

PRZEMYSŁ PAPIERNICZY	NORMA BRANŻOWA	BN-65 ✓
	Surowce dla przemysłu papierniczego Drewno, zrębki drewna i rośliny jednoroczne Pobieranie próbek oraz metody badań	7304-01
		Grupa katalogowa IX 09

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest pobieranie, przygotowanie próbek oraz metody badań fizycznych i chemicznych drewna, zrębków drewna oraz roślin jednorocznych stosowanych w przemyśle celulozowo-papierniczym.

1.2. Rodzaje badań. Norma obejmuje następujące badania:

- oznaczanie słabości drewna,
- oznaczanie wilgotności,
- sortowanie zrębków,
- oznaczanie ciężaru jednego metra przestrzennego zrębków,
- oznaczanie ciężaru właściwego drewna,
- oznaczanie wyciągu wodnego,
- oznaczanie ekstraktu za pomocą mieszaniny alkoholowo-benzenowej,
- oznaczanie zawartości ligniny,
- oznaczanie zawartości celulozy,
- oznaczanie zawartości pentozanów,
- oznaczanie zawartości popiołu,
- oznaczanie krzemionki,
- oznaczanie holocelulozy,
- oznaczanie rozpuszczalności holocelulozy w 10- i 18-procentowym roztworze wodorotlenku sodowego.

1.3. Normy związane

- PN-62/D-95002 Drewno do wyrobu masy celulozowej i ścieru "Papierówka"
 PN-54/D-95005 Odpady drzewne do wyrobu masy celulozowej
 PN-58/M-94008 Sito. Wymiary oczek
 PN-57/N-03022 Statystyczna kontrola jakości. Plany jednostopniowe
 PN-62/P-50095+50114 Produkty przemysłu papierniczego. Metody badań chemicznych

2. POBIERANIE PRÓBEK

2.1. Pobieranie drewna do badań. Z partii drewna występującego w postaci kłód, szczep, wałków, tyczek żerdzi oraz zrąbnów i odpadów należy pobrać określoną liczbę jednostek w przypadku obrotu krajowego zgodnie z tabl. 1, natomiast w przypadku obrotu międzynarodowego - zgodnie z tabl. 2.

Zgłoszona przez Instytut Celulozowo-Papierniczy

Ustanowiona przez Zjednoczenie Przemysłu Celulozowo-Papierniczego w porozumieniu z Instytutem Celulozowo-Papierniczym Zarządzeniem nr 40 z dnia 27 grudnia 1965 r. jako norma obowiązująca w zakresie metod badań od dnia 1 lipca 1966 r. (Mon. Pol. nr 11/1966 poz. 78)



Tabela 1

Wielkość partii			Liczba pobranych jednostek w zależności od ich długości, sztuk				
mp	m ³	tony	poniżej 1 m	1 m	2 m	3 m	powyżej 3 m
do 70	do 50	do 25	8	8	8	6	5
71 ÷ 140	51 ÷ 100	26 ÷ 50	15	15	12	10	10
141 ÷ 280	101 ÷ 200	51 ÷ 100	25	25	15	12	10
281 ÷ 560	201 ÷ 400	101 ÷ 200	30	30	20	15	10
561 ÷ 900	401 ÷ 640	201 ÷ 330	40	40	30	20	15
901 ÷ 1400	641 ÷ 1000	331 ÷ 500	55	55	40	30	20

Tabela 2

Wielkość partii			Liczba pobranych jednostek w zależności od ich długości, sztuk				
mp	m ³	tony	poniżej 1 m	1 m	2 m	3 m	powyżej 3 m
do 14	do 10	do 5	8	8	8	6	5
15 ÷ 70	11 ÷ 50	5 ÷ 25	15	15	12	10	10
71 ÷ 140	51 ÷ 100	26 ÷ 50	25	25	15	12	10
141 ÷ 280	101 ÷ 200	51 ÷ 100	30	30	20	15	10
281 ÷ 560	201 ÷ 400	101 ÷ 200	40	40	30	20	15
561 ÷ 900	401 ÷ 640	201 ÷ 300	55	55	40	30	20
901 ÷ 1400	641 ÷ 1000	331 ÷ 500	75	75	55	40	30

W części środkowej każdej pobranej jednostki należy wyciąć po trzy krążki, każdy o grubości około 15 mm. W przypadku gdy średnica pobranej jednostki nie przekracza 200 mm, należy posługiwać się całym krążkiem drewna. Natomiast przy średnicy większej niż 200 mm należy korzystać z ćwiartki krążka.

W przypadku pobierania próbek odpadów należy z każdej wylosowanej wiązki pobrać na ślepo dwa kawałki, jeden z zewnętrznej strony wiązki, a jeden ze środka. Z każdego kawałka ze środka wyciąć 3 próbki, każda o długości 60 mm.

Na każdym krążku (lub wycinku) należy wykonać napisy podające:

- pochodzenie drewna,
- datę pobrania próbki,
- kolejny numer próbki.

2.2. Pobieranie zrębków do badań. Zrębki z partii należy pobrać z co najmniej 10 różnych miejsc na ślepo, tak aby pobrana próbka przeznaczona do badań wynosiła około 5 kg.

W przypadku pobierania zrębków w czasie napełniania warnika należy czterokrotnie pobrać próbkę w różnych ilościach i różnych odstępach czasu; w przypadku napełniania małych warników próbkę należy pobrać dwukrotnie.

2.3. Pobieranie roślin jednorocznych do badań. W zależności od wielkości partii należy pobrać na ślepo odpowiednią liczbę bel zgodnie z tabl. 3.

Tabela 3

Zakres licznosci partii w belach	Liczba bel, którą należy pobrać do badań
do 100	5
101 ÷ 400	10
401 ÷ 1000	15
powyżej 1000	25

Z każdej wylosowanej beli ze środka i z powierzchni należy pobrać po dwie próbki po około 100 G surowca, tak aby jego łączny ciężar z każdej beli wynosił około 400 G.

W przypadku gdy partia jest dostarczona w postaci luźnej, próbki należy pobrać na ślepo nie mniej niż z 10 różnych miejsc. Pobrane próbki należy dokładnie wymieszać i wydzielić z nich próbkę o ciężarze 1 ± 4 kg.

W przypadku pobierania próbek z bel trzciny należy pobrać po 3 pojedyncze żodygi trzciny ze środka beli z głębokości około 5 cm.

3. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK DO BADAŃ

3.1. Przygotowanie wstępne. Próbki pobrane zgodnie z rozdz. 2 w zależności od rodzaju surowca należy wstępnie przygotować następująco:

- a) w przypadku drewna - oczyścić z kory i łyka i porąbać na zrębki,
 - b) w przypadku roślin jednorocznych - pociąć na kawałki o długości $30 \div 50$ mm.
- Tak przygotowane próbki podzielić na trzy części:
- 50% - do oznaczania chemicznych,
 - 25% - do oznaczania fizycznych,
 - 25% - do oznaczania wilgotności.

3.2. Przygotowanie próbek do oznaczania chemicznych. Wstępnie przygotowaną zgodnie z 3.1 próbkę należy zmielić w młynie dowolnej konstrukcji tak, aby mielenie nie powodowało przegrzania materiału.

W przypadku dużej wilgotności materiału należy go przed zmieleniem podsuszyć w temperaturze $35 \div 45^{\circ}\text{C}$ do osiągnięcia wilgotności $20 \pm 2\%$ dla drewna i zrębków i 12% dla roślin jednorocznych.

Zmielony materiał przesiał przez sito metalowe: w przypadku obrotu krajowego przez sito o liczbie 576 oczek/cm², a następnie przez sito o liczbie 3600 oczek/cm².

W przypadku obrotu międzynarodowego zmielony materiał należy przesiał przez sito o średnicy oczka 0,5 mm, a następnie przez sito o średnicy oczka 0,25 mm.

Do oznaczania należy pobrać frakcję pozostałą na sicie o liczbie 3600 oczek/cm² lub na sicie o średnicy oczka 0,25 mm. Pobraną frakcję dobrze wymieszać, po czym wydzielić z niej próbkę w ilości 250 G i umieścić w hermetycznie zamkniętym naczyniu.

3.3. Przygotowanie próbek do badań fizycznych i oznaczania wilgotności. Próbki przygotowane wg 3.1, przeznaczone do oznaczania fizycznych oraz wilgotności, należy umieścić w oddzielnych, hermetycznie zamkniętych naczyniach.

4. METODY BADAŃ

4.1. Metoda oznaczania ilościści drewna

4.1.1. Zasada oznaczania polega na policzeniu liczby słojów w drewnie uprzednio namoczonym w wodzie, licząc od środka rdzenia.

4.1.2. Przyrządy. Krystalizator lub inne płaskie naczynie.

4.1.3. Wykonanie oznaczania. Pobrane próbki drewna przeznaczone do badań należy umieścić w krystalizatorze lub innym płaskim naczyniu, a następnie zalać wodą o temperaturze $20 \pm 2^{\circ}\text{C}$ na okres 12 godz. Namoczone drewno wyjąć z wody i na każdej próbce policzyć słoje zaznaczając każdy słoj począwszy od środka rdzenia.

W przypadku gdy rdzeń nie jest położony centralnie obliczanie należy wykonać względem najdłuższego i najkrótszego promienia i podać średni wynik.

4.1.4. Obliczanie wyniku. Słoistość drewna (S) obliczyć wg wzoru

$$S = \frac{i}{r}$$

w którym:

- i - liczba słoików,
- r - długość promienia próbki, cm.

4.1.5. Różnica między wynikami oznaczeń. Słoistość należy obliczać w zaokrągleniu do 1 słoja na cm.

4.1.6. Wynik ostateczny. Za wynik należy przyjąć średnią wartość, otrzymaną ze wszystkich pomiarów i podać z dokładnością do 0,5 słoja na cm.

4.2. Metoda oznaczania wilgotności

4.2.1. Zasada oznaczania polega na określaniu ubytku ciężaru próbki podczas suszenia jej do stałego ciężaru w temperaturze $103 \pm 2^\circ\text{C}$.

4.2.2. Aparatura i przyrządy

- a) Naczynka wagowe.
- b) Pudełko z siatki.
- c) Waga analityczna.
- d) Waga techniczna.
- e) Suszarka z termoregulacją.

4.2.3. Oznaczenie wilgotności dla celów handlowych

4.2.3.1. Wykonanie oznaczania. Dla obrotu międzynarodowego należy wykonać co najmniej 5 równoległych oznaczeń, a dla obrotu krajowego 3 oznaczenia. Odważyć w siatkowym pudełku próbkę:

- w przypadku drewna lub zrębków około 500 G z dokładnością do 0,5 G,
- w przypadku roślin jednorocznych około 200 G z dokładnością do 0,2 G.

Próbki należy umieścić w suszarce w temperaturze $103 \pm 2^\circ\text{C}$ i suszyć do stałego ciężaru.

Czas suszenia powinien wynosić:

- w przypadku drewna około 20 godz,
- w przypadku zrębków około 8 godz,
- w przypadku roślin jednorocznych około 4 godz.

Następnie próbki wraz z pudełkiem bez ochłodzenia zważyć.

4.2.3.2. Obliczanie wyniku. Wilgotność (W) obliczyć w procentach wg wzoru

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_2} \cdot 100$$

w którym:

- m_1 - ciężar pobranej próbki, G,
- m_2 - ciężar próbki po wysuszeniu, G.

4.2.3.3. Różnica między wynikami oznaczeń. Różnica między równoległymi oznaczeniami nie powinna przekraczać 1%.

4.2.3.4. Wynik ostateczny. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników obliczonych zgodnie z 4.2.3.2 i podać z dokładnością do 0,5%.

4.2.4. Oznaczenie wilgotności dla celów analitycznych

4.2.4.1. Wykonanie oznaczania. Należy wykonać 3 równoległe oznaczenia. Odważyć $5 \pm 0,0005$ G surowca i umieścić w wytarowanym naczyniu wagowym. Próbkę wraz z naczyniem umieścić w suszarce i suszyć w temperaturze $103 \pm 2^\circ\text{C}$ do stałego ciężaru, tj. do

momentu, gdy różnica między dwoma kolejnymi ważeniami nie będzie przekraczała 0,0005 G.

Dla obrotu międzynarodowego dopuszcza się również oznaczanie wilgotności próbek przeznaczonych do analiz chemicznych metodą destylacji.¹⁾

4.2.4.2. Obliczanie wyniku. Wilgotność (W) należy obliczyć w procentach wg 4.2.3.2.

4.2.4.3. Różnica między wynikami oznaczeń. Różnica między dwoma równoległymi oznaczeniami nie powinna przekraczać 0,5%.

4.2.4.4. Wynik ostateczny. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników obliczonych wg 4.2.4.3 i podać z dokładnością do 0,1%.

4.3. Metoda sortowania zrębków

4.3.1. Zasada sortowania polega na przesianiu próbki przez sito i rozsortowaniu w zależności od długości poszczególnych zrębków.

