

ГОСТ 595—79

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА ХЛОПКОВАЯ

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 26.04.79 № 1566

2. ВЗАМЕН ГОСТ 595—73

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта | Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, подпункта |
|---|---|---|--|
| ГОСТ 61—75 | 4.3.1.1 | ГОСТ 14192—96 | 1.8.1, 4.1.2 |
| ГОСТ 427—75 | 4.14 | ГОСТ 14363.2—83 | 4.11, 4.11.1 |
| ГОСТ 1770—74 | 4.3.2.1, 4.10.2 | ГОСТ 14919—83 | 4.10.2 |
| ГОСТ 2228—81 | 4.1.1 | ГОСТ 16932—93 | 4.5 |
| ГОСТ 3118—77 | 4.3.1.1, 4.3.2.1 | ГОСТ 17299—78 | 4.10.2 |
| ГОСТ 3145—84 | 4.3.1.1, 4.3.2.1, 4.4.1, 4.9.1 | ГОСТ 18300—87 | 4.10.2 |
| ГОСТ 3760—79 | 4.7.1 | ГОСТ 18461—93 | 4.6 |
| ГОСТ 3818.0—72 | 1.2 | ГОСТ 18677—73 | 4.1.2 |
| ГОСТ 4204—77 | 4.3.1.1, 4.3.2.1, 4.7.1, 4.10.2 | ГОСТ 19423—81 | 4.9.1 |
| ГОСТ 4208—72 | 4.10.2 | ГОСТ 24104—2001 | 4.3.1.1, 4.3.2.1, 4.4.1, 4.7.1, 4.8.1, 4.9.1, 4.10.2 |
| ГОСТ 4212—76 | 4.10.3.3 | | |
| ГОСТ 4220—75 | 4.3.2.1 | ГОСТ 25336—82 | 4.3.1.1, 4.3.2.1, 4.4.1, 4.7.1, 4.8.1, 4.10.2 |
| ГОСТ 4328—77 | 4.3.1.1, 4.3.2.1 | | |
| ГОСТ 4680—49 | 1.5 | ГОСТ 28498—90 | 4.3.1.1, 4.3.2.1, 4.4.1, 4.7.1 |
| ГОСТ 5456—79 | 4.10.2 | ГОСТ 29227—91 | 4.3.2.1, 4.10.2 |
| ГОСТ 5530—81 | 1.7.2 | ГОСТ 29251—91 | 4.3.2.1, 4.10.2, 4.11.1 |
| ГОСТ 6038—79 | 4.3.2.1 | ГОСТ 29329—92 | 4.13 |
| ГОСТ 6613—86 | 4.8.1 | ТУ 3—3.1766—82 | 4.3.2.1, 4.10.2 |
| ГОСТ 6709—72 | 4.3.1.1, 4.3.2.1, 4.4.1, 4.7.1, 4.10.2 | ТУ 3—3.1860—85 | 4.3.2.1, 4.10.2 |
| ГОСТ 7298—79 | 4.10.2 | ТУ 3—3.2164—89 | 4.3.2.1, 4.10.2 |
| ГОСТ 8273—75 | 1.7.2, 4.1.1 | ТУ 6—09—4128—78 | 4.3.1.1, 4.3.2.1 |
| ГОСТ 9147—80 | 4.3.1.1, 4.3.2.1, 4.6, 4.7.1, 4.9.1, 4.10.2 | ТУ 6—09—5171—84 | 4.3.1.1, 4.3.2.1, 4.7.1 |
| | | ТУ 16—531.639—78 | 4.3.1.1, 4.3.2.1, 4.7.1 |
| ГОСТ 9639—71 | 4.9.1 | ТУ 16—705.459—87 | 4.11.1 |
| ГОСТ 10028—81 | 4.11.1 | ТУ 25.11.1045—75 | 4.3.1.1, 4.3.2.1 |
| ГОСТ 10354—82 | 4.1.1 | ТУ 16.K71—087—90 | 4.11.1 |
| ГОСТ 12026—76 | 4.8.1 | ТУ 25—1819.0021—90 | 4.3.1.1, 4.3.2.1, 4.4.1, 4.9.1 |
| ГОСТ 14183—78 | 4.3.1.1 | ТУ 25—1894.003—90 | 4.3.1.1, 4.3.2.1, 4.4.1, 4.9.1 |

4. Ограничение срока действия снято по протоколу № 2—92 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 2—93)

5. ИЗДАНИЕ (август 2002 г.) с Изменениями № 1, 2, 3, 4, утвержденными в декабре 1981 г., июне 1987 г., марте 1989 г., феврале 1991 г. (ИУС 3—82, 9—87, 6—89, 5—91)

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение другой аппаратуры, посуды, обеспечивающих условия проведения испытаний и точности анализов.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

4.4.2. Подготовка к испытанию

15 г воздушно-сухой целлюлозы, взятой из средней пробы, взвешивают с погрешностью не более 0,1 г, формируют образец на столе по размеру алюминиевого цилиндра, вкладывают в предварительно взвешенный сухой цилиндр и уплотняют до внутренней метки 50 мм.

При формировании высыпаемую пыль собирают и помещают в цилиндр вместе с целлюлозой.

В кристаллизационную чашку наливают дистиллированную воду температурой $(20 \pm 0,5)$ °С до уровня не ниже 20 мм от края.

4.4.3. Проведение испытания

В кристаллизационную чашку с водой опускают алюминиевый цилиндр до уровня наружной нижней метки цилиндра. Через 30 с алюминиевый цилиндр с увлажненной массой навески вынимают из воды, ставят на чашку весов и взвешивают с погрешностью не более 0,1 г.

4.4.4. Обработка результатов

Смачиваемость (X_2) в граммах вычисляют по формуле

$$X_2 = m_1 - (m_2 + m),$$

где m — масса воздушно-сухой целлюлозы, г;

m_1 — масса цилиндра с целлюлозой после испытания, г;

m_2 — масса пустого цилиндра, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, округленное до целого числа, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать более 10 % относительно средней величины.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.5. Определение массовой доли воды воздушно-сухой целлюлозы — по ГОСТ 16932 со следующими дополнениями:

допускается использовать металлические стаканчики с крышкой диаметром 50—60 мм и высотой 30—40 мм;

допускается навеску целлюлозы сушить при температуре 130—135 °С в течение 30 мин;

расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать более 0,5 % для целлюлозы, отправляемой потребителю, и более 0,2 % для целлюлозы, используемой для проведения испытаний;

допускается проводить охлаждение в эксикаторе без термометра.

