

## ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# **ЦЕЛЛЮЛОЗА**

ПОДГОТОВКА ПРОБ К ХИМИЧЕСКИМ АНАЛИЗАМ

ГОСТ 19318—73

Издание официальное

#### **ЦЕЛЛЮЛОЗА**

## Подготовка проб к химическим анализам

Pulp.
Sampl preparation for chemical analyses

ГОСТ 19318—73\*

Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26 декабря 1973 г. № 2801 срок введения установлен

c 01.01. 1975 r.

Группа К59

Проверен в 1979 г. Срок действия продлен

до 01.01. 1985 г.

#### Несоблюдение стандарта преследуется по захону

Настоящий стандарт распространяется на все виды целлюлоз и устанавливает метод подготовки средней пробы к проведению химических анализов.

В стандарте учтена рекомендация СЭВ по стандартизации РС 1702—69.

## 1. ОТБОР СРЕДНЕЙ ПРОБЫ

1.1. Отбор средней пробы целлюлозы производят по ГОСТ 7004—78 (СТ СЭВ 445—77).

#### 2. АППАРАТУРА, ПОСУДА

2.1. Для подготовки проб целлюлозы к химическим анализам должны применяться следующая аппаратура и посуда:

мешалка лабораторная пропеллерная с частотой вращения 1000 и 3000 об/мпп конструкции УкрНИИБ СЛМ-2 и ЦНИИБ БМ-3 или другие пропеллерные мешалки с указанной частотой вращения;

нож из высокопрочной стали типа НБК;

измельчитель целлюлозы конструкции Всесоюзного научно-исследовательского института искусственного волокна (см. чертеж);

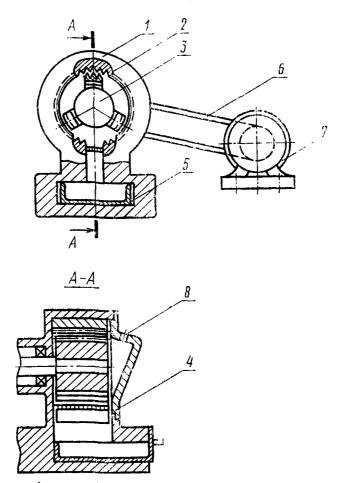
шкаф сушильный с естественной циркуляцией воздуха, обеспечивающий автоматическое регулирование температуры от 30 до 200°С, с погрешностью регулирования не более 3%;

## Издание официальное

Перепечатка воспрещена

\* Переиздание (декабрь 1979 г.) с изменением № 1, утвержденным в ноябре 1979 г. (ИУС 12—1979 г.). весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более  $0.01 \, \mathrm{r}$  по ГОСТ 19491 - 74:

## Измельчитель целлюлозы



1—корпус; 2—статор: 3—ротор; 4—сетка; 5—поддон; 6—клиноременная передача; 7—электродвигатель; 8—загрузочный люк.

сосуд широкогорлый, толстостенный, стеклянный, фарфоровый или из оргстекла вместимостью 3000—5000 мл;

термометр по ГОСТ 2823-73;

игла препарировочная;

банка широкогорлая с герметически закрывающейся стеклянной или резиновой пробкой вместимостью около 2000 мл;

воронка Бюхнера, диаметром 130 мм по ГОСТ 9147—73;

насос водоструйный по ГОСТ 10696-75;

колба для фильтрования под вакуумом по ГОСТ 6514-75;

фильтр полотняный по ГОСТ 5.984—71; мензурка вместимостью 250 мл по ГОСТ 1770—74. (Измененная редакция, Изм. № 1).

#### 3. МЕТОД ПРИГОТОВЛЕНИЯ ОТЛИВОК

- 3.1. Для определения вязкости медно-аммиачного раствора целлюлозы, средней степени полимеризации, медного числа из средней пробы на технических весах взвешивают навеску массой 15 г.
- 3.2. Навеску разрывают на куски, помещают в широкогорлый сосуд, заливают 1500 мл дистиллированной воды и оставляют на один час для набухания.

3.1-3.2. (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.3. Набухшую целлюлозу разбивают на волокна лабораторной мешалкой с частотой вращения 1000 или 3000 об/мин. Время перемешивания 3—5 мин при частоте вращения мешалки 3000 об/мин и 30 мин при 1000 об/мин. В подготовленной массе не должно содержаться пучков волокон.

3.4. Полученную суспензию целлюлозы разбавляют до концент-

рации 0,5% добавлением 2000 мл дистиллированной воды.

