

SUROWCE WŁÓKIENNICZE	NORMA BRANŻOWA	BN-77 7529-02
	Metody badań surowców i wyrobów włókienniczych	
	Włókno, półwyroby i wyroby lniane oraz konopne Wyznaczanie zawartości hemiceluloz	Grupa katalogowa XI 09

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda wyznaczania procentowej zawartości hemiceluloz rozpuszczalnych w 1-procentowym roztworze wodorotlenku sodowego we włóknie, półwyrobach i wyrobach lnianych i konopnych.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować do badania włókna, półwyrobów i wyrobów lnianych i konopnych, z wyjątkiem wyrobów wykończeniowych i bielonych do pełnej bieli.

1.3. Określenia. Hemicelulozy są to polisacharydy niskocząsteczkowe, łatwo rozpuszczalne w rozcieńczonych ługach i hydrolizujące pod wpływem rozcieńczonych kwasów mineralnych.

2. WYZNACZANIE

2.1. Zasada wyznaczania polega na rozpuszczeniu hemiceluloz zawartych we włóknie lnianym albo konopnym w 1-procentowym roztworze wodorotlenku sodowego, odsączeniu pozostałości po rozpuszczeniu, wysuszeniu jej, zważeniu, a następnie obliczeniu ilości hemiceluloz na podstawie ubytku masy próbki.

2.2. Przyrządy i pomoce

- Waga analityczna do 200 g, umożliwiająca ważenie z dokładnością do 0,0001 g.
- Suszarka laboratoryjna z termoregulatorem umożliwiającym utrzymanie stałej temperatury w granicach 353 ± 393 K ($80 \pm 120^{\circ}\text{C}$).
- Łaźnia wodna elektryczna.
- Eksykator z bezwodnym chlorkiem wapniowym.
- Pompa olejowa lub wodna.
- Kolby stożkowe pojemności 500 cm^3 .
- Sączki piankowe G2.
- Kolby ssawkowe pojemności 1000 cm^3 .
- Chłodnice zwrotne (wodne).
- Cylinder pomiarowy.

k) Naczynka wagowe.

l) Nożyce.

m) Młyneczek elektryczny.

2.3. Odczynniki i roztwory

- Wodorotlenek sodowy cz. d. a., roztwór 1-procentowy.
- Kwas octowy cz. d. a., roztwór 5-procentowy.
- Mieszanina ekstrakcyjna: metanol i benzol w stosunku 1 : 2.
- Siarczyn sodowy lub kwaśny siarczyn sodowy cz. d. a.
- Papierki wskaźnikowe.

2.4. Pobieranie i przygotowywanie próbek**2.4.1. Pobieranie próbek włókna, półwyrobów i wyrobów**

Z przeznaczonego do analizy włókna należy pobrać średnią próbkę z dziesięciu różnych miejsc badanej partii tak, aby łączna masa próbki wynosiła 50 g. Z próbki tej należy wydzielić paździerz i inne zanieczyszczenia.

Niedoprzęd lub przędzę pobrać z cewki, z dziesięciu różnych miejsc oddległych od siebie co najmniej o 5 m. Masa pobranej próbki powinna wynosić 50 g. Z próbki usunąć paździerz i inne zanieczyszczenia.

Z tkaniny przeznaczonej do badań pobrać 10 próbek kwadratowych o boku 10 cm z różnych miejsc oddalonych co najmniej 100 cm od końca sztuki i 10 cm od brzegów tkaniny. Jeżeli osnowa i wątek tkaniny produkowane są z innego rodzaju włókien lnianych lub konopnych, pobrane próbki należy rozdzielić na wątek i osnowę i badać oddzielnie. Wyniki analizy należy podać oddzielnie dla wątku i osnowy.

2.4.2. Usuwanie substancji woskowych i tłuszczów

Próbki włókna surowego, półwyrobów i wyrobów lnianych albo konopnych pobrane wg 2.4.1 należy poddać ekstrakcji w mieszaninie metanol i benzen w aparacie Soxhleta w bibule do sączenia (gilza). W tym celu kolbę z umieszczonymi w niej kilkoma kawałkami szmatki należy połączyć z aparatem ekstrakcyjnym, włączyć do niej mieszaninę ekstrak-

Zgłoszona przez Instytut Krajowych Włókien Naturalnych
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Krajowych Włókien Naturalnych dnia 22 grudnia 1977 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 lipca 1978 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 5/1978 poz. 27)

cyjną złożoną z metanolu i benzenu w stosunku 1 : 2, w ilości nieco większej niż potrzeba do napełniania aparatu i przelania przez rurkę przelewową do kolby. Po połączeniu aparatu z chłodnicą należy ogrzewać kolbę na łaźni wodnej.