4.6. Определение массовой доли золы — по ГОСТ 18461.

Берут 5 г воздушно-сухой целлюлозы, взвешенной с погрешностью не более 0,01 г (массовую долю воды определяют по п. 4.5), помещают в фарфоровый тигель по ГОСТ 9147 с использованием щипцов без платиновых наконечников.

Допускается в эксикаторе охлаждение проводить без термометра.

4.5, 4.6. (Измененная редакция, Изм. № 3).

4.7. Определение массовой доли остатка, нерастворимого в серной кислоте

4.7.1. Аппаратура, посуда, материалы и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Термометр по ГОСТ 28498, с ценой деления 0,5 °С.

Шкаф сушильный по ТУ 16—531.639.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Колба по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см³.

Колба с тубусом по ГОСТ 25336 или металлическая, удовлетворяющая по размерам ГОСТ 25336.

Стаканы № 3, 4 или кружки № 1, 2 фарфоровые по ГОСТ 9147.

Стакан стеклянный по ГОСТ 25336 вместимостью 600 и 1000 см³.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Воронки фильтрующие по ГОСТ 25336, типа ВФ 40-ПОР 160 или ВФ 60-ПОР 160, или тигли фильтрующие типа ТФ 40-ПОР 160.

Чашка кристаллизационная цилиндрическая по ГОСТ 25336.

Палочка стеклянная или эбонитовая с плоским концом диаметром 10—17 мм.

Пробка резиновая по нормативно-технической документации.

Кальций хлористый прокаленный по нормативно-технической документации.

Кислота серная по ГОСТ 4204, 94 и 70 %-ные растворы.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, 10 %-ный раствор.

Метилловый оранжевый (индикатор) по ТУ 6—09—5171 0,5 %-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение другой аппаратуры, посуды, реактивов, обеспечивающих условия проведения испытаний и точности анализов.

4.7.2. Проведение испытания

10 г воздушно-сухой целлюлозы, взятой из средней пробы, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в фарфоровый стакан и ставят в кристаллизационную чашку с холодной водой (температура не более 15 °С). К содержимому стакана приливают 50 см³ охлажденной до температуры не более 15 °С серной кислоты (массовая доля не менее 94 %) и тотчас же начинают быстро растирать и перемешивать при помощи палочки.

Растирание и перемешивание ведут в течение 5—10 мин до полного растворения целлюлозы и превращения содержимого стакана в однородную светлую вязкую массу.

По окончании растворения стакан вынимают из чашки, вытирают снаружи и содержимое его выливают при быстром перемешивании палочкой в стеклянный стакан, в который предварительно налито 500—700 см³ холодной воды. Туда же сливают воду после ополаскивания стаканов. Жидкости дают отстояться и затем фильтруют. Фильтрацию ведут при слабом вакууме, создаваемом насосом через фильтр-тигель, предварительно высушенный и доведенный до постоянной массы.

Сначала осторожно фильтруют отстоявшуюся жидкость, затем осадок промывают несколько раз дистиллированной водой порциями примерно по 100—150 см³, давая каждый раз отстояться взмученному осадку. Промывные воды сливают через фильтр-тигель, стараясь не переносить на него осадок.

Затем осадок переносят на фильтр-тигель. Стакан обмывают водой и сливают в тот же фильтр.

При выключенном насосе фильтр-тигель заливают дистиллированной водой около 30 см³, добавив туда 2—3 см³ раствора аммиака, и через 2—3 мин включают насос.

Затем осадок на фильтр-тигле промывают небольшим количеством дистиллированной воды (150—200 см³) и отсасывают.

Полноту промывки осадка от кислоты проверяют индикатором метилловым оранжевым, капая его непосредственно на осадок.

Индикатор смывают небольшим количеством воды.

Фильтр-тигель обмывают дистиллированной водой, снаружи обтирают полотенцем и сушат при температуре 105—110 °С до постоянной массы.

Примечания:

1. Охлаждение фильтр-тигеля с осадком и без него проводят в одном и том же эксикаторе до температуры окружающей среды.

2. При взаимодействии 94 %-ной серной кислоты с целлюлозой иногда происходит обугливание целлюлозы (потемнение массы). Чтобы избежать этого, необходимо наблюдать за охлаждением и концентрацией серной кислоты, а также за тщательным и быстрым размешиванием при заливке целлюлозы кислотой и охлаждением до температуры 15 °С. Если все же происходит обугливание (потемнение), то испытание проводят вновь.

При наличии на фильтр-тигле в осадке белых уплотненных комочков производится дополнительная обработка серной кислотой. Для этого в фильтр-тигель вливают 2—3 см³ 70 %-ной серной кислоты, перемешивают и по окончании растворения белых комочков промывку и сушку проводят, как указано в п. 4.7.2.

4.7.1, 4.7.2. (Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

4.7.3. Обработка результатов

Массовую долю остатка, нерастворимого в серной кислоте (X_3), в процентах вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2)100 \cdot 100}{m \cdot (100 - W)},$$

где m_1 — масса фильтр-тигеля с остатком после сушки, г;

m_2 — масса пустого фильтр-тигеля, г;

m — масса воздушно-сухой целлюлозы, г;

W — массовая доля воды воздушно-сухой целлюлозы, определенная по п. 4.5, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, округленное до 0,01 %, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,05 % для 1-го и 2-го сортов целлюлозы и 0,03 % для целлюлозы высшего сорта.

4.8. Определение массовой доли волокнистой пыли

4.8.1. Аппаратура, посуда и материалы

Аппарат для определения массовой доли пыли.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.

Сетка № 063 по ГОСТ 6613.

Бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.8.2. Проведение испытания

Определение массовой доли пыли проводят на аппарате, представляющем собой цилиндрический разъемный ковш диаметром 150 мм, высотой 60 мм, дно и крышка которого сделаны из сетки. Ковш неподвижно закрепляют на рычаге, связанном с кривошипом. Длина плеча рычага от точки крепления до ковша равна 220 мм. Расстояние между центрами шарнира и ковша около 300 мм.

10 г целлюлозы взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают на лист бумаги, тщательно разрыхляют, избегая при этом раздергивания жгутов, и переносят вместе с образовавшейся во время рыхления пылью в аппарат. Нижняя сетка должна быть покрыта равномерным слоем целлюлозы, после чего крышку с верхней сеткой закрывают и включают мотор.

Встряхивание для каждого определения осуществляют в течение 1 мин. Прямое и обратное движения ковша следует считать за два встряхивания. Общее число встряхиваний — 160 раз при амплитуде колебаний ковша — 150—155 мм. По истечении 1 мин аппарат выключают, остаток целлюлозы на сетке собирают, переносят в стаканчик и взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

4.8.3. Обработка результатов

Массовую долю пыли (X_4) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100,$$

где m — масса целлюлозы, г;

m_1 — масса остатка на сетке после встряхивания, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, округленное до 0,1 %, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать более 0,2 %.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.9. Определение белизны

4.9.1. Аппаратура, посуда и материалы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Секундомер по ТУ 25—1819.0021 и ТУ 25—1819.003 или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145, или часы песочные по нормативно-технической документации.

Пресс гидравлический (школьный) или другого типа, обеспечивающий заданное давление.

Блескомер фотоэлектрический ФБ-2.

Электрокофемолка по ГОСТ 19423 или рыхлитель.

Воронка Бюхнера № 1 по ГОСТ 9147.

Пластинки из винилпласта листового по ГОСТ 9639.

Допускается применение другой аппаратуры, посуды, обеспечивающих условия проведения испытаний и точности анализов.

4.9.2. Подготовка к испытанию

3 г воздушно-сухой целлюлозы, взятой из средней пробы, взвешивают с погрешностью не более 0,1 г и разрыхляют в рыхлителе в течение 1 мин или порциями по 1 г — в электрокофемолке в течение 20 с. Подготовленную навеску помещают в воронку Бюхнера и слегка спрессовывают стеклянной пробкой до получения диска, который затем переносят на винилпластовую пластинку с гладкой поверхностью, покрывают другой такой же пластинкой и прессуют на гидравлическом прессе при давлении $(14,7 \cdot 10^6 \pm 0,5 \cdot 10^6)$ Па $[(150 \pm 5)$ кгс/см²] в течение 2—3 мин.

4.9.1, 4.9.2. **(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).**

4.9.3. Проведение испытания

Определение белизны на фотоэлектрическом блескомере проводят по инструкции, прилагаемой к прибору.

Образец сравнивают с полированной поверхностью стекла молочно-белого цвета в соответствии со шкалой эталона. Значение, полученное на шкале микроамперметра, показывает процент белизны испытуемого образца.

Измерение белизны производят с двух сторон образца и вычисляют среднее арифметическое результатов двух измерений, округленное до 0,1 %.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.10. Определение массы железа

4.10.1. Сущность метода

Метод основан на способности закисного железа образовывать с *o*-фенантролином стойкий комплекс оранжево-красного цвета и последующем количественном определении его с помощью фотоэлектроколориметра.

4.10.2. Аппаратура, посуда и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Печь муфельная типа МП-2УМ или другого типа, обеспечивающая температуру нагрева в соответствии с требованиями настоящего стандарта.

Колориметры фотоэлектрические лабораторные по ТУ 3—3.1766, ТУ 3—3.1860, ТУ 3—3.2164.

Электроплитка бытовая по ГОСТ 14919.

Тигель высокий № 3, 4 по ГОСТ 9147.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Бюретки по ГОСТ 29251 вместимостью 50 см³.

Колбы по ГОСТ 1770 вместимостью 50, 100, 1000 см³.

Стакан по ГОСТ 25336 вместимостью 150 см³.

Пипетки по ГОСТ 29227 вместимостью 1 и 10 см³.

Кальций хлористый прокаленный по нормативно-технической документации.

Гидроксиламин серноокислый по ГОСТ 7298 или солянокислый по ГОСТ 5456.

Соль закиси железа и аммония двойная серноокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, х. ч.

Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч. 0,2 н. раствор.

Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299 или спирт этиловый ректифицированный технический по ГОСТ 18300.

o-фенантролин серноокислый, 0,5 %-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение другой аппаратуры, посуды, обеспечивающих условия проведения испытаний и точности анализов.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.10.3. Подготовка к испытанию

4.10.3.1. Раствор А готовят следующим образом: 0,5 г *o*-фенантролина серноокислого, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в 10 см³ этилового спирта в колбе вместимостью 100 см³ и доводят объем до метки дистиллированной водой.

4.10.3.2. Раствор Б готовят следующим образом: 100 г серноокислого гидроксиламина растворяют в воде в колбе вместимостью 1000 см³ и доводят объем до метки дистиллированной водой.

4.10.3.3. Раствор В готовят по ГОСТ 4212; 1 см³ раствора В должен содержать 0,1 мг железа.

4.10.3.4. Раствор Г готовят следующим образом: 100 см³ раствора В разбавляют дистиллированной водой в колбе вместимостью 1000 см³.

1 см³ рабочего раствора Г содержит 0,01 г железа.

4.10.3.5. Приготовление серии растворов и построение калибровочного графика.

В колбы вместимостью 50 см³ отмеривают бюреткой 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8 см³ раствора Г, добавляют по 10 см³ раствора Б и по 1 см³ раствора А, объем растворов доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и оставляют на 15 мин.

Полученные растворы содержат 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6 мг/дм³ железа. Замеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре при длине волны 490 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 30 мм, используя в качестве раствора сравнения пробу с нулевым содержанием железа (контрольный раствор).

По полученным значениям оптических плотностей строят калибровочный график, откладывая на оси абсцисс массовую долю железа в мг/дм³, а на оси ординат — оптическую плотность растворов.

Калибровочный график проверяют один раз в три месяца, а также при смене реактивов и фотоэлектроколориметра.

4.10.4. Проведение испытания

2 г воздушно-сухой целлюлозы, взятой из средней пробы, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, помещают в тигель и обугливают в муфельной печи при температуре 300—350 °С. При обугливании не должно быть воспламенения целлюлозы и потерь золы. После обугливания целлюлозы тигель прокалывают в печи при температуре 550—600 °С в течение 1 ч, затем охлаждают в эксикаторе.

