UKD 677.463.001.4:66.067.1

SUROWCE WŁÓKIENNICZE	NORMA BRANŻOWA Włókna wiskozowe **Oznaczanie skorygowanego wskaźnika filtracyjności wiskozy k_w^***	**BN-70 7516-03** Grupa katalogowa XI 09

PRZEDMOWA

Skorygowany wskaźnik filtracyjności k_w^* określa jakość wiskozy na podstawie następującego w czasie jej filtracji zmniejszania się wydatku filtratu. Spadek wydatku filtracji spowodowany jest odkładaniem się na materiale filtracyjnym zawartych w wiskozie zanieczyszczeń i cząstek źle rozpuszczonych. Uwzględnienie wpływu lepkości wiskozy na wydatek filtracji uniezależnia wynik od średniego stopnia polimeryzacji celulozy oraz od zmian stężenia celulozy w wiskozie. Wpływ lepkości zależy od charakterystyki materiału filtracyjnego.

1. WSTĘP

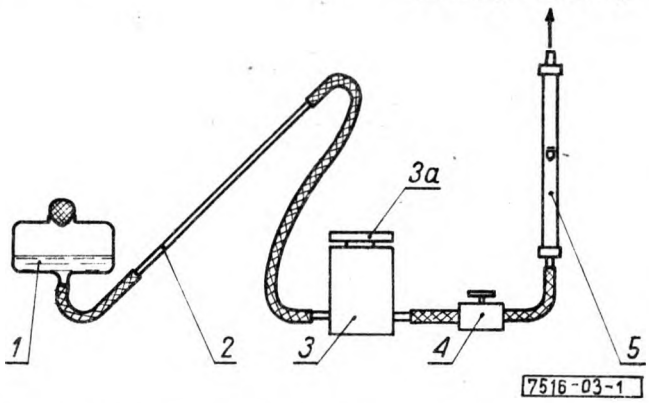
Przedmiotem normy jest sposób oceny jakości roztworu wiskozowego na podstawie filtracji.

2. METODA OZNACZANIA

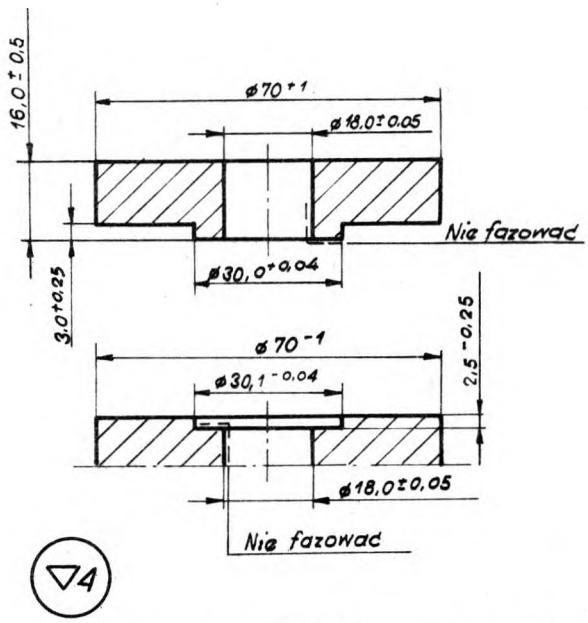
2.1. Zasada oznaczania. Metoda oznaczania skorygowanego wskaźnika filtracyjności polega na wagowym oznaczaniu ilości wiskozy przefiltrowanej w ciągu dwóch następujących po sobie okresach czasu i obliczaniu na podstawie tych ilości stałej zapychania filtru, a następnie skorygowaniu tej wartości na podstawie oznaczonej równocześnie lepkości wiskozy.

2.2. Aparatura i przyrządy

a) Zestaw do sprawdzania przewiewności sączków – wg rys. 1 i 2 (zbędny w przypadku stosowania sączków testowanych przez dostawcę).



Rys. 1. Schemat zestawu do sprawdzania przewiewności sączków: *1* – zbiorniczek z wodą, 2 – rurka manometru, 3 – komora do przewiewania, 3a – głowica do przewiewania, 4 – zawór redukcyjny, 5 – rotametr



Rys. 2. Głowica aparatu do sprawdzania przewiewności sączków

b) Wiskozymetr do oznaczania lepkości kulkowej wiskozy – cylinder szklany o średnicy 2,5 ÷ 3,0 cm i długości 30 ÷ 35 cm z wytrawionymi na obwodzie dwiema kreskami, między którymi odstęp wynosi 20 cm. Górna kreska nie może znajdować się bliżej krawędzi cylindra niż 5 cm, zaś dolna nie bliżej dna niż 3 cm.