3.5. Из полученной суспензии на воронке Бюхнера с полотняным фильтром приготовляют отливки массой 1 м² примерно 40 г/м². Объем суспензии одной отливки — 100 мл. При обезвоживании суспензии на воронке Бюхнера допускается наряду с водоструйным насосом использование производственной вакуумной линии.

## (Измененная редакция, Изм. № 1).

3.6. Приготовленные отливки сушат в сушильном шкафу при температуре 50°С в течение 3 ч, разрывают на куски и для выравнивания влажности выдерживают их не менее 30 мин на воздухе в помещении лаборатории. Допускается проводить сушку отливок на воздухе в течение 4 ч.

Затем целлюлозу помещают в широкогорлую герметически закрывающуюся банку и выдерживают ее в течение 3 ч.

Влажность подготовленной пробы целлюлозы определяют по ГОСТ 16932—71.

## (Измененная редакция, Изм. № 1).

- 3.7. При наличии сора в отливках его следует удалить с помощью препарировочной иглы.
- 3.8. При сокращении количества анализов, предусмотренных п. 3.1, допускается приготовление меньшего количества суспензии 0,5%-ной концентрации при выполнении условий пп. 3.2—3.4.

(Введен дополнительно, Изм. № 1).

#### 4. МЕТОД НАРЕЗАНИЯ ЦЕЛЛЮЛОЗНОГО ЛИСТА

4.1. Для определения содержания в целлюлозе а-целлюлозы, веществ: пентозанов, золы, смол и жиров, степени делигнификации, удельной электрической проводимости водной вытяжки, рН водной вытяжки, хлор- и сульфат-ионов из отобранной средней пробы целлюлозы на технических весах взвешивают навеску 100—150 г.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

- 4.2. Навеску нарезают на кусочки размером 1,0×1,0 см ножом типа НБК.
- 4.3. При определении содержания веществ, растворимых в 10 и 18%-ных растворах едкого натра, навеску целлюлозы 15-20 г нарезают на кусочки  $5\times5$  мм.
- 4.4. Нарезанную навеску целлюлозы тщательно перемешивают и выдерживают на воздухе в помещении лаборатории в течение 3 ч, помещают в широкогорлую герметически закрывающуюся банку и выдерживают в течение 3 ч.

Влажность подготовленной пробы целлюлозы определяют по ГОСТ 16932—71.

### 5. МЕХАНИЧЕСКОЕ РАСПУШЕНИЕ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ

5.1. Для определения реакционной способности вискозной целлюлозы из средней пробы на технических весах взвешивают навеску около 100 г, разрезают на кусочки размером примерно  $20 \times 20$  мм и распушают на измельчителе конструкции Всесоюзного научно-исследовательского института искусственного волокна. Для проведения анализов допускается подготовка проб вручную, разрыванием листов целлюлозы, предварительно расслоенных по толщине на кусочки, размером около  $10 \times 10$  мм.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5.2. Распушенную целлюлозу перемешивают и для выравнивания влажности выдерживают не менее 3 ч на воздухе и не менее 3 ч в широкогорлой герметически закрывающейся банке.

Влажность подготовленной пробы целлюлозы определяют по ГОСТ 16932—71.

Редактор Т. И. Василенко Технический редактор Ф. И. Шрайбштейн Корректор В. А. Ряукайте

Сдано в наб. 28.05.80 Подп. в печ. 04 10.80 0.375 п. л. 0,25 уч.-изд. л. Тир. 6000 Цена 3 коп.

Изменение № 2 ГОСТ 19318—73 Целлюлоза. Подготовка проб к химическим анализам

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 31.01.83 № 553 срок введения установлен

c 01.06.83

Раздел 1 изложить в новой редакции:

Ħ

«1. Отбор проб

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 7004—78».

По всему тексту стандарта заменить единицу измерения: мл на см<sup>3</sup>. Пункт 2.1. Заменить ссылки и слова: ГОСТ 19491—74 на ГОСТ 24104—80, ГОСТ 9147—73 на ГОСТ 9147—80, ГОСТ 6514—75 на ГОСТ 25336—82; «по ГОСТ 5.984—71» на «из ткани по ГОСТ 7617—77»; второй абзац. Заменить

(Продолжение см. стр. 156)

## (Продолжение изменения к ГОСТ 19318—7.

значения: 1000 на 17 с $^{-1}$  (1000 об/мин), 3000 об/мин на 50 с $^{-1}$  (3000 об/мин Пункт 3.1. Исключить слова: «на технических весах».

Пункт 3.3. Заменить значения: 1000 на 17 с $^{-1}$  (1000 об/мин), 3000 об/ми на 50 с $^{-1}$  (3000 об/мин).

Пункт 3.4. Заменить значение; 2000 мл на 1500 см3.

