



Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т
С О Ю З А С С Р

ЦЕЛЛЮЛОЗА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СМОЛ И ЖИРОВ

ГОСТ 6841—77

Издание официальное

БЗ 2—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

ЦЕЛЛЮЛОЗА

Метод определения смол и жиров

ГОСТ
6841—77

Cellulose. Method for determination of pitch and fat

ОКСТУ 5409

Дата введения 01.01.79

Настоящий стандарт распространяется на целлюлозу всех видов и устанавливает метод определения массовой доли смол и жиров.

Сущность метода заключается в многократном экстрагировании целлюлозы хлористым метилом, выпаривании экстракта, сушке и взвешивании нелетучего остатка.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Отбор проб — по ГОСТ 7004.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

2. АППАРАТУРА, ПОСУДА И РЕАКТИВЫ

2.1. Для проведения испытания должны применять:

шкаф сушильный, обеспечивающий температуру $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$;

весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью не более 0,0002 г по ГОСТ 24104;

эксикатор по ГОСТ 25336;

баню песчаную с электрообогревом или другой нагревательный прибор с закрытым обогревом;

установку для экстрагирования типа аппарата Сокслета, состоящую из насадки для экстрагирования типа НЭТ-150, холодильника типа ХШ-2—250—45/40 и колбы типа П-1—250—29/32 по ГОСТ 25336;

установку для экстрагирования типа Э-8, состоящую из насадки для экстрагирования типа НЭТВ-50, холодильника типа ХШ-2—250—45/40 и колбы типа П-1—100—29/32 по ГОСТ 25336;

метилен хлористый технический высшего или первого сорта по ГОСТ 9968, перегнанный при температуре $40\text{—}42^\circ\text{C}$; при хранении метилена хлористого свыше трех месяцев его подвергают повторной перегонке;

бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

3.1. Подготовка проб — по ГОСТ 19318, разд. 4.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Влажность целлюлозы определяют по ГОСТ 16932.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

4.1. Для экстрагирования всех видов целлюлозы применяют установку типа аппарата Сокслета.

При испытании листовой целлюлозы взвешивают около 20 г, при испытании хлопьевидной — около 10 г воздушно-сухой целлюлозы с точностью до четвертого десятичного знака.

В сливную трубку насадки вводят небольшое количество обессмоленной ваты, смоченной хлористым метиленом и помещают навеску целлюлозы в насадку. Уровень навески целлюлозы должен быть на 1,0—1,5 см ниже уровня перелива насадки.

В предварительно высушенную в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С до постоянной массы и взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака колбу наливают хлористый метилен в количестве, равном 1,5—2,0 объема насадки. Соединяют насадку с холодильником и колбой и ставят на нагревательный прибор. Нагрев колбы должен быть отрегулирован так, чтобы обеспечить 8 переливов в 1 ч. Экстрагирование продолжают в течение 3 ч. Общее количество переливов — 24.

По окончании экстрагирования отгоняют через насадку чистый растворитель до тех пор, пока в колбе останется 5—7 см³ экстракта. Колбу с экстрактом сушат до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С в течение 3—4 ч. После охлаждения в насадке до комнатной температуры колбу с экстрактом взвешивают с точностью до четвертого знака.

4.2. Для экстрагирования целлюлозы с массовой долей смол и жиров свыше 0,4 % допускается применять установку типа аппарата Э-8.

В этом случае навеску в 3—5 г листовой или хлопьевидной воздушно-сухой целлюлозы, взвешенной с точностью до четвертого десятичного знака, помещают в гильзу из обессмоленной фильтровальной бумаги, а затем в насадку так, чтобы уровень целлюлозы был на 1,0—1,5 см ниже уровня перелива насадки.

В предварительно высушенную в сушильном шкафу при температуре (105 ± 2) °С до постоянной массы и взвешенную с точностью до четвертого десятичного знака колбу наливают хлористый метилен в количестве, равном 1,5—2,0 объема насадки. Соединяют насадку с холодильником и колбой и ставят на нагревательный прибор. Нагрев колбы должен быть отрегулирован так, чтобы обеспечить 10 переливов в 1 ч. Экстрагирование продолжают в течение 2 ч. Общее количество переливов — 20.