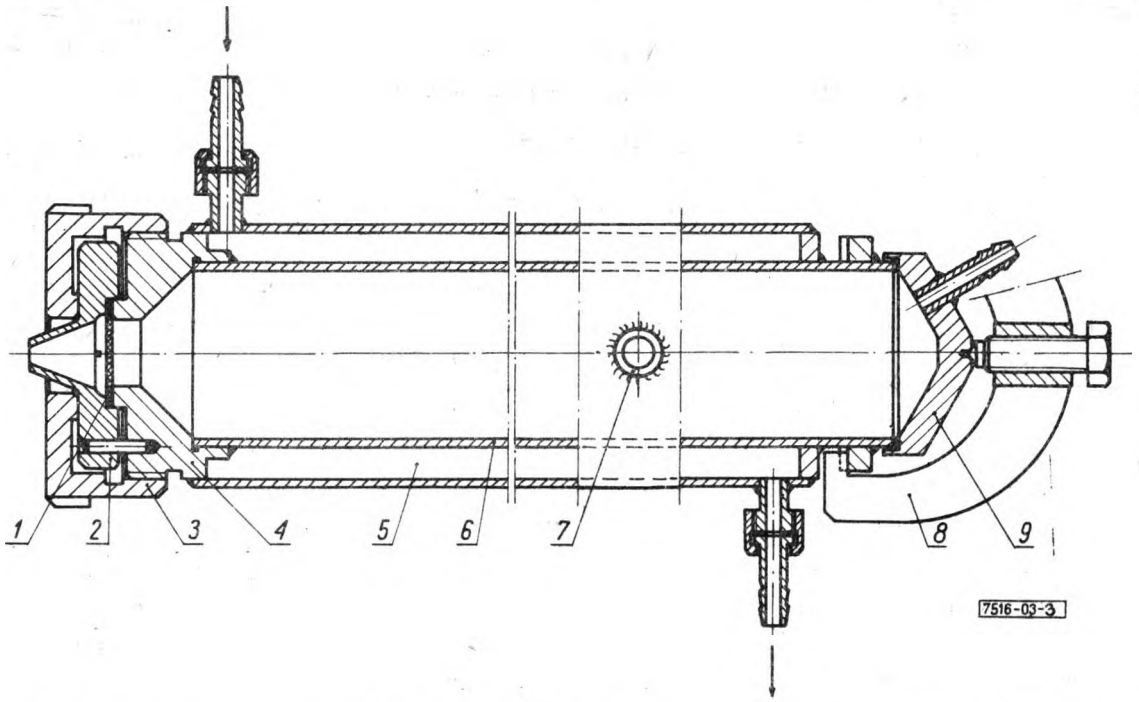
c) Kulki stalowe o powierzchni odpornej na działanie roztworów alkalicznych i dwusiarczku węgla do pomiaru lepkości wiskozy, o masie 130 ±1 mg i o średnicy 3,16 ±0,005 mm.

d) Sekundomierze.

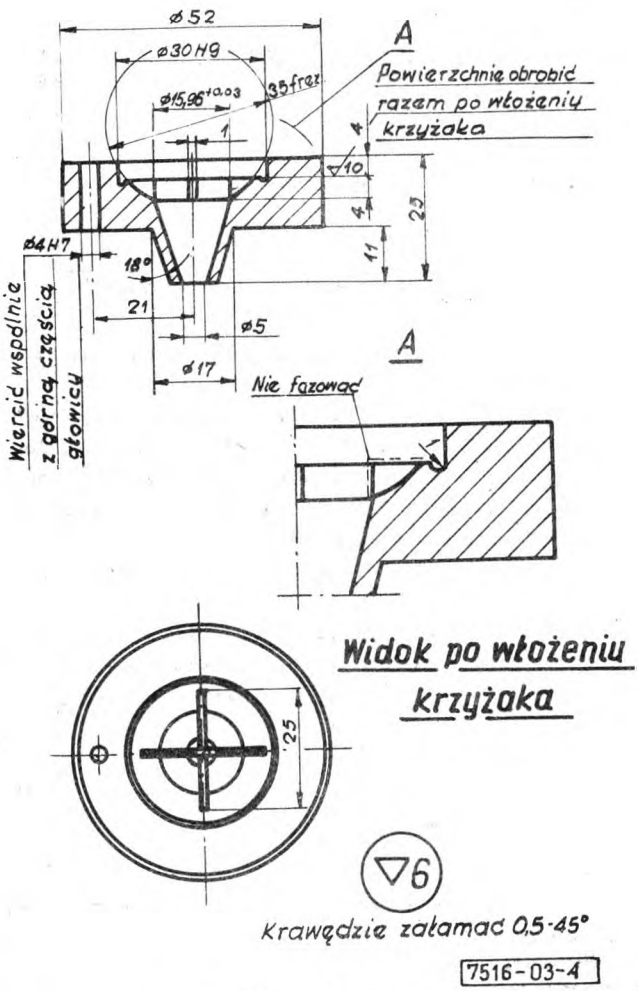
e) Aparat do filtracji – wg rys. 3÷7.

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)

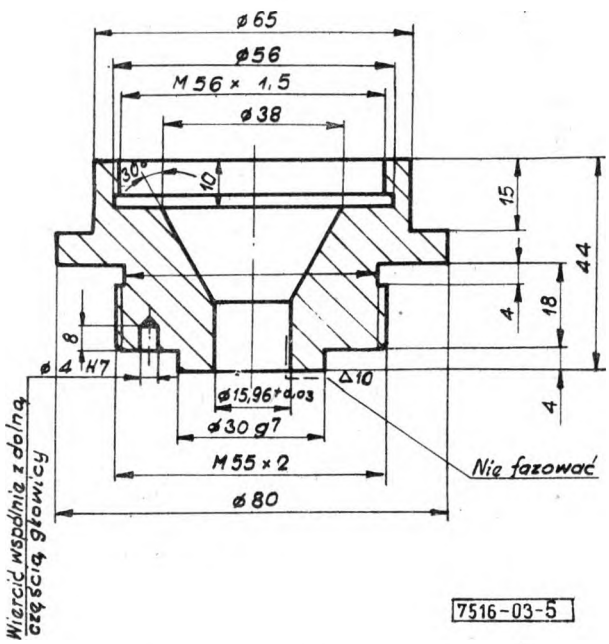
WYDAWNICTWA NORMALIZACYJNE Druk. Wyd. Norm. W-wa Ark. wyd. 0,55 Nakł. 1500+61 Zam. 2362/70 Cena zł 2,40



Rys. 3. Filtr: *1* - sączek, *2* - dolna część głowicy, *3* - nakrętka, *4* - górna część głowicy, *5* - płaszcz wodny, *6* - pojemnik (300 Ml), *7* - trzpień do mocowania filtru w statywie, *8* - jarzmo, *9* - pokrywa



Rys. 4. Dolna część głowicy filtru



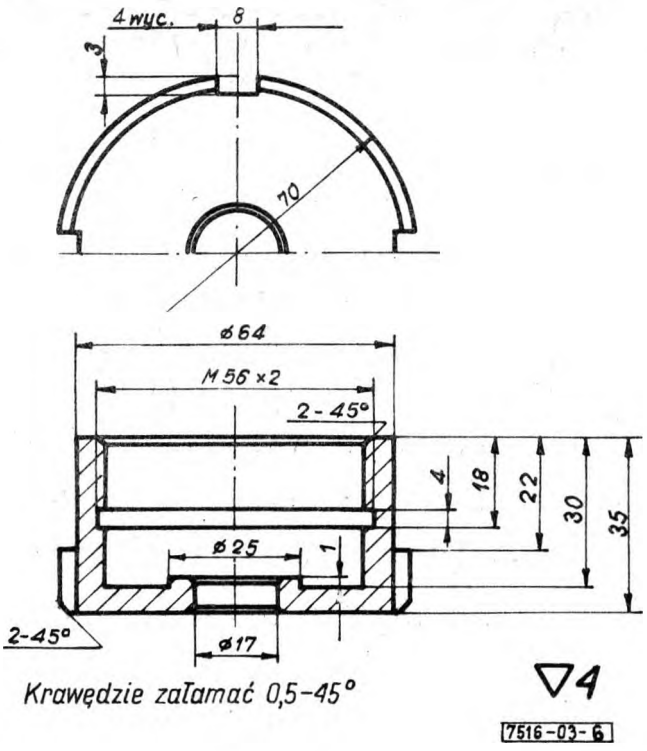
Rys. 5. Główna część głowicy filtru

f) Termostaty.

