

# ЦЕЛЛЮЛОЗА

## МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕДНОГО ЧИСЛА

Издание официальное

**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<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 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.

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

калий марганцовоокислый по ГОСТ 20490—75, ч. д. а., раствор концентрацией  $c$  ( $1/5$   $\text{KMnO}_4$ ) =  $=0,1$  моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.), готовят по ГОСТ 25794.2—83, раствор концентрацией  $c$  ( $1/5$   $\text{KMnO}_4$ ) =  $=0,04$  моль/дм<sup>3</sup> (0,04 н.) готовят разбавлением 400 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> (0,1 н.) раствора марганцово-кислого калия в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup> 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 моль/дм<sup>3</sup> (4 н.), готовят по ГОСТ 25794.1—83 со следующими дополнениями: объем концентрированной серной кислоты, необходимый для приготовления 1 дм<sup>3</sup> раствора при  $d = 1,830$  г/см<sup>3</sup>, равен 116,0 см<sup>3</sup>, при  $d = 1,835$  г/см<sup>3</sup> равен 114,4 см<sup>3</sup>;

воду дистиллированную по ГОСТ 6709—72;

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

раствор 2; готовят следующим образом: 346 г винноокислого калия-натрия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и приливают 600 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> дистиллированной воды. Полученный раствор приливают в мерную колбу с раствором винноокислого 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 серноокислой соли железа вносят в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup>, приливают 300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и 113 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают, фильтруют в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> (0,1 н.) раствора марганцово-кислого калия и сразу же должна появиться розовая окраска. Если этого не наблюдается, то к раствору прибавляют столько марганцовоокислого 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<sup>3</sup>, приливают 700 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>, приливают 20 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и нагревают содержимое колбы до кипения.

В две сухие конические колбы, вместимостью по 50 см<sup>3</sup> каждая из бюреток наливают по 20 см<sup>3</sup> 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<sup>3</sup> 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<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.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.  
<http://www.standards.ru> e-mail: [info@standards.ru](mailto:info@standards.ru)  
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов