

SUROWCE WŁÓKIENNICZE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Metody badań surowców włókienniczych	7501-11
	Włókno lniane i konopne	Zamiast BN-67/7501-11
	Wyznaczanie zawartości lignin	Grupa katalogowa 1109

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest wyznaczanie procentowej zawartości lignin we włóknie lnianym i konopnym metodą klasyczną wagową oraz metodą miareczkową.

1.2. Rodzaje metod badań

1.2.1. Metoda klasyczna wagowa polega na zastosowaniu mieszaniny stężonego kwasu siarkowego i ortofosforowego.

1.2.2. Metoda miareczkowa (do szybkiej oceny włókna) polega na zastosowaniu roztworu chloraminy.

1.3. Zakres stosowania metod

1.3.1. Metoda klasyczna wagowa służy do określania ogólnej zawartości lignin we włóknie lnianym i konopnym.

1.3.2. Metoda miareczkowa służy do szybkiego określania zawartości lignin ulegających chlorowaniu i umożliwia uzyskanie dodatkowej informacji co do ich jakości. Może być stosowana szczególnie do oceny jakości włókna lnianego i konopnego, poddawanego procesom odklejania w kąpielach bielących przed przerobem przędzalniczym.

2. WYTYCZNE OGÓLNE

2.1. Czystość odczynników. Podczas analiz należy stosować odczynniki o czystości wg 4.1.2 i 4.2.2 oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

2.2. Dokładność ważenia. Wszystkie pomiary masy należy wykonywać na wadze analitycznej z dokładnością do 0,0001 g.

3. POBIERANIE PRÓBEK

3.1. Pobieranie próbek do badań. Z przeznaczonego do badań włókna należy pobrać sposobem losowym na ślepo z różnych miejsc próbkę o masie około 35 g i ręcznie dokładnie usunąć z niej paździerz.

3.2. Pobieranie próbek do wyznaczania wilgotności włókna. Z pobranej wg 3.1 próbki pozbawionej paździerzy należy wydzielić pięć próbek, każda o masie 5 g,

przeznaczonych do wyznaczania wilgotności włókna. Próbki te umieścić w oddzielnych szczelnie zamkniętych naczyniach wagowych, o znanych stałych masach.

4. WYZNACZANIE

4.1. Metoda klasyczna wagowa

4.1.1. Zasada wyznaczania. Wyznaczanie polega na rozpuszczeniu celulozy, hemiceluloz i pektyn działając mieszaniną stężonego kwasu siarkowego i kwasu ortofosforowego, odsączeniu nierozpuszczalnych lignin oraz obliczeniu ich procentowej zawartości w stosunku do suchej masy włókna zgodnie z 4.1.5.

4.1.2. Odczynniki i roztwory

- Kwas siarkowy cz., roztwór 75%(V/V).
- Kwas ortofosforowy cz., roztwór 85%(V/V).
- Węglan sodowy cz., roztwór 2%(m/m).
- Fenoloftaleina cz., roztwór alkoholowy 1%(m/m).
- Spirytus skażony.
- Odczynniki do usuwania substancji woskowych i tłuszczowych — wg BN-86/7501-10.

4.1.3. Przyrządy pomiarowe i pomocnicze

- Waga analityczna o zakresie do 200 g umożliwiająca ważenie z dokładnością do 0,0001 g.
- Suszarka laboratoryjna z termoregulacją.
- Eksykator o średnicy 240 mm z bezwodnym chlorkiem wapnia.
- Kolba stożkowa pojemności 300 ml.
- Dwie zlewki pojemności 25 i 500 ml.
- Kolba płaskodenna ze szlifem pojemności 500 ml.
- Cylinder miarowy pojemności 500 ml.
- Chłodnica zwrotna.
- Lejek sitowy porcelanowy o średnicy 100 mm.
- Sączek piankowy G-4.
- Pręcik szklany z płaskim końcem długości 300 mm.
- Bagietka.
- Naczynia wagowe przygotowane wg PN-71/P-04601 p. 2.2.1e).
- Zestaw przyrządów do usuwania substancji woskowych i tłuszczowych wg BN-86/7501-10.
- Papierki wskaźnikowe uniwersalne (pH 1 ÷ 10).

Zgłoszona przez Instytut Krajowych Włókien Naturalnych
Ustanowiona przez Dyrektora Instytutu Włókiennictwa dnia 20 marca 1986 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 stycznia 1987 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1986 poz. 18)

4.1.4. Przygotowanie próbek

4.1.4.1. Usuwanie substancji woskowych i tłuszczowych. Z pobranej wg 3.1 próbki włókna należy usunąć substancje woskowe i tłuszczowe, postępując wg BN-86/7501-10.

4.1.4.2. Rozdrabnianie. Włókno przeznaczone do analizy, po usunięciu z niego substancji woskowych i tłuszczowych, należy pociąć i przemieszać, a następnie odważyć na wadze analitycznej trzy próbki, o masie 1 g każda, przeznaczone do wyznaczania zawartości lignin.

4.1.5. Wykonanie wyznaczania

4.1.5.1. Wyznaczanie wilgotności włókna. Wilgotność wyznaczyć w próbkach przygotowanych wg 3.2, postępując zgodnie z PN-71/P-04601 p. 2.2.

4.1.5.2. Wyznaczanie zawartości lignin. Każdą z próbek rozdrobionego włókna, przygotowaną wg 4.1.4, umieścić w zlewce pojemności 25 ml i zalać 15 ml mieszaniny kwasów (6 części objętościowych 75% roztworu kwasu siarkowego i 0,5 części objętościowych 85% roztworu kwasu ortofosforowego). Następnie zlewkę z zawartością przenieść do termostatu o temperaturze $35 \pm 2^\circ\text{C}$ na 40 min, przy czym w ciągu pierwszych 5 min zawartość należy mieszać bagietką. Po upływie 40 min zawartość zlewki przenieść ilościowo do kolby płaskodennej pojemności 500 ml, dodać 400 ml zimnej wody destylowanej i ogrzewać pod chłodnicą zwrotną, utrzymując temperaturę wrzenia przez 15 min. Następnie kolbę z zawiesiną należy pozostawić na 10 min w celu opadnięcia osadu, po czym gorący roztwór przesączyć przez uprzednio wysuszony i zważony sącze piankowy G-4. Sącze umieścić w kolbie ssawkowej połączonej z pompą wodną. Po odsączeniu przemyć ligniny 500 ml gorącej wody destylowanej do momentu zaniku reakcji kwaśnej wobec papierka wskaźnikowego ($\text{pH} = 7$). Przemyty sącze z ligninami należy suszyć w suszarce w ciągu 2 h w temperaturze 105°C , następnie umieścić w eksykatorze na 0,5 h i zważyć. Suszyć ponownie przez 0,5 h i czynność tę powtarzać aż do uzyskania stałej masy.

Za stałą masę lignin należy przyjąć wynik ostatniego ważenia pomniejszony o masę sącza.

4.1.6. Obliczanie wyników. Zawartość lignin (X) w stosunku do suchej masy włókna należy obliczyć w procentach, dla każdej próbki oddzielnie, z dokładnością do 0,01% wg wzoru

$$X = \frac{m_l \cdot (100 + W)}{m_0} \quad (1)$$

w którym:

m_l — masa stała lignin, g,

W — wilgotność badanego włókna, %,

m_0 — masa początkowa, g.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników trzech równoległych wyznaczeń, dla których różnica między poszczególnymi wynikami a ich średnią arytmetyczną nie przekracza 10% wartości średniej. Jeżeli różnica między wartością średniej arytmetycznej w jednym z poszczególnych wyników przekracza 10%, wyznaczanie należy powtórzyć.

4.2. Metoda miareczkowa

4.2.1. Zasada wyznaczania. Wyznaczanie polega na utlenieniu lignin aktywnym chlorkiem zawartym w roztworze chloraminy, zmiareczkowaniu przereagowanego roztworu z zastosowaniem roztworu tiosiarczany sodu oraz obliczeniu procentowej zawartości lignin na podstawie ilości aktywnego chloru zużytego do reakcji — zgodnie z 4.2.6.

4.2.2. Odczynniki i roztwory

- a) Chloramina T cz., roztwór 2%(m/m); roztwór powinien zawierać 5 g aktywnego chloru w 1 l.
- b) Tiosiarczan sodu cz.d.a., roztwór mianowany (roztwór powinien zawierać 24,820 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ w 1 l).
- c) Jodek potasowy cz., roztwór 10%(m/m).
- d) Kwas solny cz., roztwór (rozcieńczony w stosunku 1 cz. kwasu + 3 cz. wody destylowanej).
- e) Skrobia cz., roztwór wodny 1%(m/m).

4.2.3. Przyrządy pomiarowe i pomocnicze

- a) Waga analityczna o zakresie do 100 g umożliwiająca ważenie z dokładnością do 0,0001 g.
- b) Dwie kolby stożkowe szklane pojemności od 70 do 100 ml i wysokości 100 mm z korkami na szlif.
- c) Łaźnia wodna z termoregulacją.
- d) Suszarka laboratoryjna z termoregulacją.
- e) Kolby miareczkowe.
- f) Naczynia wagowe przygotowane wg PN-71/P-04601 p. 2.2.1e).
- g) Biurety.
- h) Pipety.

4.2.4. Przygotowanie próbek. Włókno z próbki pobranej wg 3.1 należy porozcinać na kawałki o długości $1 \div 1,5$ cm i przemieszać, a następnie odważyć na wadze analitycznej trzy próbki, o masie 2 g każda, przeznaczone do wyznaczania zawartości lignin.

4.2.5. Wykonanie wyznaczania

4.2.5.1. Wyznaczanie wilgotności włókna. Wilgotność wyznaczyć w próbkach przygotowanych wg 3.2, postępując zgodnie z PN-71/P-04601 p. 2.2.

4.2.5.2. Wyznaczanie zawartości lignin. Oddzielnie każdą z trzech próbek przygotowanych wg 4.2.4, należy przenieść do kolby z korkiem na szlif, w której znajduje się 40 ml roztworu chloraminy, ogrzanego uprzednio do temperatury 40°C . Następnie zamkniętą kolbę z zawartością należy ogrzewać na łaźni wodnej w temperaturze 80°C , w ciągu 30 min. W trakcie ogrzewania zawartość kolby zamieszać szklaną bagietką, powtarzając tę czynność co 10 min. Bagietkę należy wkładać do kolby tylko na czas mieszania, poza tym kolba podczas ogrzewania powinna być zamknięta. Po 30 min ogrzewania włókno należy wyjąć z roztworu i lekko odcisnąć, przyciskając bagietkę do ścianki kolby. Zamkniętą kolbę z roztworem chloraminy ostudzić w naczyniu z zimną wodą i ostrożnie nachylając ją spłukać kondensat, który utworzył się na jej ścianie. Następnie pobrać pipetą po 10 ml roztworu do przygotowanych uprzednio kolb miareczkowych, dodać 2 ml kwasu solnego rozcieńczonego w stosunku 1 : 3 oraz 2 ml 10% roztworu jodku potasu i kilka kropli 1% roztworu

skrobi, jako wskaźnika. Tak otrzymany roztwór należy miareczkować mianowanym roztworem tiosiarczanu sodowego do momentu odbarwienia.

4.2.6. Obliczanie wyników. Zawartość lignin (X) należy obliczyć w procentach dla każdej próbki oddzielnie, z dokładnością do 0,01% wg wzoru

$$X = (0,23 \cdot a) - 1,11 \quad (2)$$

w którym:

a — objętość roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do zmiareczkowania próbki 2 g włókna, ml,

0,23 — stały współczynnik,

1,11 — stały współczynnik.

Wynik należy podać w przeliczeniu na suchą masę włókna.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników trzech równoległych wyznaczeń, dla których różnica między poszczególnymi wynikami a ich średnią arytmetyczną nie przekracza 3% wartości średniej.

Jeżeli różnica między wartością średniej arytmetycznej w jednym z poszczególnych wyników przekracza 3%, wyznaczenie należy powtórzyć.

5. PODAWANIE WYNIKÓW

W wyniku wyznaczania podać co najmniej:

- oznaczenie i pochodzenie próbki,
- metodę wyznaczania,
- wynik końcowy wyznaczania,
- datę i miejsce wykonania wyznaczania.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Krajowych Włókien Naturalnych, Poznań.

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-67/7501-11

a) zmodyfikowano klasyczną wagową metodę oznaczania, wprowadzając mieszaninę kwasu siarkowego i ortofosforowego oraz skracając czas hydrolizy próbki włókna,

b) wprowadzono uzupełniająco szybką i prostą metodę miareczkową — zgodnie z ČSN 800221.

3. Normy związane

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

BN-86/7501-10 Metody badań surowców włókienniczych. Włókno lniane i konopne. Wyznaczanie zawartości substancji woskowych i tłuszczowych

4. Normy zagraniczne

CSRS ČSN 800221 Stanovení obsahu ligninu v lýkových vláknách

5. Autorzy projektu normy — doc. dr Józef Waško, mgr Anna Kasprzak, mgr inż. Danuta Karaban — Instytut Krajowych Włókien Naturalnych, Poznań.

6. Przykład obliczeń dla metody miareczkowej

ilość mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do zmiareczkowania 10 ml próby ślepej — 13,3 ml,

ilość mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do zmiareczkowania roztworu z badanej próbki włókna lnianego surowego:

dla próbki pierwszej — 8,9 ml,

dla próbki drugiej — 9,0 ml.

Średnia ilość mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego zużyta do zmiareczkowania próbki, ml

$$\frac{8,9 + 9,0}{2} = 8,95$$

Ilość mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do określenia zawartości lignin w próbce włókna w 10 ml roztworu chloraminy, ml

$$13,30 - 8,95 = 4,95$$

Przeliczenie na 40 ml roztworu chloraminy (tj. ilości roztworu chloraminy dodanego do odważonej próbki włókna), ml

$$a = 4,95 \cdot 4 = 17,40$$

Zawartość lignin w próbce zgodnie z 4.2.6, %

$$X = (0,23 \cdot 17,40) - 1,11 = 2,89$$

Przeliczenie otrzymanego wyniku na suchą masę włókna:

— zawartość wilgotności w próbce włókna — 7,20%,

— zawartość lignin w przeliczeniu na suchą masę włókna, % —

$$X = 3,11.$$