4.3.2. Przyrządy. Trzy sita w ramkach o wymiarach 250X700X70 mm i średnicy oczek 5,0, 3,0 i 1,5 mm.

4.3.3. Wykonanie sortowania. Próbkę należy pobrać zgodnie z 2.2 i oznaczyć jej wilgotność. Z pobranej próbki wydzielić około 1 kg zrębków i przesiał przez sito 1 o średnicy oczka 5 mm. Czas przesiewania - około 15 min. Przelot z sita 1 przesiał przez sito 2 o średnicy oczka 3 mm, przelot zaś z sita 2 przesiał przez sito 3 o średnicy oczka 1,5 mm.

Z pozostałości na sicie 1 należy ręcznie wysortować sęki, zręбки z sękami i zrębki zmurszałe. Każdy wysortowany rodzaj zrębków zważyć na wadze technicznej i obliczyć ich procentowy udział w badanej próbce. Po zważeniu każdej wysortowanej grupy do zrębków zdrowych doliczyć liczbę zrębków zmurszałych określając w ten sposób sumaryczną liczbę zrębków pozostałych na sicie 1. Zrębki po usunięciu sęków rozsortować ręcznie na klasy, zgodnie z tabl. 4, mierząc długość poszczególnych zrębków pomiędzy płaszczyznami cięcia i odkładając osobno każdą grupę.

Tablica 4

Klasa	Podział zrębków dla mas celulozowych o zasadniczej długości pomiędzy płaszczyznami cięcia
I	4 ÷ 15 mm
II	15 ÷ 25 mm
III	25 ÷ 30 mm
IV	powyżej 30 mm

Po rozsortowaniu próbki każdą poszczególną frakcję należy zważyć na wadze technicznej z dokładnością do 0,5 G.

4.3.4. Obliczanie wyniku. Udział poszczególnych frakcji (F) obliczyć w procentach wg wzoru

$$F = \frac{a}{n \cdot S} \cdot 100 \cdot 100 = \frac{a \cdot 10000}{n \cdot S}$$

w których:

a - ciężar badanej frakcji, G,

n - odważka drewna, G,

S - zawartość substancji suchej, %.

4.3.5. Różnica między wynikami oznaczeń. Różnica między dwoma równoległymi oznaczeniami nie powinna przekraczać 5%.

¹⁾ Oznaczanie wilgotności metodą destylacji wg Tappi 37-60.

4.3.6. Wynik ostateczny. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń i podać z dokładnością do 1%.

4.4. Metoda oznaczania ciężaru jednego metra przestrzennego zrębków

4.4.1. Zasada oznaczania polega na określeniu ciężaru luźno usypanych zrębków.

4.4.2. Przyrządy. Pudełko w kształcie sześciangu o pojemności $0,01 \text{ m}^3$ i boku wewnętrzny 216 mm.

4.4.3. Wykonanie oznaczania. Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia. Do uprzednio wysuszonego i wytarowanego pudełka nasypać do pełności próbkę pobraną wg p. 2.2. Nadmiar zrębków należy usunąć za pomocą linijki. Pudełko ze zrębkami zważyć na wadze technicznej z dokładnością do 1 G. Jednocześnie pobrać 300 G zrębków, wysuszyć do stałego ciężaru i zważyć, następnie obliczyć zawartość substancji suchej w procentach.

4.4.4. Obliczanie wyniku. Ciężar jednego metra przestrzennego (C) obliczyć w kilogramach wg wzoru

$$C = \frac{100 \cdot m}{1000} = \frac{m}{10}$$

w którym m - ciężar bezwzględnie suchych zrębków zawartych w pudełku, G.

4.4.5. Różnica między wynikami oznaczeń. Różnica między dwoma równoległymi oznaczeniami nie powinna przekraczać 1 kg/m³.

4.4.6. Wynik ostateczny. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń z dokładnością do 1 kg/m³.

4.5. Metoda oznaczania ciężaru właściwego drewna

4.5.1. Zasada oznaczania polega na określeniu stosunku ciężaru próbki w stanie suchym do objętości przy maksymalnym jej nasyceniu wodą.

4.5.2. Przyrządy i materiały

- Płaskie naczynie pojemności 2000 ml.
- Metalowy trzpień.
- Nekalina S lub inny preparat zmniejszający napięcie powierzchniowe.

4.5.3. Wykonanie oznaczania. Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia. Próbkę drewna w postaci krętka lub wycinka o grubości około 15 mm zanurzyć w wodzie z dodatkiem 1 G nekalinu S na 1 l wody w celu zmniejszenia napięcia powierzchniowego. Zanurzoną próbkę obciążyć ciężarkiem.

Po upływie 48 godz próbkę wyjąć z wody.

Płaskie naczynie tak napełnić wodą, aby po zanurzeniu w nim badanej próbki nie nastąpiło przelewanie się wody, a następnie zważyć z dokładnością 0,5 G. Nie zdejmując z wagi naczynia, umieścić w nim uprzednio namoczoną próbkę i umocować za pomocą metalowego trzpienia tak, aby całkowicie była zanurzona w wodzie oraz nie dotykała do ścianek naczynia. Drugi koniec trzpienia umocować za pomocą łapy w statywie, po czym zważyć. Po zważeniu wyjąć krętka z wody i położyć w celu usunięcia nadmiaru wody.

Próbkę wysuszyć w temperaturze $103 \pm 2^\circ\text{C}$ w ciągu 20 godz.

4.5.4. Obliczanie wyniku. Ciężar właściwy drewna (C_w) obliczyć w gramach na centymetr sześcienny wg wzoru

$$C_w = \frac{m}{v}$$

w którym:

m - ciężar wysuszonej próbki, G,

v - objętość napęczniałej próbki, obliczona z różnicy dwóch wagań przy założeniu, że 1 cm³ wody waży 1 G (ciężar naczynia z wodą i unieruchomioną próbką mniej ciężar naczynia z wodą), cm³.

4.5.5. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników z dwóch równoległych oznaczeń i podać z dokładnością do 0,01 G/cm³.

4.6. Metoda oznaczania wyciągu wodnego

4.6.1. Zasada oznaczania polega na wagowym określeniu substancji rozpuszczalnych w wodzie w określonych warunkach.

4.6.2. Aparatura i przyrządy

- Szklany sprzęt laboratoryjny.
- Tygiel z dnem piankowym G1.
- Łaźnia wodna.
- Suszarka z termoregulacją.

4.6.3. Wykonanie oznaczenia. Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia. Odważyć $2 \pm 0,01$ G przesianych trocin w stanie powietrzno-suchym, przenieść do kolby stożkowej o pojemności 200 ml, zalać 100 ml wody destylowanej i ogrzewać na łaźni wodnej przez 3 godz pod chłodnicą zwrotną, utrzymując łaźnię w stanie wrzenia. Podczas gotowania należy utrzymywać poziom gotującej się wody w łaźni na poziomie zawieszony w kolbie. Od czasu do czasu należy kolbę wstrząsać. Po ukończeniu gotowania zawartość kolby przenieść ilościowo do uprzednio wysuszonego i zważonego do stałego ciężaru tygla z dnem piankowym G1. Zebrany w tyglu osad przemyć 300 ml gorącej wody i suszyć do stałego ciężaru w temperaturze $103 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

4.6.4. Obliczanie wyniku. Zawartość substancji rozpuszczalnych w gorącej wodzie (R) w procentach obliczyć wg wzoru

$$R = 100 - \frac{(b - c) \cdot 100 \cdot 100}{n \cdot S} = 100 - \frac{(b - c) \cdot 10000}{n \cdot S}$$

w którym:

- b - ciężar tygla z osadem po wysuszeniu, G,
- c - ciężar tygla bez osadu po wysuszeniu, G,
- n - odważka przesianej próbki w stanie powietrzno-suchym, G,
- S - zawartość substancji suchej w badanej próbce, %.

4.6.5. Różnica między wynikami oznaczeń. Różnica między dwoma równoległymi oznaczeniami nie powinna przekraczać 0,05%.

4.6.6. Wynik ostateczny. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników dwóch równoległych oznaczeń i podać z dokładnością do 0,01%.

4.7. Metoda oznaczania ekstraktu za pomocą mieszaniny alkoholowo-benzenowej

4.7.1. Zasada oznaczania polega na wagowym określeniu zawartości substancji rozpuszczalnych w mieszaninie alkoholowo-benzenowej.

4.7.2. Przyrządy

- Aparat ekstrakcyjny Soxhleta z normalnym szlifem 45x29, o pojemności użytkowej 150 ml.
- Kolba kulista z dnem płaskim z normalnym szlifem 29, o pojemności 250 ml.
- Kryta płytka grzejna lub łaźnia wodna albo piana.

4.7.3. Odczynniki

Alkohol etylowy ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) 96-procentowy cz.d.a. i benzen (C_6H_6) cz.d.a., mieszanina 1+2.

4.7.4. Wykonanie oznaczania. Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia. Odważyć próbkę o ciężarze $8 + 10$ G i umieścić w porowatej gilzie ekstrakcyjnej aparatu Soxhleta. Następnie do wysuszonej kolby aparatu Soxhleta należy wlać 250 ml mieszaniny alkoholowo-benzenowej oraz wrzucić kilka kawałków stłuczki porcelanowej

i zestawie aparat.

Kolbę aparatu ustawić na krytej płytce grzejnej lub na łaźni wodnej czy piaskowej i ogrzewać do uzyskania równomiernego wrzenia rozpuszczalnika. Szybkość ekstrakcji należy uregulować tak, żeby zapewnić 30 + 35 przelewów w ciągu 5 + 6 godz. Ekstrakcję można usnać za zakończoną, jeżeli ogólna objętość mieszaniny ekstrahującej, która przeszła przez próbkę produktu, wyniesie 4 + 5 l. Po skończonej ekstrakcji usunąć z aparatu badaną próbkę i oddestylować rozpuszczalnik z kolby do nasadki ekstrakcyjnej, w celu przepłukania jej. Pozostała w kolbie niewielką ilość rozpuszczalnika z rozpuszczonymi substancjami przesączyć ilościowo przez wyekstrahowany sącsek z bibuły do sączenia do wysuszonego i ważonego naczynia wagowego.

W przypadku oznaczania ekstraktu w obrocie międzynarodowym pozostały w kolbie rozpuszczalnik przesączyć przez szklany tygiel Schotta nr 3.

Sącsek lub tygiel Schotta przenieść dwu- lub trzykrotnie, stosując po 5 ml rozpuszczalnika, który należy dołączyć do przesącza.

Naczynie z zawartością umieścić na łaźni wodnej pod wyciągiem i odparować rozpuszczalnik. Pozostały po odparowaniu ekstrakt przenieść do suszarki, suszyć w temperaturze 105 ± 2°C przez 5 godz i zważyć z dokładnością do 0,001 g.

4.7.5. Obliczanie wyniku. Ilość ekstraktu alkoholowo-benzenowego ($E_{\text{alk-benz}}$) obliczyć w procentach wg wzoru

$$E_{\text{alk-benz}} = \frac{c \cdot 100 \cdot 100}{n \cdot S}$$

w którym:

- c - ciężar wysuszonego ekstraktu, g,
- n - ciężar próbki, g,
- S - zawartość suchej substancji w próbce, %.

4.7.6. Różnica między wynikami oznaczeń. Różnica między dwoma równoległymi oznaczeniami nie powinna przekraczać 0,0%.
4.7.7. Wynik ostateczny. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników obliczonych zgodnie z 4.7.5 i 4.7.6 i podać z dokładnością do 0,01%.

4.8. Metoda oznaczania zawartości ligniny

4.8.1. Zasada oznaczania polega na przeprowadzeniu za pomocą mieszaniny stężonych kwasów związków towarzyszących ligninie w rozpuszczalne cukry proste, a następnie wagowym określeniu zawartości ligniny w stosunku do suchej substancji.

4.8.2. Przyrządy

- a) Termostat lub łaźnia wodna z termoregulacją.
- b) Pompa próżniowa.
- c) Aparat Soxhleta.
- d) Szklany sprzęt laboratoryjny.
- e) Sączi ilościowe z bibuły do sączenia bezpopiołowej, wolnofiltrującej.
- f) Tygle IG2 i IG3, tygle Goocha.
- g) Tygiel porcelanowy z dnem porowatym.

4.8.3. Odczynniki i roztwory

- a) Alkohol etylowy (C_2H_5OH) 96-procentowy cz.d.a. i benzen (C_6H_6) cz.d.a., mieszanina 1+2.
- b) Chlorek sodowy ($NaCl$) cz.d.a., roztwór wodny zawierający 0,5 g w 1 l.
- c) Oranż metylowy cz.d.a., 0,5-procentowy roztwór wodny.
- d) Mieszanina kwasów: 6 części wagowych 75-procentowego roztworu kwasu siarkowego (H_2SO_4) cz.d.a. i 1 część wagowa 89-procentowego roztworu kwasu metafosforowego (HPO_3)

cz.d.a. W celu otrzymania 89-procentowego roztworu kwasu metafosforowego należy kwas handlowy o stężeniu 76 + 78% odparować w zlewce aż do uzyskania kwasu o gęstości 1,75 + 1,80. W zagęszczonym kwasie sprawdzić zawartość kwasu metafosforowego metodą wagową.

e) Azbest (oczyszczony).

f) Naftalen (bez pozostałości).

g) Kwas cytrynowy ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$).

h) ortofosforan dwusodowy ($Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$).

i) Roztwór buforowy według Mek-Ilvena, składający się z 56 ml roztworu A i 44 ml roztworu B:

roztwór A - 0,2n ortofosforan dwusodowy $Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$ (1,163 G/l),

roztwór B - 0,1n kwas cytrynowy $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ (21,01 G/l).

k) Poduszka naftalenowa sporządzona w następujący sposób: 25 G naftalenu rozpuścić w 500 ml alkoholu etylowego ogrzewając na łaźni wodnej w temperaturze 40°C. Roztwór przesączyć przez bibułę do sączenia, po czym do przesączu dodać 50 ml wody destylowanej w celu wytrącenia naftalenu. Następnie pobrać 20 + 25 ml zawiesiny i przesączyć przez porowaty tygiel wysuszony do stałego ciężaru.

Włączyć próżnię i przemywać wodą destylowaną do momentu uzyskania przezroczystego przesączu.

4.8.4. Wykonanie oznaczenia. Należy wykonać co najmniej 2 równoległe oznaczenia. Próbkę o ciężarze 8 + 10 G umieścić w nasadce aparatu Soxhleta i ekstrahować w ciągu 6 godz mieszaniną alkoholu etylowego i benzenu (1+2). Wyekstrahowaną próbkę wysuszyć w powietrzu, po czym umieścić w szklanym słoju z doszlifowanym korkiem. Następnie odważyć 1 G wyekstrahowanego surowca z dokładnością do 0,0002 G i umieścić w zlewce o pojemności 600 ml, po czym zalać 15 ml mieszaniny kwasów, zmywając nią ścianki zlewki w celu spłukania przyklepionych do ścianek włókien.

Zlewkę z zawartością umieścić w termostacie o temperaturze 35 ± 2°C.

Zawartość zlewki należy przemieszać co 5 min.

Po upływie 45 min od chwili dodania mieszaniny kwasów zawartość zlewki rozcieńczyć 400 ml wody destylowanej i zagotować. Po upływie 15 min od chwili zagotowania przerwać ogrzewanie, a po upływie dalszych 10 min zawartość zlewki przesączyć.

W przypadku oznaczania w obrocie krajowym do sączenia należy używać sączków ilościowych, uprzednio wysuszonych i ważonych, natomiast w przypadku oznaczania w obrocie międzynarodowym należy używać:

a) Tygli Schotta nr 3 o stałym ciężarze,

b) Tygli Schotta nr 2 z poduszką naftalenową,

c) Tygli Goocha, o stałym ciężarze z poduszką azbestową,

d) Tygli porcelanowych z dnem porowatym, o stałym ciężarze.

W przypadku oznaczania zawartości popiołu w ligninie w obrocie międzynarodowym zaleca się korzystanie ze sposobów wyszczególnionych w poz. c) i d).

Pozostały na sączku lub tygli osad należy przemyć gorącym roztworem soli kuchennej do zaniku reakcji kwaśnej wobec oranżu metylowego. W przypadku ligniny trudno odrywającej się od kwasów należy osad zalać 2 + 3 razy roztworem buforowym o pH = 5,4, po czym przemyć gorącym roztworem soli kuchennej aż do pełnego usunięcia kwasów. Sączek lub tygiel z osadem należy wysuszyć w temperaturze 103 ± 2°C do stałego ciężaru, a następnie spopielić i wyprażyć w temperaturze 750 ± 50°C do stałego ciężaru, tj. do momentu gdy różnica między dwoma kolejnymi ważeniami nie będzie przekraczała 0,001 G.

4.8.5. Obliczanie wyniku. Zawartość ligniny (L) obliczyć w procentach wg wzoru

$$L = \frac{(a - a_s) + (b - c)}{n \cdot S} \cdot 10000$$

w którym:

- a - ciężar sączka z osadem po spopieleniu, G,
- a_s - ciężar sączka wysuszonego, użytego do sączenia, G,
- b - ciężar wymytych części sączka, G,
- c - ciężar popiołu uzyskanego po wyprażeniu, G,
- n - ciężar próbki, G,
- S - zawartość substancji suchej w próbce, %.

4.8.6. Różnica między wynikami oznaczeń. Różnica między dwoma równoległymi oznaczaniami nie powinna przekraczać 0,2%.

4.8.7. Wynik ostateczny. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników obliczonych zgodnie z 4.8.5 i 4.8.6 i podać z dokładnością do 0,01%.

4.9. Metoda oznaczania zawartości celulozy

4.9.1. Zasada oznaczania polega na rozpuszczeniu ligniny oraz innych substancji towarzyszących celulozie za pomocą mieszaniny nitrującej, a następnie wagowym określeniu ilości uzyskanej celulozy w odniesieniu do suchej substancji.

4.9.2. Przyrządy

- a) Termostat z regulacją temperatury.
- b) Tygiel do sączenia z dnem piankowym GZ.
- c) Łaźnia wodna.
- d) Szklany sprzęt laboratoryjny.

4.9.3. Odczynniki i roztwory

a) Mieszanina nitrująca o składzie: 5 ml kwasu azotowego (HNO_3) stężonego cz.d.a. i 20 ml alkoholu etylowego ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) 96-procentowego cz.d.a. Kolbę, w której sporządza się mieszaninę nitrującą, należy silnie chłodzić. Alkohol należy dodawać powoli do kwasu azotowego.

b) Orant metylowy cz.d.a., 0,1-procentowy roztwór wodny.

4.9.4. Wykonanie oznaczania. Należy wykonać co najmniej 2 równoległe oznaczania. Odczążyć $1,0 \pm 0,001$ G surowca i umieścić w kolbie stożkowej pojemności 100 ml, po czym próbkę zalać uprzednio przygotowanym 25 ml mieszaniny nitrującej i umieścić na godzinę na łaźni wodnej pod chłodnicą zwrotną utrzymując temperaturę $90 \pm 2^\circ\text{C}$.

Po upływie tego czasu badaną próbkę ostrożnie zdekantować korzystając z uprzednio wysuszonego i wytarowanego tygla Schotta. Należy uważać, aby do tygla dostała się możliwie najmniejsza ilość drewna. Pozostałość w kolbie stożkowej po dekantacji zalać nową porcją 25 ml mieszaniny nitrującej i ponownie umieścić na łaźni wodnej o temperaturze $90 \pm 2^\circ\text{C}$. Po upływie godziny ponownie oddzielić drewno od mieszaniny nitrującej przez dekantację, zalać próbkę 50 ml gorącej wody destylowanej i pozostawić na 30 min na łaźni wodnej utrzymując temperaturę wrzenia.

Po ukończonym procesie nitrowania próbkę należy ilościowo przenieść do tygla z dnem piankowym i przemyć gorącą wodą do zaniku reakcji kwaśnej wobec orantu metylowego.

