

# ЦЕЛЛЮЛОЗА

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДНОГО ЧИСЛА

Издание официальное

## ЦЕЛЛЮЛОЗА

Метод определения медного числа

Pulp. Method for determination of copper number

ГОСТ  
9418—75Взамен  
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<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82;

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

колбы конические со шлифом вместимостью 50 и 250 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336—82;

холодильник воздушный с притертой пробкой длиной не менее 500 мм;

бюретки вместимостью 25 см<sup>3</sup> по НТД;

цилиндры измерительные вместимостью 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74;

колбы мерные вместимостью 1000 см<sup>3</sup> по ГОСТ 1770—74;

сосуд вместимостью 1000 см<sup>3</sup>;

палочки стеклянные;

баню водяную;

фильтр бумажный;

медь сернистую 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.

железо сернистое 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  $400 \text{ см}^3$   $0,1 \text{ моль/дм}^3$  (0,1 н.) раствора марганцовокислого калия в мерной колбе вместимостью  $1 \text{ дм}^3$  дистиллированной водой;

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

квасцы железоммонийные, 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  $1 \text{ дм}^3$  раствора при  $d = 1,830 \text{ г/см}^3$ , равен  $116,0 \text{ см}^3$ , при  $d = 1,835 \text{ г/см}^3$  равен  $114,4 \text{ см}^3$ ;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

раствор 1; готовят следующим образом:  $62,5 \text{ г}$  трижды перекристаллизованной сернокислой меди ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) помещают в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$ , растворяют в дистиллированной воде и доводят объем дистиллированной водой до метки. Затем раствор фильтруют через бумажный фильтр в сухой сосуд вместимостью  $1000 \text{ см}^3$ ;

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

Для лучшего растворения колбу помещают в водяную баню с температурой  $30\text{--}35 \text{ }^\circ\text{C}$ .

В другую колбу вносят  $150 \text{ г}$  едкого натра и  $150 \text{ см}^3$  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.*  $50 \text{ г}$  безводной окисной сернокислой соли железа вносят в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$ , приливают  $300 \text{ см}^3$  дистиллированной воды и  $113 \text{ см}^3$  концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают, фильтруют в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$  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  $0,1 \text{ моль/дм}^3$  (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.*  $100 \text{ г}$  железоммонийных квасцов вносят в мерную колбу вместимостью  $1000 \text{ см}^3$ , приливают  $700 \text{ см}^3$  дистиллированной воды и  $140 \text{ г}$  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  $1 \text{ г}$ , взвешенную с погрешностью не более  $0,0002 \text{ г}$  (влажность определяют в отдельной навеске по ГОСТ 16932—93). Навеску помещают в сухую коническую колбу вместимостью  $250 \text{ см}^3$ , приливают  $20 \text{ см}^3$  дистиллированной воды и нагревают содержимое колбы до кипения.

В две сухие конические колбы, вместимостью по  $50 \text{ см}^3$  каждая из бюреток наливают по  $20 \text{ см}^3$  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  $3 \text{ мин}$ . Во время кипячения необходимо следить, чтобы не было выбросов из колбы.

По окончании кипячения пробку воздушного холодильника быстро обмывают  $50 \text{ см}^3$  дистиллированной воды, сливают эту воду в колбу и охлаждают в проточной воде до температуры  $(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ . 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<sup>3</sup> раствора 3 и помешивают стеклянной палочкой. После чего отсасывают жидкость из воронки, отключают вакуум и вторично приливают 15 см<sup>3</sup> раствора 3, перемешивают его с осадком и снова отсасывают.

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

Фильтрат титруют 0,04 моль/дм<sup>3</sup> (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<sup>3</sup> (0,04 н.) раствора марганцовокислого калия, израсходованный на титрование, см<sup>3</sup>;

0,00254 — масса меди, соответствующая 1 см<sup>3</sup> 0,04 моль/дм<sup>3</sup> (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. Копылов*  
Технический редактор *О.И. Власова*  
Корректор *М.И. Першина*  
Компьютерная верстка *С.В. Раковой*

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](mailto:info@standards.ru)  
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов