

SUROWCE WŁÓKIENNICZE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-86
	Metody badań surowców, półwyrobów i wyrobów włókienniczych	7529-01
	Włókno, półwyroby i wyroby lniane, lniano-poliestrowe i lniano-poliamidowe	Zamiast BN-77/7529-01
	Wyznaczanie stopnia polimeryzacji metodą wiskozymetryczną	Grupa katalogowa 1109

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest wyznaczanie średniego stopnia polimeryzacji celulozy włókna, półwyrobów i wyrobów lnianych, lniano-poliestrowych i lniano-poliamidowych metodą wiskozymetryczną.

1.2. Zakres stosowania normy. Normę należy stosować w przypadku badania stanu zdegradowania chemicznego celulozy we włóknie lnianym, półwyrobach i wyrobach lnianych, lniano-poliestrowych i lniano-poliamidowych.

Norma nie dotyczy wyrobów wykonanych żywicami syntetycznymi i barwionych barwnikami reaktywnymi.

2. WYZNACZANIE

2.1. Zasada wyznaczania. Wyznaczanie polega na rozpuszczeniu celulozy włókien lnianych w alkalicznym kompleksie winianowo-żelazowym (EWN) i pomiarze czasu przepływu roztworu celulozy i rozpuszczalnika za pomocą wiskozymetru kapilarnego, a następnie obliczeniu stopnia polimeryzacji (*DP*).

W przypadku badania półwyrobów i wyrobów lniano-poliestrowych i lniano-poliamidowych wyznaczanie stopnia polimeryzacji należy poprzedzić odsączeniem nierozpuszczonego włókna poliestrowego i poliamidowego.

2.2. Odczynniki i roztwory. Do przygotowania rozpuszczalnika (EWN) i wstępnej preparacji włókna należy stosować odczynniki chemicznie czyste oraz wodę destylowaną lub wodę o równoważnej czystości.

a) Alkaliczny kompleks winianowo-żelazowy (EWN) przygotowany w następujący sposób: 207 g winianu sodowego rozpuścić w zlewce porcelanowej w 400 ml wody destylowanej. Po całkowitym rozpuszczeniu roztwór przykryć przykrywką winidurówką z dwoma wlotami, aby dodawanie dalszych odczynników odbywało się bez dostępu światła.

121 g azotanu żelazowego rozpuścić w 160 ml wody destylowanej w zlewce szklanej, a następnie dodać do

roztworu winianu sodowego, przez wlot w przykrywkę winidurówkę. W drugim wlocie przykrywki umieścić mieszadło laboratoryjne umożliwiające wymieszanie obu roztworów. Zlewkę porcelanową z wymieszanymi roztworami należy umieścić w naczyniu do chłodzenia, wypełnionym lodem.

96 g wodorotlenku sodowego rozpuścić w 200 ml wody destylowanej, a następnie dodawać go do wymieszanych roztworów winianu sodowego i azotanu żelazowego po kropli z wkraplacza, przy jednoczesnym mieszaniu mieszadłem laboratoryjnym. Temperatura wewnątrz zlewki przez cały czas wkraplania, aż do wklepnięcia całej ilości wodorotlenku sodowego, nie powinna przekraczać $0 \div 10^{\circ}\text{C}$. Pod koniec wkraplania roztwór zmienia barwę z czerwono-brunatnej na zieloną. Do tak przygotowanego roztworu należy dodać 5 g winianu sodowego jako stabilizatora, a następnie uzupełnić wodą destylowaną do 1000 ml.

W ten sposób przygotowany rozpuszczalnik należy pozostawić w ciemnym miejscu przez 24 h w temperaturze $0 \div 10^{\circ}\text{C}$.

Jeżeli podczas przechowywania strąca się brunatny osad, należy go odsączyć.

b) Mieszanina ekstrakcyjna: etanol i benzen zmieszane w stosunku 2:1.

c) Wodorotlenek sodowy, roztwór 1%(m/m).

d) Chloryn sodowy, roztwór 0,3%(m/m).

e) Bufor Walpole'a: mieszanina 12,6 ml 0,2-molowego kwasu octowego i 7,4 ml 0,2-molowego octanu sodowego.

f) Siarczyn sodowy, roztwór 2%(m/m).

g) Siarczyn sodowy, roztwór 0,5%(m/m).

h) Diastafor lub inny środek enzymatyczny o podobnym działaniu, roztwór 0,5%(m/m).

2.3. Przyrządy pomiarowe i pomocnicze

Wiskozymetria Pinkiewicza o stałej *K* od 0,0100 do 0,0699 zgodnie z PN-81/C-04011.

Termostat wodny z uchwytyami do wiskozymetrów, utrzymujący temperaturę z dokładnością do $\pm 0,05^{\circ}\text{C}$.

Mieszalnik obrotowy o stałej liczbie obrotów — 20 obr/min.

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)

Waga analityczna do 200 g umożliwiająca ważenie z dokładnością do 0,0001 g.

Waga techniczna do 500 g umożliwiająca ważenie z dokładnością do 0,01 g.

Mieszadło laboratoryjne.

Aparat Soxhleta.

Termometr rtęciowy o zakresie temperatur $0 \div 50^{\circ}\text{C}$ i dokładności wskazań 1°C .

Sekundomierz.

Zlewka porcelanowa pojemności 1000 ml, z przykrywką winidurową z 2 wlotami.

Zlewki szklane pojemności 500 ml.

Wkraplacz szklany pojemności 250 ml.

Naczynie do chłodzenia.

Kolby stożkowe szklane pojemności nominalnej 25 ml zgodnie z PN-73/B-13005.

Kolba szklana kulista pojemności 500 ml.

Chłodnica zwrotna.

Korki gumowe o średnicy 2 cm z rurkami kapilarnymi o długości 12 cm; średnica kapilary 2 mm.

Pręciki szklane.

Perełki szklane.

Gruszka gumowa z wężykiem.

Pinceta.

Nożyce.

Sączki piankowe G-2.

Cylindry miarowe pojemności 50 ml.

Uniwersalne papierki wskaźnikowe.

Młynek elektryczny.

Naczynia wagowe przygotowane wg PN-71/P-04601 p. 2.2.1e).

2.4. Pobieranie i przygotowanie próbek

2.4.1. Pobieranie próbek włókna, półwyrobów i wyrobów

a) Z włókna przeznaczanego do badań pobrać próbki z różnych miejsc sposobem losowym na ślepo tak, aby jej masa wynosiła 35 g. Z próbki usunąć paździerz i inne zanieczyszczenia.

b) Z niedoprzędu lub przędzy przeznaczonych do badań pobrać próbki z nawoju sposobem losowym na ślepo z różnych miejsc oddległych od siebie co najmniej o 5 m. Masa pobranej próbki powinna wynosić 35 g. Z próbki usunąć paździerz i inne zanieczyszczenia.

c) Z tkaniny przeznaczonej do badań pobrać z różnych miejsc sposobem losowym na ślepo 10 wycinków kwadratowych o boku 10 cm każdy, oddalonych co najmniej 100 cm od końca sztuki i 10 cm od brzegów tkaniny. Jeżeli osnowa i wątek tkaniny produkowane są z przędz o różnym składzie surowcowym lub z różnych rodzajów włókna lnianego, 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 niecelulozowych

2.4.2.1. Usuwanie substancji woskowych i tłuszczowych. Pobrane próbki wg 2.4.1 umieścić w aparacie Soxhleta i przeprowadzić ekstrakcję zgodnie z BN-86/7501-10.

2.4.2.2. Usuwanie substancji rozpuszczalnych w 1% roztworze wodorotlenku sodowego. Próbki poddane eks-

trakcji wg 2.4.2.1 wysuszyć do wilgotności otoczenia, a następnie umieścić w kolbach stożkowych, zalać 1% roztworem wodorotlenku sodowego i 0,5% roztworem siarczynu sodowego (moduł kąpieli 1:100) i utrzymać przez 30 min w temperaturze 90°C uważając, aby badane próbki zawsze znajdowały się pod powierzchnią roztworu. Po upływie 30 min zawarte w kolbie próbki należy płukać aż do uzyskania odczynu obojętnego (sprawdzenie papierkiem wskaźnikowym), a następnie suszyć w suszarce w temperaturze 105°C .

Odogotowania alkalicznego nie stosuje się w przypadku półwyrobów i wyrobów bielonych do pełnej bieli.

2.4.2.3. Usuwanie apretury skrobiowej. Pobrane próbki wg 2.4.1c) należy zanurzyć w gorącej wodzie, a następnie wycisnąć. Zanurzanie i wyciskanie powtórzyć kilkanaście razy, po czym próbki przenieść do zlewek zawierających roztwór diastaforu o stężeniu 0,5% (moduł kąpieli 1:25).

Zawartości zlewek podgrzać do temperatury 70°C i pozostawić przez 15 min w tej temperaturze, mieszając i wstrząsając. Po upływie 15 min próbki płukać w gorącej wodzie i suszyć w suszarce w temperaturze 105°C .

2.4.2.4. Usuwanie lignin. Próbki należy poddać delignizacji, jeżeli zawartość lignin wynosi powyżej 4%. Pobrane próbki wg 2.4.1, po ekstrakcji i działaniu 1% roztworem wodorotlenku sodowego, należy traktować 0,3% roztworem chlorynu sodu w buforze Walpole'a (w celu utrzymania stałego pH) i utrzymywać w temperaturze 65°C przez 60 min (pH roztworu = 4,5). Po upływie 60 min próbki płukać aż do uzyskania odczynu obojętnego, a następnie traktować 2% roztworem siarczynu sodowego (pH = 9) przez 60 min w temperaturze 100°C . Następnie próbki poddać suszeniu w suszarce w temperaturze 105°C .

2.4.3. Aklimatyzacja próbek. Włókno, półwyroby i wyroby po usunięciu substancji niecelulozowych wg 2.4.2 należy wysuszyć, a następnie poddać aklimatyzacji wg PN-83/P-04602.

2.4.4. Wyznaczanie wilgotności. Z aklimatyzowanych próbek pobrać po 5 próbek, każda o masie około 5 g i wyznaczyć w nich wilgotność — wg PN-71/P-04601 p. 2.2.

2.4.5. Wyznaczanie zawartości lignin. Z aklimatyzowanych próbek należy pobrać próbki do wyznaczania zawartości lignin oraz przeprowadzić badanie, postępując zgodnie z BN-86/7501-11.

Jeżeli włókno lniane surowe ma więcej niż 4% lignin, należy poddać je działaniu wg 2.4.2.4, w celu zwiększenia rozpuszczalności celulozy w rozpuszczalniku (EWN).

W półwyrobach i wyrobach lniano-poliestrowych i lniano-poliamidowych nie wyznacza się zawartości lignin. Ligniny odsąca się razem z włóknami poliestrowymi i poliamidowymi po rozpuszczeniu celulozy.

2.4.6. Rozdrabnianie próbek. Aklimatyzowane próbki wg 2.4.3 należy pociąć nożycami na odcinki 1-2 mm w celu ich rozwłóknienia i wymieszać w młynku elektrycznym.

2.4.7. Ważenie próbek. Z pociętego włókna pobrać 2 próbki i umieścić w kolbach stożkowych pojemności nominalnej 25 mm każda, o znanych stałych masach. Masę kolbek należy ustalić każdorazowo przed umieszczeniem w nich próbek. Kolbki z badanymi próbkami należy zważyć na wadze analitycznej.

Masa próbek uzależniona jest od:

- stałej K wiskozymetru stosowanego do badań,
- rodzaju próbki.

Zależność masy próbki od stałej wiskozymetru podano w tablicy.

Stała wiskozymetru K	Masa próbki g
$0,0100 \div 0,0299$	$0,0120 \div 0,0159$
$0,0300 \div 0,0699$	$0,0160 \div 0,0250$

W przypadku włókna surowego po usunięciu substancji niecelulozowych wg 2.4.2, masa próbki nie powinna przekraczać 0,0160 g.

W przypadku półwyrobów i wyrobów lniano-poliestrowych i lniano-poliamidowych masę próbki należy tak dobrać, aby masa włókien lnianych w badanej próbce była taka, jak w przypadku próbki pobranej z włókna lnianego.

2.4.8. Rozpuszczanie próbek. Do każdej próbki umieszczonej w kolbie stożkowej, przygotowanej zgodnie z 2.4.7, należy dodać 31 ml rozpuszczalnika (EWN) o temperaturze $0 \div 10^\circ\text{C}$, przygotowanego wg 2.2a). Kolby dopełnić taką ilością perełek szklanych, aby wewnątrz nie pozostało powietrze. Każdą z kolb po napełnieniu zamknąć korkiem gumowym z rurką kapilarną i natychmiast zamocować w mieszalniku obrotowym z jednoczesnym jego uruchomieniem. Natychmiastowe uruchomienie mieszalnika jest konieczne.

W przypadku niestosowania energicznego mieszania tworzy się trudniej rozpuszczalny żel.

Rozpuszczanie próbek przy ciągłym mieszaniu obrotowym powinno trwać $8 \div 24$ h (optymalny czas 15 h).

Równocześnie z umieszczeniem kolbek z próbkami, na mieszalniku obrotowym należy umieścić kolbę zawierającą 31 ml czystego rozpuszczalnika (EWN), dopełnioną perełkami szklanymi.

2.5. Wykonanie wyznaczania

2.5.1. Pomiar dla włókna, półwyrobów i wyrobów lnianych. Przygotowany roztwór wg 2.4.8 z kolbek stożkowych należy przesączyć na suchych sączkach piankowych G-2 bez użycia pompy próżniowej. Wiskozymetr napełnić przesączonym roztworem w ilości 10 ml, a następnie umieścić w termostacie wodnym o stałej temperaturze $25 \pm 0,05^\circ\text{C}$. Wiskozymetr powinien być zanurzony w kąpeli termostatu do połowy pierwszego zgrubienia. Po wyrównaniu temperatur (w ciągu $10 \div 15$ min) roztwór w wiskozymetrze należy wciągnąć za pomocą gruszki gumowej powyżej kreski górnej i zmierzyć czas jego przepływu od kreski górnej do dolnej z dokładnością do 1 s, a następnie ponowić pomiar dla tego samego roztworu.

Przepływ roztworu w wiskozymetrze musi odbywać się w sposób ciągły, bez powstawania pęcherzyków

powietrza. Po usunięciu zbadanego roztworu, wiskozymetr należy ponownie napełnić z tej samej kolby roztworem w ilości 10 ml i w ten sam sposób dwukrotnie powtórzyć pomiar.

Roztwór przygotowany w drugiej kolbie należy podać pomiarom w sposób opisany powyżej. Po wykonaniu pomiarów dla obydwu próbek zmierzyć czas przepływu czystego rozpuszczalnika (EWN), stosując ten sam sposób pomiaru w dwóch powtórzeniach.

2.5.2. Pomiar dla półwyrobów i wyrobów lniano-poliestrowych i lniano-poliamidowych. Przygotowany roztwór wg 2.4.8 z kolb stożkowych należy przesączyć na sączkach piankowych G-2 doprowadzonych uprzednio do stałej masy. Wiskozymetr napełnić przesączonym roztworem w ilości 10 ml, a następnie umieścić w termostacie wodnym o stałej temperaturze $25 \pm 0,05^\circ\text{C}$. Czas przepływu roztworu przez wiskozymetr należy mierzyć w sposób podany w 2.5.1.

Sączki z odsączonym włóknem poliamidowym lub poliestrowym, wraz z ligninami, płukać wodą destylowaną aż do zaniku barwy brunatnej i uzyskania odczynu obojętnego (sprawdzić papierkiem wskaźnikowym), a następnie suszyć w suszarce aż do ustalenia stałej masy.

2.6. Obliczanie wyników

2.6.1. Iloraz średniego czasu przepływu roztworu celulozy (t) do średniego czasu przepływu czystego rozpuszczalnika (EWN) (t_0) obliczyć dla każdej próbki oddzielnie z dokładnością do 0,01 wg wzoru

$$\frac{t - t_0}{t_0} \quad (1)$$

Na tej podstawie należy odczytać z tablicy w załączniku iloczyn stopnia polimeryzacji i stężenia ($DP \times c$) z dokładnością do 0,5 g/31 ml.

2.6.2. Stężenie (c) roztworu w każdej kolbie w g/31 ml obliczyć wg wzorów

a) dla próbek włókna, półwyrobów i wyrobów lnianych

$$c = G \frac{100 - X}{100 + W} \quad (2)$$

b) dla próbek włókna, półwyrobów i wyrobów lniano-poliestrowych i lniano-poliamidowych

$$c = G \frac{100 - Y}{100 + W} \quad (3)$$

w których:

- G — masa próbki poddanej rozpuszczeniu, g,
 X — zawartość lignin ustalona wg BN-86/7501-11, %,
 W — wilgotność wyznaczona wg PN-71/P-04601, %,
 Y — sumaryczna zawartość włókien poliestrowych lub poliamidowych i masa lignin, %.

2.6.3. Średni stopień polimeryzacji (DP) obliczyć wg wzoru

$$DP = \frac{DP \times c}{c} \quad (4)$$

w którym:

$DP \times c$ — iloczyn odczytany z tablicy w załączniku,
 c — stężenie roztworu obliczone wg 2.6.2.

Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych wyznaczeń, których różnica nie przekracza 10% wartości średniej.

Wynik obliczać i podawać w zaokrągleniu z dokładnością do dziesiątek.

2.7. Podawanie wyników. W wyniku wyznaczania podać co najmniej:

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

K O N I E C

Informacje dodatkowe

ZAŁĄCZNIK

**ZALEŻNOŚĆ ILOCZYNU STOPNIA POLIMERYZACJI (DP) I STĘŻENIA ROZTWORU CELULOZY (c)
OD LEPKOŚCI WŁAŚCIWEJ WYRAŻONEJ STOSUNKIEM RÓŻNICY CZASÓW PRZEPŁYWU
ROZTWORU CELULOZY (t) I ROZPUSZCZALNIKA EWNN (t_0) DO CZASU PRZEPŁYWU
ROZPUSZCZALNIKA EWNN (t_0)**

$\frac{t - t_0}{t_0}$	$DP \times c$ (g/31 ml)	$\frac{t - t_0}{t_0}$	$DP \times c$ (g/31 ml)
0,01	0,0	0,31	10,5
0,02	0,5	0,32	11,0
0,03	0,1	0,33	11,0
0,04	1,5	0,34	11,5
0,05	1,5	0,35	11,5
0,06	2,5	0,36	12,0
0,07	2,5	0,37	12,5
0,08	3,0	0,38	12,5
0,09	3,5	0,39	13,0
0,10	3,5	0,40	13,0
0,11	4,0	0,41	13,5
0,12	4,5	0,42	13,5
0,13	4,5	0,43	14,0
0,14	5,0	0,44	14,0
0,15	5,5	0,45	14,5
0,16	5,5	0,46	14,5
0,17	6,0	0,47	15,0
0,18	6,5	0,48	15,0
0,19	6,5	0,49	15,5
0,20	7,0	0,50	15,5
0,21	7,5	0,51	16,0
0,22	8,0	0,52	16,5
0,23	8,0	0,53	16,5
0,24	8,5	0,54	17,0
0,25	8,5	0,55	17,0
0,26	9,0	0,56	17,5
0,27	9,5	0,57	17,5
0,28	9,5	0,58	18,0
0,29	10,0	0,59	18,0
0,30	10,5	0,60	18,5
0,61	18,5	0,98	27,0
0,62	19,0	0,99	27,0
0,63	19,0	1,00	27,5
0,64	19,5	1,01	27,5
0,65	19,5	1,02	28,0
0,66	20,0	1,03	28,0
0,67	20,0	1,04	28,0
0,68	20,5	1,05	28,5
0,69	20,5	1,06	28,5
0,70	21,0	1,07	29,0
0,71	21,0	1,08	29,0
0,72	21,5	1,09	29,0
0,73	21,5	1,10	29,5
0,74	21,5	1,11	29,5
0,75	22,0	1,12	30,0
0,76	22,0	1,13	30,0

cd. tablicy

$\frac{t - t_0}{t_0}$	$DP \times c$ (g/31 ml)	$\frac{t - t_0}{t_0}$	$DP \times c$ (g/31 ml)
0,77	22,5	1,14	30,0
0,78	22,5	1,15	30,5
0,79	23,0	1,16	30,5
0,80	23,0	1,17	30,5
0,81	23,5	1,18	31,0
0,82	23,5	1,19	31,0
0,83	24,0	1,20	31,5
0,84	24,0	1,21	31,5
0,85	24,0	1,22	31,5
0,86	24,5	1,23	32,0
0,87	24,5	1,24	32,0
0,88	25,0	1,25	32,0
0,89	25,0	1,26	32,5
0,90	25,0	1,27	32,5
0,91	25,5	1,28	33,0
0,92	25,5	1,29	33,0
0,93	26,0	1,30	33,0
0,94	26,0	1,31	33,5
0,95	26,5	1,32	33,5
0,96	26,5	1,33	33,5
0,97	26,5	1,34	34,0
1,35	34,0	1,71	40,5
1,36	34,5	1,72	40,5
1,37	34,5	1,73	40,5
1,38	34,5	1,74	41,0
1,39	35,0	1,75	41,0
1,40	35,0	1,76	41,0
1,41	35,0	1,77	41,5
1,42	35,5	1,78	41,5
1,43	35,5	1,79	41,5
1,44	35,5	1,80	42,0
1,45	36,0	1,81	42,0
1,46	36,0	1,82	42,0
1,47	36,5	1,83	42,5
1,48	36,5	1,84	42,5
1,49	36,5	1,85	42,5
1,50	37,0	1,86	42,5
1,51	37,0	1,87	43,0
1,52	37,0	1,88	43,0
1,53	37,5	1,89	43,0
1,54	37,5	1,90	43,5
1,55	37,5	1,91	43,5
1,56	38,0	1,92	43,5
1,57	38,0	1,93	44,0
1,58	38,5	1,94	44,0

cd. tablicy

$\frac{t - t_o}{t_o}$	$DP \times c$ (g/31 ml)	$\frac{t - t_o}{t_o}$	$DP \times c$ (g/31 ml)
1,59	38,5	1,95	44,0
1,60	38,5	1,96	44,0
1,61	39,0	1,97	44,5
1,62	39,0	1,98	44,5
1,63	39,0	1,99	44,5
1,64	39,5	2,00	44,5
1,65	39,5	2,01	45,0
1,66	39,5	2,02	45,0
1,67	40,0	2,03	45,0
1,68	40,0	2,04	45,0
1,69	40,0	2,05	45,5
1,70	40,5	2,06	45,5
2,07	45,5	2,29	48,0
2,08	45,5	2,30	48,0
2,09	46,0	2,31	48,0
2,10	46,0	2,32	48,5
2,11	46,0	2,33	48,5

cd. tablicy

$\frac{t - t_o}{t_o}$	$DP \times c$ (g/31 ml)	$\frac{t - t_o}{t_o}$	$DP \times c$ (g/31 ml)
2,12	46,0	2,34	48,5
2,13	46,0	2,35	48,5
2,14	46,5	2,36	48,5
2,15	46,5	2,37	49,0
2,16	46,5	2,38	49,0
2,17	46,5	2,39	49,0
2,18	47,0	2,40	49,0
2,19	47,0	2,41	49,0
2,20	47,0	2,42	49,0
2,21	47,0	2,43	49,5
2,22	47,5	2,44	49,5
2,23	47,5	2,45	49,5
2,24	47,5	2,46	49,5
2,25	47,5	2,47	49,5
2,26	47,5	2,48	49,5
2,27	48,0	2,49	49,5
2,28	48,0	2,50	50,0

INFORMACJE DODATKOWE

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

2. Istotne zmiany w stosunku do BN-67/7529-01 — wprowadzono tablicę przeliczeniową umożliwiającą na odczyt wartości $DP \times c$ w zależności od otrzymanej wartości $\frac{t - t_o}{t_o}$ z dokładnością do 0,5 g/31 ml.

3. Normy związane

PN-73/B-13005 Szklany sprzęt laboratoryjny. Kolby produkowane metodą hutniczą

PN-81/C-04011 Przetwory naftowe. Oznaczanie lepkości kinematycznej i obliczanie lepkości dynamicznej

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

PN-83/P-04602 Metody badań surowców, półwyrobów i wyrobów włókienniczych. Klimat normalny i aklimatyzacja próbek

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

BN-86/7501-11 Metody badań surowców włókienniczych. Włókno lniane i konopne. Wyznaczanie zawartości lignin

4. Normy międzynarodowe i zagraniczne

ISO 5351/2 Cellulose in dilute Solutions-Determination of limiting viscosity number-Part 2: Method in iron (III) sodium tartrate Complex (EWN_{mod NaCl}) solution — norma częściowo zgodna.

Francja NF-T 12-005 Cellulose. Détermination de l'indice de viscosité limite de la cellulose en solutions diluées

RFN DIN 51562 Viskosimetrie. Messung der kinematischen Viskosität mit dem Ubbelohde-Viskosimetr Normal-Ausführung

5. Literatura

Riphaen J.J.: Wyznaczanie chemicznej degradacji celulozy bawełny. Heidelberg: Melland Textilberichte International 1971, nr 2, s. 133 ÷ 136.

Rusek F.: Stopień polimeryzacji wskaźnikiem dla potrzeb kontroli procesów technologicznych i jakości wyrobów lnianych. Zeszyty Prac Badawczych Prowadzonych w Branży Lnianskiej. Żyrardów: Centralne Laboratorium Przemysłu Lnianskiego 1971, nr 6/39 s. 31 ÷ 52.

Vasilu M.: Wyznaczanie średniego stopnia polimeryzacji produktów

włókienniczych z włókien celulozowych. Bukareszt Industria Textila 1971, nr 10, s. 632 ÷ 634.

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

7. Przykłady obliczeń

a) Obliczanie średniego stopnia polimeryzacji dla włókna lnianego surowego

masa próbki poddanej rozpuszczeniu — 0,0146 g,

zawartość lignin — 4%,

wilgotność — 5%,

średni czas przepływu roztworu dla każdej próbki — 188 s,

średni czas przepływu czystego rozpuszczalnika — 58 s,

lepkość właściwa wyrażona stosunkiem czasów $\frac{t - t_o}{t_o} = 2,24$,

$DP \times c = 47,5$ (odczyt z tablicy w załączniku przy lepkości właściwej = 2,24).

Stężenie roztworu (c), g/31 ml:

$$c = 0,0146 \cdot \frac{100 - 4}{100 + 5} = 0,0133$$

Średni stopień polimeryzacji wynosi:

$$DP = \frac{47,5}{0,0133} = 3570$$

b) Obliczanie średniego stopnia polimeryzacji dla przędzy mieszkowej białej

masa próbki poddanej rozpuszczeniu — 0,0280 g,

wilgotność — 5%,

sumaryczna zawartość włókien poliestrowych lub poliamidowych i lignin — 35%,

średni czas przepływu czystego rozpuszczalnika — 58 s,

lepkość właściwa wyrażona stosunkiem czasów $\frac{t - t_o}{t_o} = 1,32$,

$DP \times c = 33,5$ (odczyt z tablicy w załączniku przy lepkości właściwej = 1,32).

Stężenie roztworu (c), g/31 ml:

$$c = 0,0280 \cdot \frac{100 - 35}{105} = 0,0173$$

Średni stopień polimeryzacji wynosi:

$$DP = \frac{33,5}{0,0173} = 1930$$