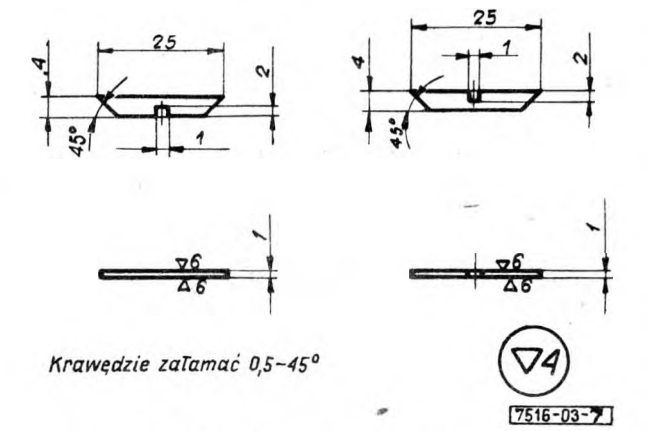
g) Zawór redukcyjny do sprężonego powietrza lub do azotu.

2.3. Materiały i odczynniki

a) Sączki o średnicy 29 ÷ 30 mm, testowane przez dostawcę bądź sprawdzone przy użyciu zestawu podanego na rys. 1 i 2. Sączki przygotować z bibuły chromatograficznej lub z bibuły do analiz ilościowych.



Rys. 6. Nakrętka



Rys. 7. Części krzyżaka do głowicy filtru

b) Siatka z drutu odpornego na działanie roztworów alkalicznych i dwusiarczku węgla, o gęstości 10 ÷ 15 oczek/mm, krążki o średnicy 29 ±1 mm.

c) Azot techn. lub sprężone powietrze w butli lub z instalacji.

2.4. Oznaczanie przewiewności sączków przeprowadzić w aparacie przedstawionym na rys. 1 i 2 (wykonanie aparatu powinno zapewnić obciążenie jednostkowe sączka 75 ÷ 85 G/cm^2 na powierzchni docisku równej różnicy powierzchni sączka i przekroju otworu w głowicy). Wycięte z bibuły sączki o średnicy 29 ÷ 30 mm umieścić w wycięciu dolnej części głowicy aparatu stroną sitową do góry, tzn. w kierunku, z którego przepływa powietrze. Po nałożeniu górnej części głowicy doprowadzić poziom wody w rurce manometrycznej do zera, włączyć aparat do próżni i odczytać wskazanie manometru wodnego przy ustalonym przepływie powietrza lub wskazanie rotametru przy ustalonej różnicy ciśnień po obu stronach sączka.

Przepływ powietrza w czasie pomiaru nie powinien przekraczać 300 l/h.

Przewiewność sączka (p) obliczyć w l/h·cm^2·mmH_2O wg wzoru

$$p = \frac{Q}{S \cdot H}$$

w którym:

Q - przepływ powietrza odczytany na rotametrze, l/h,

S - powierzchnia przewiewania sączka wg otworu głowicy, cm^2,

H - różnica ciśnień po obu stronach sączka, odczytana na manometrze wodnym, mm H_2O.

Wykonać jedno oznaczanie dla każdego sączka. Sączki podzielić na klasy przewiewności tak, aby sączki należące do jednej klasy wykazywały przewiewność w granicach $p \pm 0{,}05\,p$.

Dopuszcza się stosowanie innych aparatów do oznaczania przewiewności pod warunkiem zgodności otrzymywanych wyników z wynikami otrzymanymi przy zastosowaniu opisanego aparatu.

2.5. Wykonanie oznaczania skorygowanego wskaźnika filtracyjnego wiskozy k_w^*

2.5.1. Oznaczanie stałej zapychania filtru, k_{w1} wykonać w aparacie do filtracji wg rys. 3÷7.

Do dolnej części głowicy (rys. 4) włożyć podkładkę z siatki metalowej, a na nią sączek z bibuły (o oznaczonej przewiewności) tak, aby gładka powierzchnia bibuły przylegała do siatki, a sitowa była skierowana do wnętrza aparatu. Przykręcić głowicę, umocować aparat do filtracji w uchwycie statywu i pojemnik aparatu napełnić wiskozą. Po dokręceniu pokrywy połączyć płaszcz wodny aparatu za pomocą węża z termostatem o temperaturze różniącej się od temperatury badanej wiskozy nie więcej niż o 0,5°C.