После охлаждения золу в тигле растворяют в 10 см³ раствора Б и количественно переносят в стеклянный стакан, обмывая тигель многократно дистиллированной водой в количестве 40 см³, и раствор в стакане выпаривают до 0,2 этого объема.

Упаренный раствор из стакана количественно переносят в колбу вместимостью 50 см³, добавляют 1 см³ раствора А, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают и отстаивают в течение 15 мин. Одновременно готовят контрольный раствор с нулевым содержанием железа.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре по п. 4.10.3.5, используя в качестве раствора сравнения контрольный раствор.

Допускается вести определение железа из золы, полученной по п. 4.6. В этом случае заливают 20 мл раствора Б и 2 мл раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см³.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.10.5. Обработка результатов

Массу железа (X_5) в миллиграммах на 1 кг абсолютно сухой целлюлозы вычисляют по формуле

$$X_5 = \frac{C \cdot 50 \cdot 100}{m \cdot (100 - W)},$$

где C — концентрация железа, определенная по калибровочному графику, мг/дм³;

50 — объем испытуемой пробы, см³;

m — масса воздушно-сухой целлюлозы, г;

W — массовая доля воды воздушно-сухой целлюлозы, определенная по п. 4.5, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, округленное до 0,1 мг/кг, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать более 8 % относительно средней величины.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4.11. Определение динамической вязкости

Вязкость хлопковой целлюлозы определяют по ГОСТ 14363.2 со следующими дополнениями.

4.11.1. Аппаратура, посуда и материалы

Аппарат для взбалтывания растворов целлюлозы типа АВР-3 или другого типа, обеспечивающий число качаний и угол поворота от вертикали в соответствии с требованиями ГОСТ 14363.2.

Вискозиметр типа ВПЖ-3 с постоянной $0,1 \cdot 10^{-6}$; $0,3 \cdot 10^{-6}$; $1,0 \cdot 10^{-6}$ м²/с по ГОСТ 10028.

Бюретка по ГОСТ 29251, вместимостью 50 см³.

Проволока медная по ТУ 16.К71—087 или провода медные по ТУ 16—705.459, очищенные от изоляционного покрытия сжиганием.

Допускается применение другой аппаратуры, посуды и материалов, обеспечивающих условия проведения испытаний и точность анализов.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

4.11.2. Проведение испытания

1 г воздушно-сухой целлюлозы, взятой от средней пробы, взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, тщательно разрыхляют, удаляют из нее посторонние включения и плотные комочки и отбирают массу навески.

Массовую долю воды воздушно-сухой целлюлозы определяют в отдельной массе навески по п. 4.5.

Растворение целлюлозы продолжают от 10 мин до 4 ч в зависимости от вязкости целлюлозы. Банки с раствором целлюлозы помещают в термостат на 15—20 мин при температуре $(20 \pm 0,2)$ °С.

При выражении результатов испытаний вязкость вычисляют в сПа·с. За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, округленное до 0,1 сПа·с, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 5 % относительно средней величины для целлюлозы марок 15, 25 и 10 % — для целлюлозы остальных марок.

4.11.3. (Исключен, Изм. № 2).

4.12. Внешний вид упаковки, правильность маркировки проверяют визуально.

4.13. Массу кипы хлопковой целлюлозы в упаковке проверяют на весах по ГОСТ 29329.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 4).

4.14. Размер кипы проверяют с помощью ограничителя, линейки по ГОСТ 427 или по шаблону.

5. ТРАНСПОРТИРОВАНИЕ И ХРАНЕНИЕ

5.1. Транспортирование

5, 5.1. (Измененная редакция, Изм. № 3).

5.1.1. Целлюлозу транспортируют транспортом всех видов в крытых транспортных средствах, согласно правилам перевозок грузов, действующих на транспорте соответствующего вида.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

5.2. Хранение

(Измененная редакция, Изм. № 3).

5.2.1. Хлопковая целлюлоза должна храниться в закрытых неотапливаемых складах в штабелях с защитой их от атмосферных осадков и почвенной влаги с соблюдением правил пожарной безопасности и техники безопасности. Высота укладки в штабель не должна превышать 7 кип.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

6. ГАРАНТИИ ИЗГОТОВИТЕЛЯ

6.1. Изготовитель должен гарантировать соответствие хлопковой целлюлозы требованиям настоящего стандарта при соблюдении условий эксплуатации, транспортирования, хранения, установленных стандартом.

6.2. Гарантийный срок хранения хлопковой целлюлозы — один год со дня изготовления.

6.3. По истечении гарантийного срока хранения хлопковую целлюлозу подвергают испытаниям на соответствие требованиям настоящего стандарта.

(Введен дополнительно, Изм. № 3).

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Р.А. Ментова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 03.07.2002. Подписано в печать 16.09.2002. Усл. печ. л. 1,86.
Уч.-изд. л. 1,75. Тираж 132 экз. С 7308. Зак. 756.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 103062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

ЦЕЛЛЮЛОЗА ХЛОПКОВАЯ

Технические условия

Cotton cellulose.
SpecificationsГОСТ
595—79

ОКП 10 2623

Дата введения 01.07.80

Настоящий стандарт распространяется на хлопковую целлюлозу, полученную обработкой хлопкового линта щелочью с последующей отбелкой, обработкой кислотой и сушкой, а также на хлопковую целлюлозу, поставляемую на экспорт.

Хлопковая целлюлоза предназначена для изготовления нитроцеллюлозы, ацетилцеллюлозы, медноаммиачного волокна, картона.

Все требования настоящего стандарта являются обязательными.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

1. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Хлопковая целлюлоза должна быть изготовлена в соответствии с требованиями настоящего стандарта по рецептурам и технологическим процессам, утвержденным в установленном порядке.

1.2. Для изготовления хлопковой целлюлозы должен использоваться хлопковый линт по ГОСТ 3818.0:

тип 2, I и II сорта — для производства нитроцеллюлозы;

тип 3, I сорт — для производства ацетилцеллюлозы;

типы 2, 3, I и II сорта — для производства медноаммиачного волокна.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

1.3. В зависимости от физико-химических показателей хлопковую целлюлозу подразделяют на три сорта: высший, 1-й, 2-й сорт.

1.4. Хлопковая целлюлоза должна изготавливаться следующих марок, указанных в табл. 1а.

Таблица 1а

| Марка целлюлозы | Код ОКП |
|-----------------|--------------|
| 15 | 10 2623 1002 |
| 25 | 10 2623 1003 |
| 35 | 10 2623 1004 |
| 70 | 10 2623 1005 |
| 100 | 10 2623 1006 |
| 150 | 10 2623 1007 |
| 250 | 10 2623 1008 |
| 350 | 10 2623 1009 |
| 650 | 10 2623 1010 |

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1.5. По физико-химическим показателям хлопковая целлюлоза должна соответствовать нормам, указанным в табл. 1.

| Наименование показателя | Норма для сортов | | | Метод испытания |
|--|--|---------------------|---------|--------------------------|
| | высшего | первого | второго | |
| 1. Внешний вид | Рыхлая масса белого цвета, не содержащая посторонних включений в виде щепы, песка, кусочков резины, металлических включений и других примесей нецеллюлозного характера | | | По п. 4.2 |
| 2. Массовая доля альфа-целлюлозы, %, не менее | | | | По п. 4.3 По п. 4.3.1 |
| а) по весовому методу для марок: | | | | |
| 15 | 98,2 | 97,2 | 96,0 | |
| 25, 35 | 98,5 | 97,7 | 97,5 | |
| для других | 99,0 | 98,0 | 97,5 | |
| б) по фотометрическому методу для марок: | | | | По п. 4.3.2 |
| 15 | 98,2 | 97,2 | 96,0 | |
| 25, 35 | 98,5 | 97,7 | 97,5 | |
| для других | 99,0 | 98,0 | 97,5 | |
| 3. Смачиваемость (для производства нитроцеллюлозы), г, не менее для марки: | | | | По п. 4.4 |
| 15 | 145 | 140 | 130 | |
| для других | 150 | 140 | 130 | |
| 4. Массовая доля воды, %, не более | 8,0 | 10,0 | 10,0 | По п. 4.5 |
| 5. Массовая доля золы, %, не более | 0,1 | 0,2 | 0,3 | По п. 4.6 |
| 6. Массовая доля остатка, нерастворимого в серной кислоте, %, не более | 0,10 | 0,30 | 0,50 | По п. 4.7 |
| 7. Массовая доля волокнистой пыли, %, не более | 2,0 | 2,0 | 2,0 | По п. 4.8 |
| 8. Белизна, %, не менее | 88 | 85 | — | По п. 4.9 |
| 9. Масса железа, мг/кг абсолютно сухой целлюлозы, не более | 25 | — | — | По п. 4.10 |
| 10. Динамическая вязкость, сПа·с (СП) для марок: | | | | По п. 4.11 |
| 15 | | 1,0—2,0 (10—20) | | |
| 25 | | 2,1—3,0 (21—30) | | |
| 35 | | 3,1—4,5 (31—45) | | |
| 70 | | 4,6—8,5 (46—85) | | |
| 100 | | 8,6—11,5 (86—115) | | |
| 150 | | 11,6—17,5 (116—175) | | |
| 250 | | 17,6—30,0 (176—300) | | |
| 350 | | 30,1—43,0 (301—430) | | |
| 650 | | 43,1—85,0 (431—850) | | |

Примечания:

1. По согласованию с потребителем допускается поставлять хлопковую целлюлозу с массовой долей воды выше норм для каждого сорта. При этом пересчет массы целлюлозы производят по ГОСТ 4680.

2. Массовую долю альфа-целлюлозы определяют любым методом. При возникновении разногласий в оценке показателя альфа-целлюлозы применяют весовой метод (п. 4.3.1).

3. Показатели 7, 8, 9 определяют по требованию потребителей.

4. Показатель смачиваемости хлопковой целлюлозы, предназначенной для производства ацетилцеллюлозы, медно-аммиачного волокна, картона должен соответствовать нормам, указанным в договоре.

5. При поставке на экспорт хлопковая целлюлоза должна соответствовать нормам, указанным в заказе-наряде или других нормативных актах внешнеторгового объединения.

(Измененная редакция, Изм. № 2, 3, 4).

1.6. Расхождение значений вязкости целлюлозы между кипами в одной партии не должно превышать для марок:

15 — 0,3 сПа·с (3 сП);

25 — 0,6 сПа·с (6 сП);

35 — 0,8 сПа·с (8 сП);

для других марок не устанавливается.

Примечание. Определение расхождения значений вязкости между кипами в одной партии проводится по требованию потребителя для каждой десятой партии, что оговаривается в заказе.

1.7. Упаковка

1.7.1. Хлопковую целлюлозу прессуют в кипы массой не более 60 кг. Подрезанную хлопковую целлюлозу прессуют в кипы массой не более 80 кг. Длина кипы не должна превышать 1,2 м.

1.7.2. Каждую кипу упаковывают в двухслойную обертку: внутренний слой — бумага оберточная марок А, Б, В, Д по ГОСТ 8273; масса 1 м² для марки Д не менее 60 кг или бумага других наименований и марок, имеющая разрывную длину не менее 1600 м.

Наружный слой должен быть из упаковочной ткани или ткани технического назначения по ГОСТ 5530 или любой упаковочной ткани, имеющей разрывную нагрузку не менее: по основе 314₋₃ Н (32₋₃ кгс), по утку 255₋₂₅ Н (26₋₃ кгс). Допускается применение возвратной тары из ткани. При возврате заводу-изготовителю тара должна быть очищена от продукта, может иметь распоротые швы, разрывы не более трех штук, размером не более 200 мм каждый. Целлюлозу, используемую заводом-изготовителем, разрешается упаковывать в однослойную упаковку из оберточной бумаги марок А, Б, В, Д по ГОСТ 8273 или ткани по ГОСТ 5530.

1.7.3. Кипа должна быть завернута в бумагу так, чтобы целлюлоза не могла загрязниться. Тара и упаковка должны быть прочными, исправными, не допускать рассыпание кипы, обеспечивать сохранность груза и безопасность перевозок при соблюдении правил хранения и правил перевозок грузов, действующих на транспорте соответствующего вида.

