

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

ЦЕЛЛЮЛОЗА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДНОГО ЧИСЛА

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
М о с к в а

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 см³ по ГОСТ 25336-82;

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

колбы конические со штифом вместимостью 50 и 250 см³ по ГОСТ 25336-82;

холодильник воздушный с притертью пробкой длиной не менее 500 мм;

бюretки вместимостью 25 см³ по НТД;

цилиндры измерительные вместимостью 50 см³ по ГОСТ 1770-74;

колбы мерные вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770-74;

сосуд вместимостью 1000 см³;

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 $c (1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,1 \text{ моль/дм}^3$ (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2-83, раствор концентрацией $c (1/5 \text{ KMnO}_4) = 0,04 \text{ моль/дм}^3$ (0,04 н.) готовят разбавлением 400 см³ 0,1 моль/дм³ (0,1 н.) раствора марганцовокислого калия в мерной колбе вместимостью 1 дм³ 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 $c (1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 4 \text{ моль/дм}^3$ (4 н.), готовят по ГОСТ 25794.1-83 со следующими дополнениями: объем концентрированной серной кислоты, необходимый для приготовления 1 дм³ раствора при $d = 1,830 \text{ г/см}^3$, равен 116,0 см³, при $d = 1,835 \text{ г/см}^3$ равен 114,4 см³;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709-72;

раствор 1; готовят следующим образом: 62,5 г трижды перекристаллизованной сернокислой меди ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем дистиллированной водой до метки. Затем раствор фильтруют через бумажный фильтр в сухой сосуд вместимостью 1000 см³:

раствор 2; готовят следующим образом: 346 г виннокислого калия-натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и приливают 600 см³ 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 см³ 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 см³, приливают 300 см³ дистиллированной воды и 113 см³ концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см³ 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/дм³ (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 см³, приливают 700 см³ 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 см³, приливают 20 см³ дистиллированной воды и нагревают содержимое колбы до кипения.

В две сухие конические колбы, вместимостью по 50 см³ каждая из бюреток наливают по 20 см³ 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 см³ 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 засыпки меди переносят на другую колбу для вакуумного фильтрования. При этом осадок волокна и засыпки меди во избежание окисления последней должен находиться под водой. Затем отсасывают воду, быстро отключают вакуум, приливают 15 см³ раствора 3 и перемешивают стеклянной палочкой. После чего отсасывают жидкость из воронки, отключают вакуум и вторично приливают 15 см³ раствора 3, перемешивают его с осадком и снова отсасывают.

Осадок на фильтре промывают в два приема по 30 см³ 4 моль/дм³ (4 н.) раствором серной кислоты и затем примерно 150 см³ дистиллированной воды до отрицательной реакции на железо (проба с роданистым аммонием).

Фильтрат титруют 0,04 моль/дм³ (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/дм³ (0,04 н.) раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см³;

0,00254 — масса меди, соответствующая 1 см³ 0,04 моль/дм³ (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.И. Копысов*
Технический редактор *О.И. 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.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов