

CELULOZA	NORMA BRANŻOWA	BN-70
	Masa celulozowa	7516-02
	Laboratoryjne badanie przerobu wiskozowego mas celulozowych	
	Test X	Grupa katalogowa IX 59

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest określanie jakości mas celulozowych laboratoryjną metodą przerobu wiskozowego.

Norma obejmuje sposób oceny masy celulozowej na podstawie jakości roztworów wiskozowych sporządzonych w ustalonych warunkach.

1.2. Normy związane

PN-62/C-84038 Wodorotlenek sodowy techniczny

PN-63/C-88006 Dwusiarczek węgla techniczny

PN-62/P-50075 Produkty przemysłu papierniczego.

Badania techniczne. Pobieranie próbek półproduktów w postaci arkuszy

PN-65/P-50150 Produkty przemysłu papierniczego.

Metody badań fizycznych. Oznaczanie zawartości wody. Oznaczanie wilgotności, suchości i stężenia włókna w zawiesinie wodnej

BN-70/7516-03 Włókna wiskozowe. Oznaczanie skorygowanego wskaźnika filtracyjności wiskozy k_w^*

2. OZNACZANIE WARTOŚCI TESTU X

2.1. Zasada oznaczania. Oznaczanie polega na sporządzeniu roztworów wiskozowych, oznaczeniu skorygowanego wskaźnika filtracyjności k_w^* tych roztworów oraz wyznaczeniu wartości testu X na podstawie graficznie przedstawionej zależności $\lg k_w^*$ od procentowego dodatku dwusiarczku węgla.

2.2. Aparatura

a) Prasa merceryzacyjna na wsad nie mniejszy niż 0,5 kg masy celulozowej, o docisku 5 ± 15 kG na 1 cm^2 powierzchni arkusza, zaopatrzona w 5 płyt perforowanych dla rozdzielania zbioru alkaliczowanych arkuszy na 4 części. Koryto prasy powinno posiadać płaszczyznę wodną. Prasa powinna być wyposażona

na w zbiornik na ług pojemności odpowiadającej pojemności koryta prasy, umieszczony około 1 m powyżej koryta i zaopatrzony w płaszczyznę z dopływem ciepłej i zimnej wody oraz mieszadło i termometr.

b) Szarpacz szczękowy pojemności odpowiadającej wielkości prasy, zaopatrzony w płaszczyznę z dopływem ciepłej i zimnej wody oraz termometr do pomiaru temperatury alkalicelulozy.

c) Słoje grubościennne pojemności około 1 l i średnicy 95 ± 105 mm, z szeroką szyją, ze szlifem znormalizowanym, zamykane nasadkami do siarczowania zaopatrzonymi w kran próżniowy (rys. 1) lub korkami z gumy odpornej na działanie dwusiarczku węgla. Należy oznaczyć pojemność całkowitą każdego słoja, tj. pojemność do samej nasadki, np. przez różnicę ciężarów słoja napełnionego wodą destylowaną o temperaturze pokojowej i słoja pustego. Ważyć z dokładnością do 1 g i przyjąć 1 g wody równy 1 ml. Różnice pojemności słoików nie powinny przekraczać 5%.

d) Termostaty:

- do termostatowania prasy merceryzacyjnej - temperatura $20 \pm 1^\circ\text{C}$,

- do termostatowania słoików w czasie siarczowania - temperatura $25 \pm 1^\circ\text{C}$,

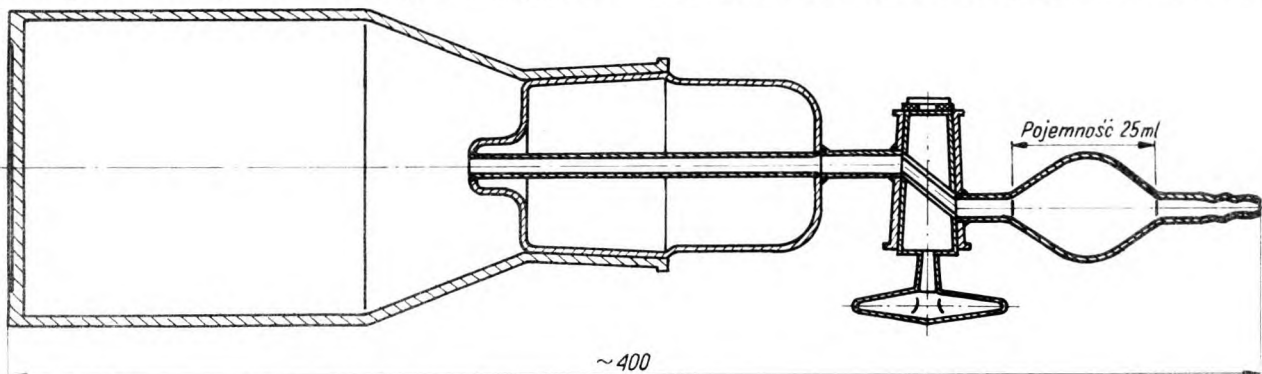
- do termostatowania wody i roztworu NaOH służących do rozpuszczania ksantatu, słoików w czasie rozpuszczania ksantatu, odpowietrzania wiskozy i oznaczania lepkości - temperatura $19,5 \pm 0,5^\circ\text{C}$,

- do termostatowania filtrów - temperatura $20 \pm 1^\circ\text{C}$.

e) Mieszadła wg rys. 2 mocowane w uchwytach, obracające się z szybkością 365 ± 380 obr/min.

f) Manometr rtęciowy różnicowy.

Wszystkie części aparatury stykające się z ługiem roboczym, alkalicelulozą lub wiskożą należy wykonać ze stali nierdzewnej lub kwasoodpornej.

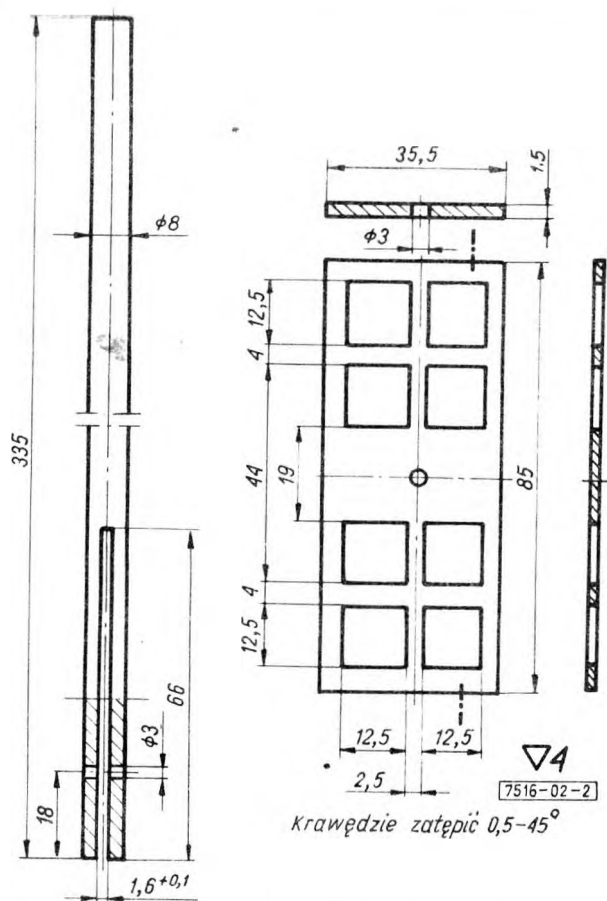


Rys. 1. Słoik pojemności 1 l do przygotowania wiskozy

Zjednoczenie Przemysłu Włókien Sztucznych

Ustanowiona przez Dyrektora Zjednoczenia Przemysłu Włókien Sztucznych dnia 24 kwietnia 1970 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 stycznia 1971 r.

(Mon. Pol. nr 30/1970 poz. 252)



Rys. 2. Mieszadło do rozpuszczania ksantatu

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Dwusiarczek węgla techn., odpowiadający wymaganiom PN-63/C-88006. Jeżeli dwusiarczek węgla zżółknie w czasie przechowywania, należy go predestylować.

b) Kwas octowy cz., roztwór około 10-procentowy.

c) Kwas siarkowy cz.d.a., roztwór mianowany około 0,25n.

d) Wodorotlenek sodowy techn., roztwór o stężeniu $229,5 \pm 0,5$ g NaOH/l (ługu roboczy), przygotowany z ługu elektrolitycznego gatunku IRER wg PN-62/C-84038 przez rozcieńczenie wodą jonitową lub destylowaną.

e) Wodorotlenek sodowy cz.d.a., roztwór mianowany około 0,25n.

f) Błękit bromotymolowy - wskaźnik.

2.4. Pobieranie próbek jednostkowych. Z partii masy celulozowej dostarczonej przez producenta należy wylosować 2 beły. Z obu beł odrzucić pierwszy i ostatni arkusz i pobrać po 20 arkuszy, stosując wszystkie pięć skal linii probierczej wg PN-62/P-50075. Do każdego trzech arkuszy pobranych wg jednej skali dobrać czwarty arkusz - pierwszy lub ostatni z pozostałych w beł, zawsze bardziej oddalony od skrajnych punktów skali.

Próbki jednostkowe traktować jako odrębne próbki do badań.

2.5. Przygotowanie próbek do badań. Z każdego arkusza próbki jednostkowej wykroić 2 prostokąty wymiarów odpowiadających wymiarom koryta prasy merceryzacyjnej. Kierunek krótszego boku prostokąta powinien być zgodny z kierunkiem ułożenia włókien. Wykrojone arkusze (40 sztuk) stanowią próbkę laboratoryjną. Należy wykonać oznaczenie dla próbek laboratoryjnych uzyskanych z dwóch próbek jednostkowych. Pozostałe części próbek jednostkowych należy zachować do ewentualnych powtórzeń oznaczania oraz jako próbki do badań rozjemczych.

Próbki laboratoryjne przed przystąpieniem do oznaczania rozłożyć na poszczególne arkusze i klimatyzować przez co najmniej 24 h w warunkach normalnych (20°C , 65% wilgotności względnej) w przypadku, gdy wilgotność partii jest zgodna z warunkami dostawy lub co najmniej 48 h w przypadku większych odchylen wilgotności. Wilgotność sprawdzać wg PN-65/P-50150.

2.6. Przygotowanie wiskozy

2.6.1. Alkaliczacja. Wykonać odrębnie alkaliczację obu próbek jednostkowych.

Próbkę laboratoryjną masy po zważeniu z dokładnością do 1 g podzielić na 4 części po 10 arkuszy i każde 10 arkuszy umieścić między płytami perforowanymi prasy merceryzacyjnej, dłuższą krawędzią na dnie prasy, równo układając arkusze w składkach.

Prasę napełnić ługiem roboczym uprzednio doprowadzonym do temperatury $19,0 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, dostosowując prędkość napełniania do prędkości pęcznienia masy celulozowej (strefa pęcznienia nie powinna znaleźć się pod powierzchnią cieczy, a powinna ją wyprzedzać, nie więcej jednak niż o 5 mm). Prasę napełnić do zupełnego pokrycia arkuszy ługiem. Po upływie 60 min od napełnienia otworzyć zawór spustowy prasy. Po opróżnianiu prasy z ługu przystąpić do odprasowywania alkalicelulozy.

Ciśnienie w arkuszach, liczone bez uwzględnienia zmiany wymiarów arkuszy na skutek alkaliczacji, powinno wzrastać aż do $7,5$ kg/cm² powierzchni arkusza i utrzymywać się na tym poziomie przez 15 min. Ustalone wg tego kryterium ciśnienie oleju w prasie p kg/cm² powinno się zawierać w granicach $\pm 0,025$ p.

Po odprasowaniu zważyć alkalicelulozę z dokładnością do 1 g. Stopień odprasowania, tj. stosunek ciężaru odprasowanej alkalicelulozy do ciężaru składowanej masy celulozowej, powinien przy prawidłowo przeprowadzonej alkaliczacji wynosić $2,65 \pm 0,25$.

2.6.2. Szarpanie alkalicelulozy. Przed szarpaniem obciąć brzegi arkusza za pomocą noża ze stali nierdzewnej na szerokość około 1 cm. Następnie wrzucać arkusze pojedynczo do uruchomionego szarpacza. Szarpanie trwa 1 h. W tym czasie przerwać szarpanie dwukrotnie, zmieniając kierunek obrotu szarpacza (na przemian 15 min szarpania, 5 min mieszania).

Temperaturę wody doprowadzonej do płaszcza szarpacza i jej przepływ należy regulować tak, aby temperatura szarpanej alkaliceleulozy stale wzrastała i wynosiła po zakończeniu szarpania $25 + 26^{\circ}\text{C}$.

Bezpośrednio po zakończeniu szarpania pobrać próbkę alkaliceleulozy do oznaczania zawartości celulozy wg 2.6.3 i przystąpić do siarczowania otrzymanej alkaliceleulozy wg 2.6.4.

2.6.3. Oznaczanie zawartości celulozy w alkaliceleulozie. Odważyć na wadze analitycznej, przez różnicę ważen, około 3 g alkaliceleulozy do kolby stożkowej pojemności 250 ml, dodać 100 ml około 10-procentowego roztworu kwasu octowego i mieszać do zupełnego rozbitcia grudek alkaliceleulozy, nie krócej jednak niż 10 min.

Zregenerowaną próbkę celulozy przesączyć przy użyciu podciśnienia przez tygiel z filtrem ze spiekanego szkła G3 uprzednio wysuszony do stałego ciężaru w temperaturze $103 + 105^{\circ}\text{C}$. Osad przemyć około 1 l wody destylowanej. Po dobrym odciągnięciu wody próbkę wraz z tygłem suszyć do stałego ciężaru w suszarce w temperaturze $103 + 105^{\circ}\text{C}$ najpierw przez około 4 h, a następnie tak długo, aż kolejne ważenia po każdorazowym jednogodzinnym suszeniu wykażą ubytek ciężaru mniejszy niż 0,01 g.

Dopuszcza się również inny sposób suszenia pod warunkiem zgodności wyników z suszeniem w temperaturze 105°C .

Zawartość celulozy w alkaliceleulozie (X_1) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_1 = \frac{a \cdot 100}{m_1}$$

w którym:

a - masa wysuszonej celulozy, g,

m_1 - odważka alkaliceleulozy, g.

Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia. Różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,3% bezwzględnego. Jako wynik ostateczny przyjąć średnią arytmetyczną wyników równoległych oznaczeń i podać z dokładnością do 0,1%.

W przypadku oznaczania alkaliczności (NaOH i Na_2CO_3) w alkaliceleulozie zawartość celulozy można oznaczać z tych samych próbek, traktując je jako rozwióknione i zregenerowane.

2.6.4. Siarczowanie alkaliceleulozy. Z alkaliceleulozy otrzymanej z jednej próbki laboratoryjnej przygotować co najmniej cztery roztwory wiskozowe.

Do słoików wg 2.2 c) odważyć porcje alkaliceleulozy z dokładnością do 0,5 g, obliczając odważkę tak, aby na 1000 ml całkowitej pojemności słoja wypadało 125 g alkaliceleulozy. Następnie każdy słoik zakryć szklaną nasadką do siarczowania i połączyć węzłem próżniowym z pompą próżniową i manometrem. Wytworzyć w słoju podciśnienie równe 420 ± 20 mm słupa Hg, zamknąć kran i zdjąć wąż z nasadki. Do naczynia nad kranem wprowadzić dwusiarczek węgla odmierzony z dokładnością do 0,05 ml.

Dodatek dwusiarczku węgla, inny dla każdej porcji alkaliceleulozy, obliczyć przyjmując jego gęstość $d = 1,265$ g/ml oraz zawartość celulozy w alkaliceleulozie charakterystyczną dla alkaliceleulozy otrzymywanej z badanej masy celulozowej w opisanych warunkach. Jeśli charakterystyczna zawartość celulozy w alkaliceleulozie nie jest znana, wówczas dla pierwszej serii siarczowanych odważek alkaliceleulozy (z pierwszej próbki laboratoryjnej) ilość dodawanego dwusiarczku węgla obliczyć zakładając 32,5% celulozy w alkaliceleulozie, zaś dodatki dwusiarczku węgla do siarczowania odważek alkaliceleulozy z drugiej próbki laboratoryjnej obliczyć wg wyników analizy alkaliceleulozy otrzymanej z pierwszej próbki (nie można w takim przypadku alkalizować obu próbek na tej samej zmianie).

Dodatki dwusiarczku węgla do poszczególnych porcji alkaliceleulozy należy tak dobrać, aby sąsiednie co do wielkości dodatki należały do różnych próbek jednostkowych i aby objęły przedział od około 25 do około 46% CS_2 w stosunku do celulozy zawartej w alkaliceleulozie (np. dla pierwszej próbki jednostkowej 25 - 31 - 37 - 43% CS_2 , dla drugiej 28 - 34 - 40 - 46% CS_2).

Natychmiast po odmierzeniu całej ilości dwusiarczku węgla do naczynia nad kranem zamknąć je szczelnie nakładając gumkę od pipety wkraplającej lub kawałek węża gumowego zamkniętego z drugiej strony przecikiem szklanym. Kran otworzyć w celu wprowadzenia dwusiarczku węgla do słoja. Następnie zamknąć kran i zawartość słoja wymieszać przez wstrząsanie. Słoje umieścić w termostacie o temperaturze 25°C i pozostawić w nim przez 2,5 h. W tym czasie należy co najmniej trzykrotnie wyjąć słoje z termostatu i wymieszać ich zawartość przez energiczne wstrząsanie.

Po zakończeniu siarczowania sprawdzić podciśnienie w słojach przez łączenie ich z manometrem rtęciowym. Podciśnienie w słojach nie może być mniejsze niż 250 mm Hg.

2.6.5. Rozpuszczanie ksantatu. Po zlikwidowaniu podciśnienia w słoju z ksantatem otrzymanym wg 2.6.3, zdjąć nasadkę i dodać $75,0 \pm 0,5$ ml ługu roboczego, a następnie 600 ± 5 ml wody destylowanej.

Ług i wodę doprowadzić uprzednio do temperatury $19,5 \pm 1^{\circ}\text{C}$ w termostacie. Podane ilości ługu i wody obliczone są przy założeniu, że do siarczowania odważono 125 g alkaliceleulozy, niezależnie od jej składu. Dla innej odważki, gdy całkowita objętość słoja nie równa się 1000 ± 50 ml, ilość ługu i wody zmienia się proporcjonalnie.

Po dodaniu ługu i wody ksantat rozbić przy pomocy mieszadła (ręcznie), umieścić słoje w termostacie o temperaturze $20 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$, mieszadła zamocować w uchwytach napędu i rozpocząć mieszanie. W czasie mieszania odległość górnej krawędzi mieszadła od powierzchni cieczy powinna być dwa razy większa niż odległość jego dolnej krawędzi od dna

słoja. Po $10 \pm 0,5$ h mieszania mieszadła wyjąć ze słoików, zakryć słoje korkami gumowymi i pozostawić w termostacie na około 12 h, na ogół do następnego dnia. W tym czasie zachodzi odpowietrzenie roztworu.

Alkaliczność otrzymanej wiskozy w przeliczeniu na NaOH powinna wynosić $4,50 \pm 0,15\%$.

Zawartość celulozy w tak przygotowanych wiskozach wynosi około 5% i zależy od strat w procesie alkalizacji, charakterystycznych dla badanej masy celulozowej.

2.6.6. Oznaczanie alkaliczności całkowitej wiskozy. Do kolby pomiarowej pojemności 250 ml zawierającej około 50 ml wody destylowanej odważyć na wadze analitycznej, przez różnicę wagi, około 20 g wiskozy z dokładnością do 0,0005 g. Zawartość kolby wstrząsać do całkowitego rozpuszczenia wiskozy, a następnie kolbę odstawić w celu odpowietrzenia roztworu. Gdy wszystkie pęcherzyki powietrza uniosą się do góry, kolbę dopełnić wodą destylowaną do kreski. Po dokładnym wymieszaniu pobrać pipetą 50 ml roztworu do kolby stożkowej pojemności 300 ml, dodać 50 + 100 ml wody destylowanej i po wymieszaniu dodawać pipetą, ciągle mieszając, 50 ml około 0,25n mianowanego roztworu kwasu siarkowego. Zawartość kolby ogrzewać do wrzenia. Roztwór powinien wrzeć spokojnie w ciągu 5 + 10 min. Następnie roztwór ochłodzić do temperatury pokojowej i odmiareczkować nadmiar kwasu siarkowego około 0,25n mianowanym roztworem wodorotlenku sodowego wobec błękitu bromotymolowego.

Alkaliczność wiskozy w przeliczeniu na wodorotlenek sodowy (X_2) obliczyć w procentach wg wzoru

$$X_2 = \frac{(V_1 n_1 - V_2 n_2) \cdot 20}{m_2}$$

w którym:

- V_1 - objętość roztworu kwasu siarkowego dodana do próbki, ml,
- n_1 - normalność roztworu kwasu siarkowego,
- V_2 - objętość roztworu wodorotlenku sodowego zużyta na zmiareczkowanie nadmiaru kwasu siarkowego, ml,
- n_2 - normalność roztworu wodorotlenku sodowego,
- m_2 - odważka wiskozy, g.

Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia dla próbek roztworu przygotowanego z jednej odważki wiskozy. Różnica między wynikami równoległych oznaczeń nie powinna przekraczać 0,25% bezwzględnego. Jako wynik przyjąć średnią arytmetyczną

wyników równoległych oznaczeń i podać z dokładnością do 0,05%.

2.7. Oznaczanie skorygowanego wskaźnika filtracyjności k_w^* . Oznaczyć skorygowany wskaźnik filtracyjności k_w^* wg BN-70/7516-03 dla każdego z otrzymanych roztworów wiskozy. Wiskozy przed filtracją nie mieszać.

Różnice między wartościami k_w^* oznaczonymi dla tej samej wiskozy nie powinny przekraczać:

- dla $k_w^* \leq 75$ - 1/6 większego wyniku,
- dla $75 < k_w^* \leq 150$ - 1/5 większego wyniku,
- dla $150 < k_w^* \leq 450$ - 1/4 większego wyniku,
- dla $k_w^* > 450$ - 1/3 większego wyniku.

Jednocześnie z oznaczaniem k_w^* oznaczyć lepkość wiskozy metodą kulkową uważając, żeby oba oznaczenia przeprowadzane były w tej samej temperaturze.

2.8. Wykonanie obliczeń wartości testu X

2.8.1. Sporządzanie wykresu. W układzie współrzędnych $\lg k_w^* = f(\% \text{CS}_2)$ nanieść punkty wg uzyskanej dla każdej z przygotowanych wiskoz wartości k_w^* oraz wg dodatku dwusiarczku węgla, obliczonego w procentach w stosunku do zawartości celulozy w odważce alkalicelulozy pobranej do siarczowania. Przeprowadzić krzywą zgodnie z położeniem punktów na wykresie.

Jeśli na sporządzonym wykresie $\% \text{CS}_2 - \lg k_w^*$ punkty odpowiadające wartościom k_w^* dla wiskoz otrzymanych z obu próbek jednostkowych nie układają się na jednej krzywej, należy wykreślić dwie krzywe i wyniki obliczyć wg 2.8.2, odrębnie dla każdej próbki jednostkowej.

2.8.2. Obliczanie wartości testu X. Z krzywej (lub krzywych) wykreślonej wg 2.8.1 odczytać na osi rzędnych wartości $\lg k_w^*$ odpowiadające dodatkowi 34% CS_2 ($\lg k_w^*_{34}$) i 43% CS_2 ($\lg k_w^*_{43}$).

Odpowiadające odczytanym logarytmom wartości k_w^* podstawić do wzoru

$$X = k_w^*_{43} (k_w^*_{34} - k_w^*_{43}) \cdot 10^{-2}$$

2.9. Wynik. Za wynik przyjąć wartość obliczoną wg 2.8.2 lub średnią arytmetyczną dwóch wartości, jeśli wyniki nie wskazują na znaczną nierównomierność badanej partii masy celulozowej, tzn. jeśli różnica między wynikami nie przekracza 1/3 większego wyniku.

W przeciwnym przypadku podaje się obie obliczone wartości testu X.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE do BN-70/7516-02

Orientacyjna wartość testu X dla mas celulozowych na włókna cięte wynosi około 50, dla mas jedwabniczych do 25.