1.8. Маркировка

1.8.1. На каждую кипу приклеивают ярлык размером не менее 52×74 мм из бумаги массой 1 м² не менее 45 г, с указанием сведений об упакованной продукции:

наименование завода-изготовителя;

наименование продукта;

номера партии;

номера кипы;

массы тары и нетто кипы, кг;

месяца и года изготовления;

обозначения настоящего стандарта и манипуляционного знака «Беречь от влаги» по ГОСТ 14192.

По требованию потребителя допускается наносить сорт и марку целлюлозы на ярлык, что оговаривается в договоре.

1.8.2. Каждую партию хлопковой целлюлозы сопровождают документом, удостоверяющим качество и соответствие целлюлозы требованиям настоящего стандарта и содержащим:

наименование завода-изготовителя;

сорт и марку целлюлозы;

номер партии;

дату изготовления;

нетто, кг;

количество кип, шт.;

показатели качества по проведенным испытаниям;

обозначение настоящего стандарта.

При отгрузке партии частями разным потребителям каждую ее часть сопровождают вышеуказанным документом.

1.7—1.8.2. (Измененная редакция, Изм. № 4).

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.1. Хлопковая целлюлоза относится к группе горючих веществ. Аэрозоль хлопковой целлюлозы взрывоопасна. При работе с хлопковой целлюлозой соблюдать все меры предосторожности, исключая ее загорание.

| | |
|--|-------------------------|
| Нижний предел взрываемости | 47,5 г/м ³ . |
| Предельно допустимая концентрация пыли | 4 мг/м ³ . |

2.2. Не допускается хранить хлопковую целлюлозу на складах с легковоспламеняющимися жидкостями, концентрированными кислотами, щелочами и на расстоянии менее 1 м от электронагревательных приборов.

2.3. Работы с хлопковой целлюлозой проводят в соответствии с действующими правилами эксплуатации производств, утвержденными Президиумом ЦК профсоюза и по инструкции Министерства здравоохранения СССР от 28.03.1980 г. № 128.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Хлопковая целлюлоза должна предъявляться к приемке партиями.

На заводе-изготовителе сорт и марка устанавливаются по результатам приемосдаточных испытаний.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.1.1. Партия должна состоять из кип одного размера, изготовленных по одному технологическому процессу; масса партии не должна быть менее 2000 кг.

3.1.2. Партию хлопковой целлюлозы необходимо предъявлять на приемочный контроль в окончательно упакованном виде. Допускается проводить проверку массы, размера кип, отбор проб на определение физико-химических показателей до упаковки кип.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

3.2. Для проверки соответствия хлопковой целлюлозы требованиям настоящего стандарта устанавливают приемосдаточные испытания.

3.3. Приемосдаточные испытания необходимо проводить в объеме и последовательности, указанной в табл. 2.

Таблица 2

| Проверяемый параметр | Номер пункта | | Объем выборки |
|---|------------------------|-------------------|--------------------------------------|
| | технических требований | методов испытания | |
| 1. Внешний вид упаковки и качество маркировки | — | 4.12 | 6 кип от партии |
| 2. Масса и размер кип | — | 4.13—4.14 | 5 % кип, но не менее 6 кип от партии |
| 3. Физико-химические показатели | 1.5 | 4.3—4.11 | 10 % кип, но не менее 6 кип |

3.4. При получении неудовлетворительных результатов испытания хотя бы по одному из показателей данного сорта по нему проводят повторные испытания вновь отобранной пробы от удвоенной выборки.

Результаты повторных испытаний являются окончательными и распространяются на всю партию.

(Измененная редакция, Изм. № 4).

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.1. Метод подготовки средней пробы для испытаний

4.1.1. *Посуда и материалы*

Банки с плотно закрывающимися крышками стеклянными или из полимерных материалов.

Пакеты из полиэтиленовой пленки по ГОСТ 10354.

Бумага оберточная по ГОСТ 8273 или бумага мешочная по ГОСТ 2228.

4.1.2. *Отбор средней пробы*

Из кипы пробы отбирают на расстоянии не менее 100 мм от любой ее поверхности.

Пробу делят на две равные части, одну из них помещают в банку или в завязываемый полиэтиленовый пакет, другую — в полиэтиленовый или бумажный пакет. В ту же банку и пакет помещают пробы, взятые аналогичным способом из других кип. Общая масса полученной средней пробы в банке и пакете должна быть около 600 г.

На каждую банку и пакет наклеивают ярлык по ГОСТ 14192 с указанием:
условного обозначения завода-изготовителя;
номера партии;
даты отбора пробы.

Банку и пакет необходимо опечатать или запломбировать пломбой по ГОСТ 18677.

Банку или полиэтиленовый пакет со средней пробой передают в лабораторию для испытания, а другой полиэтиленовый или бумажный пакет с образцом хранят на случай повторных испытаний.

4.1.3. Среднюю пробу хлопковой целлюлозы из банки или пакета выкладывают на лист бумаги, тщательно перемешивают и раскладывают слоем толщиной 20—30 мм.

Для определения массовой доли воды из разных мест средней пробы отбирают пробу массой не менее 20 г.

Для выравнивания массовой доли воды, т. е. получения воздушно-сухой целлюлозы, среднюю пробу выдерживают при температуре окружающей среды не менее 3 ч, после чего помешают в банку или пакет. При этом не допускается отделять пыль и неволокнистые примеси.

4.1.2, 4.1.3. **Измененная редакция, Изм. № 4).**

4.2. Внешний вид целлюлозы определяют визуально.

4.3. Определение массовой доли альфа-целлюлозы

4.3.1. *Определение массовой доли альфа-целлюлозы весовым методом (арбитражный метод).*

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3.1.1. *Аппаратура, посуда, материалы и реактивы*

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Термометр по ГОСТ 28498 с ценой деления не более 0,5 °С.

Шкаф сушильный по ТУ 16—531.639.

Секундомер по ТУ 25—1819.0021 и ТУ 25—1894.003 или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145, или часы песочные по нормативно-технической документации.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Колба с тубусом по ГОСТ 25336 или металлическая, удовлетворяющая по размерам ГОСТ 25336.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336 или металлические диаметром 50—60 мм и высотой 30—40 мм с крышкой.