Tygiel wraz z osadem wysuszyć w temperaturze $103 \pm 2^\circ\text{C}$ do stałego ciężaru.

W przypadku gdy wymagane jest oznaczanie resztek ligniny zawartej w celulozie po nitrowaniu wysuszony do stałego ciężaru osad uzyskany z dwóch równoległych oznaczeń należy przenieść ostrożnie do naczynka wagowego i wstawić na 15 min do suszarki o temperaturze $103 \pm 2^\circ\text{C}$. Następnie osad przenieść do ekshykatora i ostudzić.

Z tak przygotowanej próbki sporządzić odważkę i oznaczyć zawartość ligniny zgodnie z 4.8.

4.9.5. Obliczanie wyniku. Zawartość celulozy (C), obliczyć w procentach wg wzoru

$$C = \frac{(a - b) \cdot 100 \cdot 100}{n \cdot S} - d$$

w którym:

- a - ciężar tygla z osadem po wysuszeniu, G,
- b - ciężar tygla bez osadu po wysuszeniu, G,
- n - odważka próbki w stanie powietrzno-suchym, G,
- S - zawartość substancji suchej w próbce, %,
- d - zawartość ligniny, %.

4.9.6. Różnica między wynikami oznaczeń. Różnica między dwoma równoległymi oznaczaniami nie powinna przekraczać 0,1%.

4.9.7. Wynik ostateczny. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników obliczonych zgodnie z 4.9.5 i 4.9.6 i podać z dokładnością do 0,01%.

4.10. Metoda oznaczania zawartości pentozanów

4.10.1. Zasada oznaczania polega na hydrolitycznym rozpadzie pentozanów pod wpływem 13-procentowego roztworu kwasu solnego. Otrzymane w ten sposób pentozy ulegają dalszemu odwadnianiu i dają lotny z parami kwasu solnego furfural, który oznacza się ilościowo.

Powstały furfural oznacza się miareczkowo, utleniając go mieszaniną bromku-bromianu do kwasu furanokarboksylowego. Nadmiar mieszaniny utleniającej odmiareczkuje się za pomocą mianowanego roztworu tiosiarczanu sodowego.

4.10.2. Przyrządy

- a) Łaźnia olejowa.
- b) Kolba destylacyjna kulista 500 ml.
- c) Termometr rtęciowy o zakresie skali 0 + 200°C.
- d) Wkraplacz 100 ml.
- e) Chłodnica Liebiga.
- f) Zbiornik pomocniczy 50 ml.
- g) Zamknięcie hydrauliczne.
- h) Kolba stożkowa 500 ml.
- i) Odbieralnik - cylinder pomiarowy pojemności 50 ml.

4.10.3. Odczynniki i roztwory

a) Bromek-bromian potasowy ($KBr-KBrO_3$) cz.d.a. 0,02n, roztwór sporządzony z 4 G bromku potasowego i 0,5568 G bromianu potasowego, rozpuszczonych w 1 l wody destylowanej.

- b) Chlorek sodowy (NaCl) cz.d.a. krystaliczny.
- c) Jodek potasowy (KJ) cz.d.a. krystaliczny.
- d) Kwas solny (HCl) cz.d.a. roztwór 13 ± 0,15-procentowy.
- e) Skrobia rozpuszczalna, cz.d.a., roztwór 0,2-procentowy.
- f) Tiosiarczan sodowy ($Na_2S_2O_3$) cz.d.a., roztwór 0,02n.

4.10.4. Wykonanie oznaczenia

4.10.4.1. Destylacja furfuralu. Należy wykonać co najmniej 2 równoległe oznaczenia. Odważyć z dokładnością do 0,001 G taką ilość półproduktu, aby destylat zawierał 0,1 + 0,175 G furfuralu. Odważkę przenieść do kolby destylacyjnej pojemności 500 ml, na której dnie umieszczono kapilary szklane i około 2 G parafiny. Następnie do kolby

wlać 100 ml 13-procentowego roztworu kwasu solnego, po czym kolbę zamknąć korkiem igielitowym z wkraplaczem wewnątrz, umieścić w łaźni olejowej i połączyć z chłodnicą. Szybkość destylacji należy tak wyregulować, aby w ciągu 15 min można było zebrać 25 ml destylatu. Za każdym razem po otrzymaniu 25 ml destylatu zmienić odbieralnik, uzyskany destylat przenieść do kolby pomiarowej pojemności 500 ml, a do kolby destylacyjnej dodać z wkraplacza 25 ml 13-procentowego roztworu kwasu solnego. Należy zebrać 300 ml pierwszego destylatu, po czym zawartość kolby pomiarowej uzupełnić do 500 ml 13-procentowym roztworem kwasu solnego. Następnie odmierzyć pipetą 100 ml pierwszego destylatu i przenieść do kolby destylacyjnej pojemności 500 ml, dodać około 20 g chlorku sodowego, podłączając kolbę do zestawu i ponownie destylować z taką szybkością, by w ciągu 15 min przechodziło do odbieralnika 25 ml destylatu. Za każdym razem po oddestylowaniu 25 ml destylatu dodać z wkraplacza do kolby destylacyjnej 25 ml 13-procentowego roztworu kwasu solnego. Należy zebrać 100 ml drugiego destylatu do kolby pomiarowej pojemności 100 ml.

4.10.4.2. Wykonanie oznaczenia wstępnego. W celu ustalenia ilości destylatu, jaką należy pobrać do oznaczania właściwego, należy pipetą odmierzyć 25 ml pierwszego destylatu wg 4.10.4.1 i umieścić w słoiku z doszlifowanym korkiem. Do słoika z destylatem wlać 200 ml wody i 15 ml 0,02n roztworu bromku-bromianu potasowego, po czym słoik umieścić w ciemnym miejscu. Po upływie 2 min dodać do słoika około 150 mg kryształicznego jodku potasowego. Po rozpuszczeniu jodku potasowego wydzielony jod natychmiast odsiarczkować za pomocą 0,02n roztworu tiosiarczanu sodowego wobec roztworu skrobi jako wskaźnika.

Pobrana do oznaczania ilość destylatu jest wówczas właściwa, jeśli na zmiareczkowanie nadmiaru roztworu bromku-bromianu potasowego zużywa się 10 + 15 ml 0,02n roztworu tiosiarczanu sodowego. W przypadku gdy zużyta objętość tiosiarczanu sodowego jest większa niż 15 ml, do oznaczania należy pobrać 50 ml destylatu.

Natomiast w przypadku gdy zużyta objętość tiosiarczanu sodowego jest mniejsza niż 10 ml, to do oznaczania pobrać 10 ml destylatu.