Отгонку растворителя, сушку и взвешивание полученного остатка проводят как указано в п. 4.1. 4.1; 4.2. **(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).**

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю смол и жиров (\mathcal{E}) в процентах вычисляют по формуле

$$\mathcal{E} = \frac{(m_1 - m) 100}{m_2 (100 - W)} 100,$$

где m — масса сухой колбы, г;

m_1 — масса колбы с экстрактом, г;

m_2 — масса воздушно-сухой целлюлозы, г;

W — влажность целлюлозы, %.

5.1.1. Результат измерения выражают с точностью до третьего десятичного знака.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми, величина округления и пределы относительной погрешности результатов измерений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Данные в табл. 1 приведены для доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 1

%			
Массовая доля смол и жиров в целлюлозе	Величина округления	Величина расхождения между параллельными определениями (от среднего)	Предел относительной погрешности результата измерений
От 0,02 до 0,19	0,01	30	± 15
» 0,20 » 0,99	0,01	15	± 15
Св. 1,00	0,01	10	± 15

5.1.2. Допускается до 01.01.93 результат измерения выражать с точностью до второго десятичного знака при испытании целлюлозы для производства бумаги и картона. В этом случае за окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допускаемые расхождения между которыми, величина округления и пределы относительной погрешности результатов измерений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Данные в табл. 2 приведены для доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 2

%			
Массовая доля смол и жиров в целлюлозе	Величина округления	Величина расхождения между параллельными определениями (от среднего)	Предел относительной погрешности результата измерений
От 0,2 до 0,9	0,1	15	± 6
Св. 1,0	0,1	10	± 4

Разд. 5. (Измененная редакция, Изм. № 2).

6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

6.1. Работу с хлористым метиленом должны проводить в вытяжном шкафу. Предельно допустимая концентрация (ПДК) паров хлористого метилена в воздухе рабочей зоны 50 мг/м^3 по ГОСТ 12.1.005.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

6.2. Хлористый метилен не взрывоопасен в смеси с воздухом. Хлористый метилен — трудногорючая жидкость. Средства пожаротушения — по ГОСТ 12.1.004.

6.3. При разливе хлористого метилена его убирают, посыпая место разлива песком.

6.4. Хлористый метилен хранят в бутылках из темного стекла под тягой.

6.5. Индивидуальными средствами защиты в случае разложения хлористого метилена при действии открытого пламени или при превышении ПДК являются противогазы марки А или БКФ по ГОСТ 12.4.121.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством лесной промышленности СССР

РАЗРАБОТЧИК Г. Л. Апельсина

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного Комитета СССР по стандартам от 10.02.77 № 358

3. Срок первой проверки — 1999 г., периодичность проверки — 10 лет

4. Стандарт полностью соответствует МС ИСО 624—74

5. Взамен ГОСТ 6841—67

6. Унифицирован с TGL 25213—70

7. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 12.1.004—91	6.2	ГОСТ 16932—93	3.2
ГОСТ 12.1.005—88	6.1	ГОСТ 19318—73	3.1
ГОСТ 12.4.121—83	6.5	ГОСТ 24104—88	2.1
ГОСТ 7004—93	1.1	ГОСТ 25336—82	2.1
ГОСТ 9968—86	2.1		

8. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

9. ПЕРЕИЗДАНИЕ (июль 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в марте 1986 г., марте 1990 г. (ИУС 6—86, 7—90)

Редактор *Т. А. Леонова*
Технический редактор *О. Н. Власова*
Корректор *С. И. Фирсова*
Компьютерная верстка *Т. Ф. Кузнецовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 24.08.98. Подписано в печать 15.09.98. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-изд. л. 0,40.
Тираж 148 экз. С 1102. Зак. 1620.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Калужской типографии стандартов на ПЭВМ.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138