Стаканы № 2, 3, 7, 8 по ГОСТ 9147.

Тигли фильтрующие по ГОСТ 25336 типа ТФ 40-ПОР 160 или воронки фильтрующие типа ВФ 40-ПОР 160 или ВФ 60-ПОР 160.

Чашка кристаллизационная по ГОСТ 25336.

Сифон из стеклянной трубки по ТУ 25.11.1045 диаметром 8—14 мм.

Бутыли стеклянные по нормативно-технической документации.

Стекло часовое по ГОСТ 14183.

Палочка стеклянная или эбонитовая с плоским концом, диаметром 10—17 мм.

Пробка резиновая по нормативно-технической документации.

Кальций хлористый прокаленный по нормативно-технической документации.

Кислота уксусная по ГОСТ 61, 10 %-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204 или кислота соляная по ГОСТ 3118, 0,1 н. раствор.

Метиловый оранжевый (индикатор) по ТУ 6—09—5171, 0,05 %-ный раствор.

Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.

Фенолфталеин (индикатор), 0,1 %-ный раствор, по нормативно-технической документации.

Аскарит по ТУ 6—09—4128 или известь натронная.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение другой аппаратуры, посуды, обеспечивающих условия проведения испытаний и точности анализов.

4.3.1.1. **(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).**

4.3.1.2. *Подготовка к испытанию*

Приготовление 17,5 %-ного раствора гидроокиси натрия, свободного от карбонатов.

Гидроокись натрия растворяют в фарфоровом стакане в равном по массе количестве дистиллированной воды. Полученный раствор гидроокиси натрия переносят в бутылку и отстаивают в течение 10—20 сут до полного осаждения карбонатов.

Прозрачный раствор сливают в другую бутылку при помощи сифона, не взбалтывая осадка, и определяют массовую долю гидроокиси натрия в процентах. Раствор гидроокиси натрия разбавляют

дистиллированной водой, не содержащей углекислый газ. Массовую долю гидроокиси натрия и углекислого натрия в приготовленном растворе проверяют титрованием серной или соляной кислотой с добавлением индикатора фенолфталеина или метилового оранжевого. Готовый раствор должен содержать $(17,5 \pm 0,1)$ % (по массе) гидроокиси натрия. Массовая доля карбонатов не должна быть более 0,3 %.

Раствор гидроокиси натрия хранят в бутылки, закрытой резиновой пробкой, в которую вставлены хлоркальциевая трубка, наполненная аскаритом или прокаленным хлористым кальцием, или натронной известью, и сифон для сливания приготовленного раствора.

4.3.1.3. Проведение испытания

В чашку с водой температурой $(20 \pm 0,5)$ °С помещают стакан и колбу с раствором гидроокиси натрия.

Около 3 г воздушно-сухой хлопковой целлюлозы, взятой из средней пробы, предварительно разрыхленной, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в доведенном до постоянной массы стаканчике. При взятии навески для определения альфа-целлюлозы параллельно берут навеску для определения массовой доли воды.

Взятую навеску помещают в стакан, находящийся в кристаллизационной чашке, заливают 30 см³ раствора гидроокиси натрия, перемешивают, выравнивая поверхность стеклянной палочкой. Затем стакан закрывают часовым стеклом, массу периодически перемешивают. По истечении 30 мин добавляют 80 см³ воды, освобожденной от углекислоты, температурой $(20 \pm 0,5)$ °С и содержимое стакана перемешивают в течение 0,5—1,0 мин до получения однородной массы. Полученную массу переносят в доведенный до постоянной массы тигель, установленный при помощи резиновой пробки в колбу для фильтрования, соединенную с водоструйным насосом.

Массу отфильтровывают от гидроокиси натрия при слабом вакууме и промывают 750 см³ воды небольшими порциями, прибавляя каждую новую порцию воды после полного отсасывания предыдущей.

После промывки выключают насос и массу заливают 30 см³ раствора уксусной кислоты. Через 5 мин включают водоструйный насос, отсасывают кислоту и окончательно промывают массу 750 см³ горячей воды температурой (65 ± 5) °С небольшими порциями.

Окончив промывку, тщательно отсасывают воду и сушат альфа-целлюлозу при температуре 130—135 или 105—110 °С до постоянной массы.

Взвешивание альфа-целлюлозы производят после охлаждения в эксикаторе.

4.3.1.2, 4.3.1.3. (Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3.1.4. Обработка результатов

Массовую долю альфа-целлюлозы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2)100 - 100}{m \cdot (100 - W)},$$

где m — масса воздушно-сухой целлюлозы, г;

m_1 — масса тигля с высушенной альфа-целлюлозой, г;

m_2 — масса сухого тигля, г;

W — массовая доля воды воздушно-сухой целлюлозы, определенная по п. 4.5, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, округленное до 0,1 %, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 %.

4.3.2. Определение массовой доли альфа-целлюлозы фотометрическим методом

(Измененная редакция, Изм. № 2).

4.3.2.1. Аппаратура, посуда, материалы и реактивы

Фотоэлектроколориметры лабораторные по ТУ 3—3.1766, ТУ 3—3.1860, ТУ 3—3.2164, исполнения КФ1—1, класса точности не выше 1,5.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Шкаф сушильный по ТУ 16—531.639.

Термостат типа ТС-16 или УТ-15 с погрешностью регулировки температуры $\pm 0,5$ °С.

Насос водоструйный по ГОСТ 25336.

Термометр по ГОСТ 28498 с ценой деления не более 0,5 °С.

Секундомер по ТУ 25—1819.0021 и ТУ 25—1894.003 или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145, или часы песочные по нормативно-технической документации.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Колба с тубусом по ГОСТ 25336 или металлическая по размерам, удовлетворяющим ГОСТ 25336.

Воронки фильтрующие по ГОСТ 25336 типа ВФ 40-ПОР 160 или ВФ 60-ПОР 160, или тигли фильтрующие типа ТФ 40-ПОР 160.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336 или металлические диаметром 50—60 мм и высотой 30—40 мм с крышкой.

Пипетки по ГОСТ 29227 вместимостью 5 и 10 см³.

Бюретки по ГОСТ 29251 вместимостью 25 см³.

Колбы по ГОСТ 1770 вместимостью 100 и 1000 см³.

