСТ 17299—78.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Подготовка к испытанию заключается в определении нулевой точки шкалы прибора, калибровки прибора и составлении тарировочной таблицы.

2.2. Нулевую точку прибора определяют по дистиллированной воде в соответствии с инструкцией, приложенной к прибору, один раз в смену.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2.3. Для градуировки интерферометра готовят спиртоводные растворы с массой спирта от 5 до 12 г с интервалом 1 г. Для этого отмеривают мерной колбой 250 $см^3$ дистиллированной воды, имеющей температуру (20±0,5) °С, и наливают в сухие конические колбы, в которые добавляют этиловый спирт в объеме, соответствующем массе спирта от 5 до 12 г с интервалом 1 г.

Растворы тщательно перемешивают и определяют разность показателей преломления анализируемых растворов и воды по инструкции, прилагаемой к прибору.

Массовую долю спирта (X) в процентах в спиртоводных растворах вычисляют по формуле

$$X = \frac{X_1 \cdot m}{250 + m},$$

где X_1 — массовая доля исходного спирта, %;
m — масса навески спирта, г;
250 — масса воды, г.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

* *Издание (июль 2000 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в январе 1973 г., декабре 1980 г., сентябре 1984 г. (ИУС 2—73, 3—81, 1—85).*

© ИПК Издательство стандартов, 2000

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс массовую долю спирта в процентах (X), по оси ординат — разность показателей преломления.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

2.4. По градуировочному графику составляют таблицу зависимости массовой доли остаточного спирта на каждое деление шкалы прибора от каждого значения массовой доли общей спиртоводной влаги с интервалом 0,5 %.

При составлении таблицы массовую долю остаточного спирта в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(250 + m_1) \cdot X_n}{m_1},$$

где X_n — массовая доля спирта, определяемая по градуировочному графику на каждое деление шкалы прибора, %;

m_1 — масса спирта и воды в навеске нитроцеллюлозы, используемой для проведения анализа, г, и вычисляемая по формуле

$$m_1 = \frac{X_3 \cdot m_2}{100},$$

где X_3 — массовая доля общей спиртоводной влаги в нитроцеллюлозе из расчета 5—12 г;

m_2 — масса навески нитроцеллюлозы,г.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

2.4.1. **(Исключен, Изм, № 2).**

2.4.2. **(Исключен, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

3.1. 25 г обезвоженной нитроцеллюлозы взвешивают с погрешностью не более 0,01 г и помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, в которую предварительно наливают 250 см^3 воды при температуре (20±0,5) °С. Содержимое колбы взбалтывают 1 мин и после отстаивания в течение 10—15 мин фильтруют в сухую колбу, отбрасывая первые 25—30 см^3. При фильтровании во избежание улетучивания спирта воронку покрывают часовым стеклом.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).

3.2. Разность показателей преломления фильтрата определяют на интерферометре, используя кювету с рабочей длиной 5 мм.

В одно отделение кюветы пипеткой наливают воду, в другое, предварительно ополоснув его 2—3 раза, фильтрат. Кювету следует заполнять на не более 3/4 ее высоты во избежание попадания жидкости из одного отделения в другое. Затем кювету вставляют в термокамеру прибора, перемешивают воду для выравнивания температуры, которая должна быть (20±0,5) °С. Через 3—5 мин, когда интерференционная картина примет четкий вид, совмещают интерференционные спектры по нулевой полосе.

Совмещение проводят несколько раз до получения устойчивого отсчета в пределах одного деления по барабану.

3.3. Массовую долю общей спиртоводной влаги в нитроцеллюлозе определяют по нормативно-технической документации, утвержденной в установленном порядке.

(Введен дополнительно, Изм. № 2).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, округляемое до единицы, расхождение между которыми не должно превышать восьми делений.

4.2. Из среднего арифметического значения показателя вычитают значение разности показателя преломления, соответствующее нулевой точке, и по полученному значению показателя преломления и массовой доле общей спиртоводной влаги по таблице находят массовую долю остаточного спирта в нитроцеллюлозе.

4.3. Массовую долю воды (X_4) в процентах в нитроцеллюлозе вычисляют по формуле

$$X_4 = X_3 - X_5,$$

где X_3 — массовая доля общей спиртоводной влаги коллоксилина, %;

X_5 — массовая доля спирта в навеске нитроцеллюлозы, %, вычисляемая по формуле

$$X_5 = \frac{X(250 + m_1)}{m_2}.$$

4.2, 4.3. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

4.4. Перевод массовой доли остаточного спирта в объемные доли и из объемной доли в массовые доли проводят по таблицам, представленным в приложении.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

ПРИЛОЖЕНИЕ
Обязательное

Таблица 1

Перевод массовой доли (*P*) в процентах остаточного спирта в объемные доли в процентах (*q*) при 20 °С

P	*q*	*P*	*q*	*P*	*q*
70	76,95	80	85,49	90	93,27
71	77,83	81	86,31	91	94,00
72	78,71	82	87,12	92	94,71
73	79,58	83	87,92	93	95,42
74	80,45	84	88,71	94	96,11
75	81,31	85	89,49	95	96,80
76	82,16	86	90,26	96	97,47
77	83,00	87	91,03	97	98,12
78	83,84	88	91,78	98	98,75
79	84,67	89	92,53	99	99,39
				100	100

Таблица 2

Перевод объемной доли (*q*) в процентах остаточного спирта в массовые доли (*P*) в процентах при 20 °С

q	*P*	Плотность, г/см^3, при 20 °С	*q*	*P*	Плотность, г/см^3, при 20 °С
70	62,39	0,8855	85	79,40	0,8450
71	63,46	0,8830	86	80,62	0,8419
72	64,54	0,8805	87	81,86	0,8389
73	65,63	0,8780	88	83,11	0,8367
74	66,72	0,8754	89	84,38	0,8325
75	67,82	0,8728	90	85,66	0,8293
76	68,94	0,8702	91	86,96	0,8259
77	70,06	0,8675	92	88,29	0,8225
78	71,19	0,8648	93	89,63	0,8189
79	72,33	0,8621	94	91,00	0,8153
80	83,48	0,8593	95	92,41	0,8114
81	74,64	0,8565	96	93,84	0,8075
82	75,81	0,8537	97	95,30	0,8033
83	77,00	0,8508	98	96,81	0,7990
84	78,19	0,8479	99	98,38	0,7943
			100	100,0	0,7893

ПРИЛОЖЕНИЕ. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

Редактор *Л.И. Нахимова*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 26.06.2000. Подписано в печать 24.08.2000. Усл. печ. л. 0,47. Уч.-изд. л. 0,40. Тираж 93 экз. С 5715. Зак. 752.

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