4.10.4.3. Wykonanie oznaczenia właściwego. Do wykonania oznaczenia właściwego należy pobrać drugi destylat wg 4.10.4.1 w ilości ustalonej w oznaczaniu wstępnym wg 4.10.4.2. Oznaczenie właściwe wykonać zgodnie z opisem podanym w 4.10.4.2.

4.10.4.4. Wykonanie ślepej próby. Do wykonania ślepej próby należy pobrać zamiast destylatu - 13-procentowego roztworu kwasu solnego w takiej samej ilości, w jakiej pobrano destylat do wykonania oznaczania właściwego. Ślepą próbę wykonać zgodnie z 4.10.4.2.

4.10.5. Obliczanie wyniku

4.10.5.1. Obliczanie zawartości furfurułu. Zawartość furfurułu (F) obliczyć w procentach wg wzoru

$$F = \frac{(a-b) \cdot 5 \cdot 950}{c \cdot n \cdot S}$$

w którym:

- a - objętość 0,02n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do zmiareczkowania ślepej próby, ml,¹⁾
- b - objętość 0,02n roztworu tiosiarczanu sodowego zużytego do zmiareczkowania w oznaczaniu właściwym, ml,
- c - objętość destylatu pobranego do oznaczania, ml,
- n - ciężar próbki (odwaga), g,
- S - zawartość substancji suchej w próbce, %.

¹⁾ 1 ml 0,02n tiosiarczanu sodowego odpowiada 0,00096 g furfurułu.

4.10.5.2. Obliczanie zawartości pentozanów. Zawartość pentozanów (P) obliczyć w procentach wg wzoru

$$P = F \cdot 1,375$$

w którym F - zawartość furfuru wg 4.10.5.1, %.

4.10.6. Różnica między wynikami oznaczeń. Różnica między dwoma równoległymi oznaczeniami nie powinna przekraczać 1%.

4.10.7. Wynik ostateczny. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników obliczonych zgodnie z 4.10.5 i 4.10.6 i podać z dokładnością do 0,2%.

4.11. Metoda oznaczania zawartości popiołu

4.11.1. Zasada oznaczania polega na wagowym określeniu zawartości popiołu otrzymanego przez spalenie, a następnie wyprażenie próbki w określonej temperaturze.

4.11.2. Przyrządy

- Tygle lub parownice porcelanowe albo platynowe.
- Elektryczny piec mufowy z termoregulacją.

4.11.3. Wykonanie oznaczania. Należy wykonać dwa równoległe oznaczenia. Wielkość pobranej próbki uzależniona od zawartości popiołu w surowcu powinna być zgodna z tabl. 5.

Tablica 5

Zawartość popiołu w surowcu, %	Wielkość próbki mg
0,2 + 0,5	10
0,51 + 1,0	5
1,1 + 5,0	3
5,1 + 7,0	1

Do wyprażonej do stałego ciężaru, wytarowanej parownicy odważyć z dokładnością do 0,001 G surowca. Odważkę spalić w parownicy nad niskim płomieniem palnika gazowego do całkowitego zwęglenia próbki, tak aby nie powstały straty popiołu. Następnie parownicę z zawartością umieścić w piecu mufowym i prażyć - w przypadku obrotu krajowego w temperaturze $575 \pm 25^{\circ}\text{C}$, w przypadku obrotu międzynarodowego w temperaturze $800 \pm 50^{\circ}\text{C}$ w ciągu 3 godz do stałego ciężaru.

Po wyprażeniu ostudzić parownicę w ciągu 30 min w ekzykatorze i zważyć. Następnie tygiel należy ponownie prażyć w ciągu 30 min, po czym ostudzić w ekzykatorze i zważyć. Ciężar należy przyjąć za stały wówczas, gdy różnica między dwoma kolejnymi ważeniami nie będzie większa niż 0,0005 G.

4.11.4. Obliczanie wyniku. Zawartość popiołu (P) obliczyć w procentach wg wzoru

$$P = \frac{a \cdot 100}{n \cdot S} \cdot 100$$

w którym:

- a - ciężar popiołu, G,
- n - odważka surowca, G,
- S - zawartość substancji suchej, %.

4.11.5. Różnica między wynikami oznaczeń. Różnica między dwoma równoległymi oznaczeniami nie powinna przekraczać:

- w przypadku roślin jednorocznych 0,1%,
- w przypadku zrębków i drewna 0,05%.

4.11.6. Wynik ostateczny. Za wynik ostateczny należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników obliczonych zgodnie z 4.11.4 i 4.11.5 i podać z dokładnością do 0,1% w przypadku roślin jednorocznych i 0,01% w przypadku drewna.

4.12. Metoda oznaczania krzemionki

4.12.1. Zakres zastosowania normy. Do oznaczania zawartości krzemionki należy stosować 2 metody:

- a) metoda I - zgodna z PN-62/P-50105 rozdz. 5 - przeznaczona do obrotu krajowego,
- b) metoda II - niżej opisana - przeznaczona do obrotu międzynarodowego.

4.12.2. Zasada oznaczania polega na przeprowadzeniu kwasu krzemowego wchodzącego w skład popiołu w krzemionkę (SiO_2), a następnie wydzieleniu go przez odparowanie z kwasem fluorowodorowym.

4.12.3. Aparatura i przyrządy

- a) Łaźnia wodna,
- b) Piec elektryczny z termoregulacją.
- c) Suszarka z termoregulacją.
- d) Szklany sprzęt laboratoryjny.
- e) Tygiel platynowy.

4.12.4. Odczynniki i roztwory

- a) Kwas solny (HCl), cz.d.a. roztwór 1-procentowy.
- b) Kwas solny (HCl), cz.d.a. roztwór 24-procentowy.
- c) Kwas solny (HCl), cz.d.a. roztwór 37-procentowy.
- d) Kwas siarkowy (H_2SO_4) cz.d.a. (1,84).
- e) Kwas fluorowodorowy (HF) cz.d.a.

4.12.5. Wykonanie oznaczania. Należy wykonać, co najmniej dwa równoległe oznaczania. Wyprażony osad pozostały z oznaczania wg 4.11 zwilżyć w tygliku 37-procentowym roztworem kwasu solnego, a następnie odparować na łaźni wodnej. Odparowany osad zwilżyć ponownie 24-procentowym roztworem kwasu solnego i odparować. Czynnność tę powtórzyć jeszcze raz. Po ostatnim odparowaniu na łaźni wodnej zawartość tygla suszyć w temperaturze $110 \pm 5^\circ\text{C}$ w ciągu 1 godz. Po tym czasie wyjąć tygiel z suszarki, ostudzić, dodać 2 ml 24-procentowego roztworu kwasu solnego. Całość przykryć naklejką negarkową i pozostawić na około pół godziny.