Króciec pokrywy aparatu do filtracji połączyć wężem ciśnieniowym z zaworem redukcyjnym butli lub z innym źródłem sprężonego powietrza lub azotu. Jako odbieralniki filtratu stosować zlewki o masie oznaczonej z dokładnością do 0,0005 g. Filtrację prowadzić pod ciśnieniem 2,0 ±0,05 atn. Czas filtracji mierzyć sekundomierzem i liczyć od momentu spłynięcia pierwszej kropli filtratu do odbieralnika. Po upływie 20 min od rozpoczęcia filtracji zmienić odbieralnik i drugą porcję filtratu zbierać w ciągu 40 min. W tym czasie zważyć na wadze analitycznej pierwszą porcję filtratu. Po zakończeniu filtracji zważyć również na wadze analitycznej drugą porcję filtratu.

Wartość stałej zapychania filtru (k_w) obliczyć wg wzoru

$$k_w = \frac{100\ 000 \left(2 - \frac{m_2}{m_1}\right)}{m_2 + m_1}$$

w którym:

m_1 - masa pierwszej porcji filtratu, g,

m_2 - masa drugiej porcji filtratu, g.

2.5.2. Oznaczanie lepkości kulkowej wiskozy polega na pomiarze czasu spadku kulki stalowej w wiskozie na drodze 20,0 cm.

Do wiskozymetru wg 2.2 b) nalać tyle wiskozy, aby jej powierzchnia znajdowała się 3 ÷ 5 cm ponad górną kreską pomiarową.

Wiskozymetr ustawić pionowo w termostacie o temperaturze, w której wiskoza jest filtrowana (temperatura różniąca się od temperatury wiskozy nie więcej niż o 0,5°C). Kulkę wg 2.2 c) wrzucić tak, aby trafiła w środek przekroju wiskozymetru. Celowe jest stosowanie korka z umieszczoną centrycznie rurką, przez którą wrzuca się kulkę do wiskozymetru. Mierzyć sekundomierzem czas spadku kulki od górnej do dolnej kreski wiskozymetru. Pomiar powtórzyć czterokrotnie. Za wynik przyjąć średnią arytmetyczną poszczególnych wyników i podać go w sekundach z dokładnością do 0,1 s.

Oznaczanie lepkości wykonać dla każdego rozcieńczonego roztworu wiskozy jednocześnie z przeprowadzaniem jego filtracji.

2.5.3. Obliczanie skorygowanego wskaźnika filtracyjności. Wartość skorygowanego wskaźnika filtracyjności (k_w^*) obliczyć wg wzoru

$$k_w^* = \frac{1}{6}\, k_w \cdot \eta^{-a}$$

w którym:

k_w - wartość stałej zapychania filtru, oznaczona wg 2.5.1,

η - lepkość kulkowa wiskozy, oznaczona wg 2.5.2,s,

a - wartość wykładnika potęgowego lepkości, określona wzorem $a = 0{,}321\ (1\text{-}\lg p)$.

2.6. Liczba oznaczań. Należy wykonać co najmniej dwa oznaczania równoległe dla każdego badanego roztworu wiskozowego.

2.7. Różnica między wynikami oznaczań równoległych nie powinna przekraczać 20% wyższego wyniku.

2.8. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników oznaczań równoległych i podać z dokładnością do 1 jednostki k_w^*.

3. POSTANOWIENIA PRZEJŚCIOWE

Do dnia 31 grudnia 1974 r. dopuszcza się stosowanie do oznaczań k_w^* filtrów wg Sihtoli.

a) Sączki do filtrów wg Sihtoli oraz krążki z siatki powinny posiadać średnicę 43,5 ÷ 44,5 mm.

b) Głowicę aparatu do sprawdzania przewiewności sączków do filtrów wg Sihtoli dostosować do ich wymiaru. Średnica powierzchni przewiewnej sączka powinna wynosić 25,0 ±0,05 mm.

c) Przepływ powietrza w czasie pomiaru przewiewności sączków do filtrów Sihtoli nie powinien przekraczać 600 l/h.

d) Wartość skorygowanego wskaźnika filtracyjności (k_w^*) oznaczanego na podstawie wyników filtracji w filtrach wg Sihtoli obliczać wg wzoru

$$k_w^* = \frac{1}{3}\, k_w \cdot \eta^{-a}$$

Znaczenie symboli - jak w punkcie 2.5.3.

KONIEC

3005