Цилиндры по ГОСТ 1770 вместимостью 50 и 100 см³.

Стаканы № 3, 4 по ГОСТ 9147.

Сифон из стеклянной трубки по ТУ 25.11.1045 диаметром 8—14 мм.

Бутыли стеклянные по нормативно-технической документации.

Палочка стеклянная или эбонитовая с плоским концом диаметром 10—17 мм.

Пробка резиновая по нормативно-технической документации.

Аскарит по ТУ 6—09—4128 или известь натронная.

Кальций хлористый прокаленный по нормативно-технической документации.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, 17,5 %-ный раствор.

Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, 1 н. раствор.

Д-глюкоза по ГОСТ 6038.

Кислота серная по ГОСТ 4204, концентрированная и 0,1 н. раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, 0,1 н. раствор.

Фенолфталеин (индикатор), 0,1 %-ный раствор, по нормативно-технической документации.

Метиловый оранжевый (индикатор) по ТУ 6—09—5171, 0,05 %-ный раствор.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Допускается применение другой аппаратуры, посуды, обеспечивающих условия проведения испытаний и точности анализов.

(Измененная редакция, Изм. № 3, 4).

4.3.2.2. *Подготовка к испытанию*

Приготовление 17,5 %-ного раствора гидроксида натрия, свободного от карбонатов по п. 4.3.1.2.

Приготовление 1 н. раствора двухромовокислого калия

49,03 г двухромовокислого калия взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, переносят в колбу вместимостью 1000 см³, растворяют в 500 см³ дистиллированной воды. К содержимому колбы добавляют 300 см³ концентрированной серной кислоты. Охлаждают до температуры (20±0,5) °С и доводят дистиллированной водой до метки.

Приготовление стандартного раствора глюкозы с массовой долей 1 мг/см³

1 г глюкозы, предварительно высушенной при температуре 100—105 °С до постоянной массы, взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, переносят в колбу вместимостью 1000 см³, растворяют при перемешивании в 50 см³ дистиллированной воды и доводят объем раствора до метки.

Используя стандартный раствор глюкозы, строят калибровочный график. Для этого в сухие колбы вместимостью 100 см³ наливают стандартный раствор глюкозы в количествах, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

| Номер колбы | Объем стандартного раствора глюкозы, см ³ | Масса глюкозы, мг/см ³ | Номер колбы | Объем стандартного раствора глюкозы, см ³ | Масса глюкозы, мг/см ³ |
|-------------|--|-----------------------------------|-------------|--|-----------------------------------|
| 1 | 0 | 0,00 | 7 | 12 | 0,12 |
| 2 | 2 | 0,02 | 8 | 14 | 0,14 |
| 3 | 4 | 0,04 | 9 | 16 | 0,16 |
| 4 | 6 | 0,06 | 10 | 18 | 0,18 |
| 5 | 8 | 0,08 | 11 | 20 | 0,20 |
| 6 | 10 | 0,10 | | | |

В каждую колбу добавляют 5 см³ раствора двухромовокислого калия, затем осторожно при охлаждении приливают 30 см³ концентрированной серной кислоты. По истечении 10 мин содержимое колбы охлаждают под струей воды, доводят объем до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают, выдерживают в термостате при температуре (20±0,5) °С и повторно доводят объем до метки дистиллированной водой. Измеряют оптическую плотность полученных растворов относительно дистиллированной воды при длине волны 540 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 30 мм и строят калибровочный график.

На оси абсцисс откладывают массовую долю альфа-целлюлозы в процентах в целлюлозе, которую вычисляют, исходя из массовой доли глюкозы в соответствующем растворе, а на оси ординат — измеренную оптическую плотность.

Массовую долю альфа-целлюлозы (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = 100 - \frac{80}{m} C_x,$$

где 80 — коэффициент пересчета;

C_x — масса глюкозы в стандартном растворе, мг/см³;

m — масса целлюлозы, равная 1,5 г.

График проверяют 1 раз в 3 месяца, а также при замене реактивов, ремонте и смене прибора.

4.3.2.3. Проведение испытания

1,5 г высушенной при температуре (110 ± 5) °С хлопковой целлюлозы в течение 15 мин и охлажденной в эксикаторе в течение 10—40 мин взвешивают с погрешностью не более 0,01 г, отмеривают цилиндром 30 см³ 17,5 %-ного раствора гидроокиси натрия и заливают им целлюлозу в стакане.

Содержимое стакана выдерживают при температуре $(20 \pm 0,5)$ °С в течение 10 мин. Затем в стакан доливают 50 см³ дистиллированной воды и выдерживают при температуре $(20 \pm 0,5)$ °С 1—2 мин. Раствор перемешивают, отфильтровывают через фильтрующую воронку с помощью насоса. Пипеткой отбирают в две колбы вместимостью 100 см³ по 10 см³ фильтрата, в одной из колб доводят объем до метки дистиллированной водой, а во вторую добавляют 5 см³ раствора двухромовокислого калия и затем при охлаждении осторожно прибавляют 30 см³ концентрированной серной кислоты.

По истечении 10 мин колбу охлаждают под струей воды в течение 2—5 мин, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Выдерживают колбу при температуре $(20 \pm 0,5)$ °С в течение 15 мин и повторно доводят объем до метки дистиллированной водой.

Измеряют оптическую плотность раствора с добавлением двухромовокислого калия относительно раствора без его добавления при тех же условиях, что и стандартные растворы.

(Измененная редакция, Изм. № 3).

4.3.2.4. Обработка результатов

Проводят два параллельных определения. По величине оптической плотности на калибровочном графике находят массовую долю альфа-целлюлозы.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми не должны превышать 0,5 %.

4.4. Определение смачиваемости

4.4.1. Аппаратура, посуда и реактивы

Весы лабораторные по ГОСТ 24104.

Секундомер по ТУ 25—1819.0021 и ТУ 25—1819.003, или часы механические с сигнальным устройством по ГОСТ 3145, или часы песочные по нормативно-технической документации.

Термометр по ГОСТ 28498, с ценой деления 0,5 °С.

Цилиндр алюминиевый (чертеж).

Чашка кристаллизационная цилиндрическая по ГОСТ 25336 вместимостью 2500 см³.