Następnie zawartość tygla przenieść ilościowo do siewki, dodać 20 ml gorącej wody i całość umieścić na 15 min na łaźni wodnej, po czym osad przesączyć przez sączek ilościowy. Zlewkę dokładnie wypłukać 500 ml 1-procentowego wrzącego roztworu kwasu solnego i całość także przesączyć. Sączek wraz z osadem umieścić w tygliku platynowym i wysuszyć w temperaturze $103 \pm 2^\circ\text{C}$. Następnie sączek spalić i pozostałość wyprażyć w temperaturze $1050 \pm 50^\circ\text{C}$ do stałego ciężaru.

Wyprażoną pozostałość ostudzić po czym wodą destylowaną zwilżyć i dodać 2 + 3 krople kwasu siarkowego (1,84) i 1 + 2 ml kwasu fluorowodorowego.

Całość ogrzewać do momentu, aż przestaną wydzielać się kwas fluorowodorowy i kwas siarkowy.

Następnie zawartość tygla spalić w ciągu 5 + 10 min i wyprażyć w piecu elektrycznym w temperaturze $1050 \pm 50^\circ\text{C}$ do stałego ciężaru.

4.12.6. Obliczanie wyniku. Zawartość krzemionki (SiO_2), obliczyć w procentach wg wzoru

$$\text{SiO}_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_3}$$

w którym:

m_1 - ciężar pozostałości po obróbce kwasem solnym, G,

m_2 - ciężar pozostałości po obróbce kwasem fluorowodorowym, G,

m_3 - ciężar popiołu przeznaczanego do oznaczania, G.

Zawartość krzemionki (SiO_2) w odniesieniu do bezwzględnie suchej próbki, obliczyć w procentach wg wzoru

$$\text{SiO}_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 10000}{m(100 - W)}$$

w którym:

m - odważka produktu przeznaczona do oznaczania, G,

W - zawartość wilgoci w popiele przeznaczonym do oznaczania, %.

Pozostałe symbole jak w 4.12.6.

4.12.7. Różnica między wynikami oznaczeń. Różnica między dwoma równoległymi oznaczaniami nie powinny przekraczać 0,5%.

4.12.8. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników obliczonych zgodnie z 4.12.6 i 4.12.7 i podać z dokładnością do 0,1%.

4.13. Metoda oznaczania holocelulozy

4.13.1. Zasada oznaczania polega na wyodrębnieniu holocelulozy zawartej w surowcu przez traktowanie go chlorynem sodowym w obecności lodowatego kwasu octowego.

4.13.2. Przyrządy

a) Tygiel filtracyjny z dnem piankowym G1.

b) Łaźnia wodna z termoregulacją.

c) Szklany sprzęt laboratoryjny.

4.13.3. Odczynniki i roztwory

a) Chloryn sodowy (NaClO_2) cz.d.a.

b) Kwas octowy lodowaty (CH_3COOH) cz.d.a.

c) Aceton (CH_3)₂CO cz.d.a.

4.13.4. Wykonanie oznaczenia. Należy wykonać co najmniej dwa równoległe oznaczenia. Z uprzednio wyekstrahowanego wg PN-62/P-50097 surowca odważyć $5,0 \pm 0,0001$ G w przeliczeniu na substancję suchą. Odważoną próbkę umieścić w kolbie kulistej z dnem płaskim pojemności 250 ml, po czym dodać 100 ml wody destylowanej o temperaturze $75 \pm 80^\circ\text{C}$, 1,5 G chlorynu sodowego i 10 kropli lodowatego kwasu octowego. Zawartość kolby uzupełnić do objętości 160 ml wodą destylowaną o temperaturze $75 \pm 80^\circ\text{C}$. Następnie kolbę umieścić na łaźni wodnej o temperaturze $75 \pm 80^\circ\text{C}$ i zakryć kolbę stożkową odwróconą do góry dnem. Kolbę z zawartością ostrożnie wstrząsać co 15 min. Po godzinie ponownie dodać 10 kropli lodowatego kwasu octowego i 1,5 G chlorynu sodowego.

Całość wolno wymieszać i ogrzewać przez jedną godzinę na łaźni wodnej w temperaturze $75 \pm 80^\circ\text{C}$.

Czynność dodawania chlorynu i kwasu octowego powtórzyć wielokrotnie w zależności od rodzaju surowca zgodnie z tabl. 6.

Tablica 6

Rodzaj surowca	Liczba traktowań chlorynem sodowym
Drewno drzew iglastych	5
Drewno drzew liściastych	4
Rosliny jednoroczne	3

Po zakończeniu reakcji kolbę z zawartością ochłodzić do temperatury około 10°C na łaźni wodnej w ciągu 30 min.

Następnie zawartość kolby przesączyć przez oprzednio wysuszony i wytarowany tygiel

Schotta G1 i przemyć wodą destylowaną o temperaturze około 8°C. W celu usunięcia wody holocelulozę należy przemyć za pomocą około 50 ml acetonu, po czym tygiel z zawartością umieścić w suszarce próżniowej w temperaturze 50°C i suszyć do uzyskania stałego ciężaru.

W przypadku oznaczenia holocelulozy w roślinach jednorocznych należy określić w niej zawartość popiołu.

4.13.5. Obliczenie wyniku

4.13.5.1. Obliczanie holocelulozy w drewnie. Zawartość holocelulozy (H_d) w drewnie obliczyć w procentach wg wzoru

$$H_d = \frac{m_2 \cdot 100}{m_1 \cdot S} \cdot 100$$

w którym:

m_1 - ciężar wyekstrahowanego surowca, G,

m_2 - ciężar wysuszonej holocelulozy, G,

S - zawartość substancji suchej w wyekstrahowanej próbce, %.

4.13.5.2. Obliczanie holocelulozy w roślinach jednorocznych. Zawartość holocelulozy (H_j) w roślinach jednorocznych obliczyć w procentach wg wzoru

$$H_j = \frac{m_2 (100 - P) 100}{m_1 \cdot S}$$

w którym:

P - zawartość popiołu w holocelulozie, %.

Pozostałe symbole - jak w 4.13.5.1.

4.13.5. Różnica między wynikami oznaczeń. Różnica między dwoma równoległymi oznaczaniami nie powinna przekraczać 0,3%.

4.13.7. Wynik. Za wynik należy przyjąć średnią arytmetyczną wyników obliczonych zgodnie z 4.13.5 i 4.13.6 i podać z dokładnością do 0,1%.

4.14. Metoda oznaczania rozpuszczalności holocelulozy w 10- i 18-procentowym roztworze wodorotlenku sodowego. Oznaczanie należy wykonać zgodnie z PN-62/P-50098.

K O N I E C