Пункт 3.6. Заменить ссылку: ГОСТ 16932—71 на ГОСТ 16932—82.

Пункт 4.1. Исключить слова: «веществ» и «на технических весах»; заменить слова: «хлор» на «хлорид» и «взвешивают навеску» на «берут навеску массой».

Пункт 4.2. Заменить значение:  $1,0 \times 1,0$  см на  $10 \times 10$  мм.

Пункт 4.3. Заменить слова: «едкого натра» на «гидроокиси натрия».

Пункты 4.4, 5.2. Заменить ссылку: ГОСТ 16932—71 на ГОСТ 16932—82. Пункт 5.1. Заменить слова: «на технических весах взвещивают навеску» на «берут навеску массой».

(ИУС № 5 1983 г.)

Изменение № 3 ГОСТ 19318—73 Целлюлоза. Подготовка проб к химическим анализам

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 21.06.89 № 1805

Дата введения 01.01.90

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 5409. Вводная часть. Первый абзац. Исключить слово: «средней»; второй абзац ноключить.

(Продолжение см. с. 152)

151

# (Продолжение изменения к ГОСТ 19318—73)

Пункт 2.1. Четвертый абзац после слов «(см. чертеж)» дополнить еловами: «допускается использование других измельчителей аналогичной конструкции»:

шестой абзац изложить в новой редакции: «весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 500 г и погрешностью взвешивания не более 0,02 г по ГОСТ 24104—88»;

седьмой абзац. Заменить значение: 3000—5000 на 2000—5000;

восьмой абзац изложить в новой редакции: **«термометры ТТ** П 4 1 180 или ТТ П 4 1 260 по ТУ 25—2021.010—89**»**;

(Продолжение см. с. 153)

девятый абзац Заменить слово «препарировочная» на «препаровальная из коррозионно-стойкого материала»,

десятый абзац Заменить слова «около 2000» на 500-2000, дополнить сло-

вами «или полиэтиленовые мешки по ГОСТ 17811—78»,

одиннадцатый абзац изложить в новой редакции «воронка Бюхнера 4 ГОСТ 9147—80»,

двенадцатый абзац Заменить ссылку ГОСТ 10696-75 на ГОСТ 25336-82, дополнить словами «или насос вакуумный»,

тринадцатый — пятнадцатый абзацы изложить в новой редакции «колбы 1—1000, 1—2000, 1—5000 по ГОСТ 25336—82,

фильтр из ткани по ГОСТ 7617-77, ГОСТ 9310-75, ГОСТ 11680-76 или фильтры обеззоленные по ТУ 6-09-1678-77,

мензурка 250 ГОСТ 1770—74»,

дополнить абзацами «секундомер типа СОПпр-2a-3-000 по ГОСТ 5072-79 с ценой деления 0,2 с.

вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72»

Пункт 3 1 Заменить слова «из средней пробы взвешивают навеску массой 15 г» на «из объединенной пробы целлюлозы берут навеску массой не менее 15 г»

Пункт 3 4 изложить в новой редакции «З 4 Для приготовления суспензии с массовой долей целлюлозы 0,5 % к полученной по п 33 суспензии целлюлозы добавляют 1500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды»

Пункт 35 Исключить слово «полотняным»

(Продолжение см с 154)

Пункт 3 6. Заменить значение: 50 °C на (50±2) °C; второй абзац после слов «закрывающуюся банку» дополнить словами: «или полиэтиленовый мешок».

Пункт 37. Заменить слово «препарировочной» на «препаровальной».

Пункт 38 изложить в новой редакции: «3.8. При сокращении числа аналивов, предусмотренных п. 3.1, допускается пригоговление меньшего объема суспензии с массовой долей целлюлозы 0,5 % при выполнении условий пп. 32—3.4».

Пункт 4.1. Заменить слова: «из отобранной средней пробы» на «из объеди-

**н**енной пробы».

Пункт 42 после слова «размером» дополнить словом: «приблизительно».

Пункт 4.3 изложить в новой редакции: **«**4.3. При определении массовой доли веществ, растворимых в растворах с массовой долей гидроокиси натрия 10 и 18 %, навеску целлюлозы 15—20 г нарезают на кусочки размером приблизительно  $5 \times 5$  мм»

Пункт 4 4. Первый абзац после слов «закрывающуюся банку» дополнить словами «или полиэтиленовый мешок».

Пункт 51. Заменить слова: «средней» на «объединенной», «измельчителе конструкции Всесоюзного научно-исследовательского института искусственного волокна» на «измельчителе целлюлозы».

Пункт 52. Первый абзац после слов «закрывающейся банке» дополнить словами: «или полиэтиленовом мешке».

(ИУС № 10 1989 г.)