Włókno, półwyroby i wyroby z lnu i konopi należy ekstrahować 10 ÷ 16 h (włókno dekortkowane 32 h) tak, aby 6 razy w ciągu godziny następował przelew. Następnie zawartość gilzy wysuszyć w powietrzu lub w suszarce w temperaturze 353 K (80°C).

2.4.3. Wykrywanie środków apretujących i usuwanie klejonek – wg PN-73/P-04644.

2.4.4. Rozdrobnienie próbek. Aklimatyzowaną próbkę pociąć na odcinki 1 ÷ 2 mm w celu jej rozwłóknienia i wymieszać w młynku elektrycznym.

2.4.5. Aklimatyzacja próbek. Włókno, półwyroby i wyroby lniane lub konopne wysuszone po ekstrakcjach wg 2.4.2 i 2.4.3 należy poddać aklimatyzacji wg PN-71/P-04601.

2.4.6. Wyznaczanie wilgotności próbek. Z aklimatyzowanej próbki laboratoryjnej pobrać po 5 próbek roboczych o masie 5 g każda do wyznaczania wilgotności wg PN-71/P-04601.

2.5. Wyznaczanie zawartości substancji rozpuszczalnych w 1-procentowym NaOH. Z przygotowanej próbki po aklimatyzacji i rozdrobnieniu pobrać 2 próbki po 1 g każda, które należy odważyć w naczynkach wagowych z dokładnością do $\pm 0,001$ g. Zważone próbki przenieść ilościowo do kolb stożkowych pojemności 500 cm³, dodać 100 cm³ 1-procentowego roztworu wodorotlenku sodowego i 0,5 g siarczyny sodowego lub kwaśnego siarczyny sodowego cz. d. a.

Kolby wraz z zawartością umieścić we wrzącej łaźni wodnej na 1 h. Poziom wody w łaźni utrzymywać 1 cm powyżej poziomu cieczy w kolbie. Następnie zawartość kolby

przenieść ilościowo na sączek piankowy G2 uprzednio wysuszony i zważony i sączyć z użyciem pompy olejowej lub wodnej do kolby próżniowej.

Nierozpuszczoną pozostałość na sączku przemyć kolejno: ciepłą wodą (400 cm³), dwukrotnie zimną wodą, 5-procentowym kwasem octowym (50 cm³) i w końcu powtórnie zimną wodą (około 700 cm³) do uzyskania neutralnego odczynu (sprawdzić za pomocą papierków wskaźnikowych).

Sączek piankowy z zawartością suszyć w temperaturze 378 K (105°C) aż do uzyskania stałej masy.

2.6. Obliczanie wyników. Średnią zawartość hemiceluloz (A) obliczyć w procentach, dla każdej próbki oddzielnie, z dokładnością do 0,01 % wg wzoru

$$A = 100 - B \quad (1)$$

w którym: B – pozostałość na sączku po rozpuszczeniu hemiceluloz, %, obliczona wg wzoru

$$B = \frac{100 \cdot x}{n_{sm}} \quad (2)$$

w którym:

x – masa pozostałości po ekstrakcji alkalicznej i wysuszeniu do stałej masy, g,

n_{sm} – naważka w przeliczeniu na suchą masę, g.

Przeliczenie naważki na suchą masę (n_{sm}) wykonać wg wzoru

$$n_{sm} = n - \frac{w}{100} \quad (3)$$

w którym:

n – naważka, g,

w – wilgotność, %.

Średnią zawartość hemiceluloz obliczyć z wyników badania dwóch próbek. Różnica między wynikami nie powinna przekraczać 0,2 %.

W przypadku większej różnicy między próbkami, należy powtórzyć wyznaczanie.

K O N I E C

Informacje dodatkowe

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę – Ośrodek Normalizacji Instytutu Krajowych Włókien Naturalnych, Poznań.

2. Normy związane

PN-71/P-04601 Metody badań surowców, półwyrobów i wyrobów włókienniczych. Wyznaczanie wilgotności

PN-73/P-04644 Metody badań wyrobów włókienniczych. Tkaniny. Wykrywanie rodzaju i wyznaczanie zawartości środków wykańczalniczych (apretury)

3. Normy zagraniczne

Francja NF T 12-003 MARS 1953 HOM 02 Cellulose – Détermination de la partie à la soude (Hydroxyde de sodium) à 7,2% en masse

NF T 12-021 MAI 1966 ENR 03 Cellulose – Détermination de la solubilité des pâtes dans les solutions d'hydroxyde de sodium

NF T 12-022 MAI 1966 ENR 02 Cellulose – Dosage de la fraction des pâtes insolubles dans les solutions d'hydroxyde de sodium

4. Autorzy projektu normy – mgr inż. Irena Duda, mgr Anna Kasprzak, mgr Elżbieta Pawuła, doc. dr Józef Waśko – Instytut Krajowych Włókien Naturalnych, Poznań.

5. Literatura

Cauchman J.F.: Journal of the Textile Institute 1955, Vol. 46 N° 12

Richards G.N.: Pulp Paper Mag. Can. 59, 7 122 (1958)

Soboljev N.A.: Chemia Inu. 1963

Prosiński S.: Chemia drewna. 1963

Sadov P.U. i in.: Laboratornyj praktikum po kursu chimičeskaja tehnologija voloknistych materialov. 1963

Heude M.M.: Composition qualitative des hemicelluloses incrustantes de la fibre de lin. Bulletin de l'Institut Textile de France N° 85, decembre 1959

Dotes Ch.: Les methodes de la chimie de la cellulose. Dunod Paris 1949

Brauning B.: Chimija drevesiny. Moskwa: 1967

Obolenskaja A.V.: Praktičeskije raboty po chimii drevesiny i celljulozy. Moskwa: 1965

6. Przykłady obliczeń

Przykład 1. Obliczenie zawartości hemiceluloz w włóknie lnianym

Próbka 1

Zawartość wilgotności w włóknie – 7,55%.

Naważka włókna w przeliczeniu na suchą masę – 0,9245 g.

Masa włókna po rozpuszczeniu w 1-procentowym NaOH – 0,7816 g.

Pozostałość na sączku po rozpuszczeniu hemiceluloz wynosi:

$$B = \frac{100 \cdot 0,7816}{0,9245} = 84,54\% \quad (1)$$

Zawartość hemiceluloz wynosi:

$$A = 100 - 84,54 = 15,46\% \quad (2)$$

Próbka 2

Zawartość wilgotności w włóknie – 7,55%

Naważka włókna w przeliczeniu na suchą masę – 0,9240 g.

Masa włókna po rozpuszczeniu w 1-procentowym NaOH – 0,7801 g.

Pozostałość na sączku po rozpuszczeniu hemiceluloz wynosi:

$$B = \frac{100 \cdot 0,7801}{0,9240} = 84,43\% \quad (3)$$

Zawartość hemiceluloz wynosi:

$$A = 100 - 84,43 = 15,57\% \quad (4)$$

Różnica między wynikami analizy dwóch próbek wynosi 0,12%.

Średnia zawartość hemiceluloz wynosi:

$$15,46 + 15,57 = 31,03 : 2 = 15,52\% \quad (5)$$

Przykład 2. Obliczanie zawartości hemiceluloz w tkaninie surowej z włókna konopnego

Próbka 1

Zawartość wilgotności w tkaninie – 8,12%.

Naważka włókna w przeliczeniu na suchą masę – 0,9188 g.

Masa włókna po rozpuszczeniu w 1-procentowym NaOH – 0,6346 g.

Pozostałość na sączku po rozpuszczeniu hemiceluloz wynosi:

$$B = \frac{100 \cdot 0,6346}{0,9188} = 69,07\% \quad (6)$$

Zawartość hemiceluloz wynosi:

$$A = 100 - 69,05 = 30,94\% \quad (7)$$

Próbka 2

Zawartość wilgotności w tkaninie – 8,12%.

Naważka włókna w przeliczeniu na suchą masę – 0,9192 g.

Masa włókna po rozpuszczeniu w 1-procentowym NaOH – 0,6538 g.

Pozostałość na sączku po rozpuszczeniu hemiceluloz wynosi:

$$B = \frac{100 \cdot 0,6538}{0,9192} = 71,13\% \quad (8)$$

Zawartość hemiceluloz wynosi:

$$A = 100 - 71,13 = 28,87\% \quad (9)$$

Wyniki badań obu próbek różnią się o 2,06%, należy więc powtórzyć badanie.