

ГОСТ 18461—93
(ИСО 1762—74)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЗОЛЫ

Издание официальное

БЗ 1—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Республика Беларусь	Белстандарт
Республика Кыргызстан	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Госдепартамент Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Туркменгосинспекция

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 18461—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95

4 ВЗАМЕН ГОСТ 18461—73

© ИПК Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ЦЕЛЛЮЛОЗА	ГОСТ
Метод определения содержания золы	18461—93
Pulps. Method for determination of ash content	(ИСО 1762—74)

ОКСТУ 5409

Дата введения 01.01.95**1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ**

Настоящий стандарт устанавливает метод определения содержания золы в целлюлозе. Содержание золы в целлюлозе соответствует примерному содержанию минеральных солей и других неорганических веществ, но не определяет количество каждого из них в отдельности.

Метод применим для всех видов целлюлозы.

Дополнительные требования, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом или вертикальной чертой.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 16932 «Целлюлоза. Определение содержания сухого вещества».

ГОСТ 7004 «Целлюлоза. Отбор проб для испытаний».

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ

Зольность целлюлозы — процентное отношение массы остатка после полного сжигания целлюлозы при температуре $(575 \pm 25)^\circ\text{C}$ в определенных условиях к массе пробы, высушенной в термостате.

4. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

- 4.1. Тигли или чашки платиновые, фарфоровые или кварцевые.
- 4.2. Печь муфельная электрическая, нагреваемая до $(575 \pm 25)^\circ\text{C}$.
- 4.3. Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,2 мг.
- 4.4. Стаканчики для взвешивания (бюксы).
- 4.5. Эксикатор.
- 4.6. Термометр.
- 4.7. Щипцы тигельные.
- 4.8. Платиновые наконечники к тигельным щипцам.
- 4.9. Кальций хлористый безводный, гранулированный, прокаленный и просеянный.
- 4.10. Кислота соляная, раствор (1:1).
- 4.11. Вода дистиллированная.
- 4.12. Натрий кислый серно-кислый, ч.д.а.

5. ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ ДЛЯ АНАЛИЗА

Отбор проб для испытаний — по ГОСТ 7004.

Образцы, высушенные на воздухе, разрывают на кусочки соответствующего размера. Не следует брать кусочки от края, обрванного резаком, или имеющие металлические примеси.

Образцы целлюлозы могут быть разрезаны на кусочки размером 1—2 см² ножом из нержавеющей стали.

6. МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЯ

6.1. Подготовка пробы для анализа

Взвешивают с точностью до второго десятичного знака количество целлюлозы, дающее не менее 10 мг золы. Одновременно взвешивают пробу для определения содержания сухого вещества согласно ГОСТ 16932.

Таблица зависимости массы навески от предполагаемого содержания золы приведена в приложении 1.

6.2. Определение содержания золы

Тигель или чашку нагревают в течение 15 мин в муфельной печи при температуре $(575 \pm 25)^\circ\text{C}$, затем охлаждают в эксикаторе в течение 45 мин, если тигель фарфоровый или кварцевый, в течение 15 мин, если тигель платиновый, или в течение другого времени, необходимого для достижения комнатной температуры. Контролируют температуру с помощью термометров в эксикаторе и комнатного

Тигель или чашку взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака.

При определении содержания золы, которая в дальнейшем используется для проведения спектрального анализа, следует применять только платиновые тигли или чашки и платиновые наконечники к тигельным щипцам.

Если размер пробы позволяет, пробу помещают в этот тигель и прокалывают на небольшом пламени газовой горелки до полного обугливания (см. примечание 1).

Пробу помещают в тигель не более чем на $\frac{2}{3}$ его объема и осторожно, без воспламенения, сжигают в муфельной печи при температуре $(300 \pm 25)^\circ\text{C}$ до полного обугливания.

Если вся проба не помещается в тигель, ее сжигают порциями так, чтобы не было потерь частичек золы. Затем тигель помещают в муфельную печь и прокалывают при температуре $(575 \pm 25)^\circ\text{C}$ в течение 3 ч или более, если это необходимо для полного сгорания углерода (см. примечание 2).

После окончания прокалывания, о чем свидетельствует отсутствие черных частичек, тигель с содержимым охлаждают, как указано выше, и взвешивают с точностью до четвертого десятичного знака.

Проводят два параллельных определения.

Примечания:

1. Если имеется соответствующая печь для каждого образца, тигель помещают в холодную печь и нагревают до полного прокалывания целлюлозы. Если используют газовую горелку, необходимо следить за тем, чтобы внутренний конус пламени не вступал в контакт с платиной. Пламя регулируют так, чтобы не было никакого осадка углерода на наружных стенках тигля.

2. Излишняя продолжительность прокалывания может вызвать нежелательные реакции и дать ошибочные результаты.

3. Способ очистки использованных тиглей приведен в приложении 2.

7. ВЫРАЖЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Содержание золы (X) в процентах по отношению к массе пробы вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m_0} \quad \text{или}$$

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

где m — масса воздушно-сухой целлюлозы, г;

m_0 — масса абсолютно сухой целлюлозы, рассчитанная на основе целлюлозы, высушенной в термостате, г;

С. 4 ГОСТ 18461—93

m_1 — масса золы, г;

W — влажность целлюлозы, %.

За результат принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, округленное с точностью до второго десятичного знака.

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать значений, указанных в табл. 1, при доверительной вероятности, равной 0,95.

Таблица 1

Содержание золы, %	Допускаемые расхождения, %
До 0,10	0,01
Сл 0,11 > 0,20	0,04
> 0,20	0,06

8. ПРОТОКОЛ ИСПЫТАНИЯ

В протоколе испытания указывают:

- а) ссылку на настоящий метод;
- б) полученные результаты и форму их выражения;
- в) условия испытания и факторы, не предусмотренные в стандарте или факультативные;
- г) случайные явления, отмеченные при испытании, которые могут повлиять на результат.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Рекомендуемое

Таблица зависимости массы навески от предполагаемого содержания золы в %

Таблица 2

Содержание золы, %	Масса навески, г
До 0,04	50
Св. 0,04 » 0,08	40
» 0,08 » 0,12	30
» 0,12 » 0,20	20
» 0,20 » 0,50	10
» 0,50	5

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

Способ очистки использованных тиглей

Тигли после проведения испытания тщательно моют и кипятят с соляной кислотой (раствор 1:1).

Если платиновые тигли не очищаются кипячением с соляной кислотой, то допускается следующий способ очистки: покрывают внутреннюю поверхность тигля тонким слоем кислого сернистого натрия и прокаливают 15—20 мин при температуре 600°C. Затем промывают тигли проточной и дистиллированной водой и высушивают.

С. 6 ГОСТ 18461—93

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ
ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Коды в таблицах ИИД и условные данные стандарта	Номер пункта стандарта
ГОСТ 7004—93	Разд. 2, разд. 5
ГОСТ 16932—93	Разд. 2, 6.1

Редактор **Л. Д. Курочкина**
Технический редактор **В. Н. Прусакова**
Корректор **В. И. Варенцова**

Сдано в набор 20.05.95 Подп. в печ. 07.07.96 Усл. печ. л. 0,17 Усл. кр. отт. 0,47.
Уч. изд. л. 0,37 Тир. 349 экз. С. 2/78

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер. 14
Филиал ИПК Издательство стандартов, тип «Московский печатник»
Москва, Лялин пер., 6 Зак. 558