

Prüfung von Papier, Pappe und Zellstoff

Bestimmung der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit von wäßrigen Auszügen

DIN
53 114

Testing of paper, board and pulp; determination of the specific electrical conductivity of aqueous extracts

Essais des papiers des cartons et des pâtes; détermination de la conductivité électrique spécifique des extraits aqueux

Zusammenhang mit Arbeiten der International Electrotechnical Commission (IEC), siehe Erläuterungen.

1 Zweck und Anwendungsbereich

Das Verfahren nach dieser Norm dient zur Bestimmung der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit σ_t , gemessen bei $t = 20^\circ\text{C}$ bzw. $t = 23^\circ\text{C}$, von wäßrigen Auszügen von Papier, Pappe und Zellstoff. Im besonderen wird das Verfahren im Bereich der Elektrotechnik angewendet.

2 Mitgeltende Normen

- DIN 12 111 Prüfung von Glas; Gießverfahren zur Prüfung der Wasserbeständigkeit von Glas als Werkstoff bei 98°C und Einteilung der Gläser in hydrolytische Klassen
- DIN 53 101 Prüfung von Papier und Pappe; Probenahme
- DIN 53 103 Prüfung von Papier und Pappe; Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes
- DIN 54 352 Prüfung von Zellstoff; Bestimmung des Trockengehaltes von Zellstoffproben

3 Begriff

Die spezifische elektrische Leitfähigkeit σ_t des wäßrigen Auszuges ist nach dieser Norm die Differenz zwischen dem gemessenen elektrischen Leitwert des wäßrigen Auszuges und dem gemessenen elektrischen Leitwert des für die Herstellung des Auszuges verwendeten Wassers, multipliziert mit der Zellenkonstanten, bei der Meßtemperatur 20°C bzw. 23°C .

4 Einheiten und Formelzeichen

Siehe auch DIN 1301 Teil 1, DIN 1304 und DIN 1357.

Die abgeleitete SI-Einheit des elektrischen Leitwertes G ist das Siemens (Einheitenzeichen: S), $1\text{ S} = 1\Omega^{-1}$

Die spezifische elektrische Leitfähigkeit σ wird in $\text{S} \cdot \text{m}^{-1}$ bzw. $\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ angegeben:

$$\text{S} \cdot \text{m}^{-1} = 10^{-2} \text{ S} \cdot \text{cm}^{-1}$$

5 Bezeichnung des Verfahrens

Die Prüfung nach dieser Norm führt z. B. die Bezeichnung

Prüfung DIN 53114 – 20 – 79

Benennung _____

DIN-Hauptnummer _____

Meßtemperatur in $^\circ\text{C}$ _____

Endziffern paar des Ausgabejahres der Norm _____

6 Geräte

Übliches Laboratoriumsgerät sowie zusätzlich

Analysenwaage, auf 0,1 mg ablesbar,

1-l-Meßkolben, z. B. Meßkolben DIN 12 664 – MS A 1000, aus Glas der hydrolytischen Klasse 1 nach DIN 12 111

100-ml-Pipette, z. B. nach DIN 12 690

1-l-Enghals-Standflaschen, z. B. Standflaschen DIN 12 036 – E 1000, farblos aus Glas der hydrolytischen Klasse 1 nach DIN 12 111

Rundkolben, z. B. nach DIN 12 347, aus Glas der hydrolytischen Klasse 1 nach DIN 12 111

elektrische Heizplatte

Ionenaustauschersäule handelsüblicher Bauart

Gasleitungsrohr mit Glasfritte

Natronkalkrohr

250-ml-Erlenmeyerkolben, z. B. Erlenmeyerkolben DIN 12 387 – E 250 ANS 29 aus Glas der hydrolytischen Klasse 1 nach DIN 12 111

Rückflußkühler, z. B. Liebigkühler nach DIN 12 576, aus Glas der hydrolytischen Klasse 1 nach DIN 12 111 mit Normschliff BNS 29/32

Thermostat zur Aufrechterhaltung einer Meßtemperatur von $(20 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ bzw. $(23 \pm 0,5)^\circ\text{C}$

Laboratoriums-Thermometer, Stabform, mit einem Ablesebereich von mindestens 10 bis 30°C und Skalenwert 0,1 K

Meßgerät (z. B. Meßbrücke) zur Bestimmung des Leitwertes G oder des elektrischen Widerstandes R oder der spezifischen elektrischen Leitfähigkeit σ von Elektrolyten; Meßfrequenz 800 bis 1000 Hz.

Leitfähigkeitsmeßzelle aus hochsilicathaltigem Glas mit platinieren Platinenelektroden.

7 Reagenzien

Reinstickstoff, in Stahlflasche komprimiert

Standard-Kaliumchloridlösungen: Es werden vier Standard-Kaliumchloridlösungen mit den Konzentrationen 0,1 M, 0,01 M, 0,002 M und 0,001 M hergestellt, wobei man entweder pulverförmiges oder feinkristallines, bei etwa 105°C 2 Stunden lang getrocknetes Kaliumchlorid des Reinheitsgrades „zur Analyse“ verwendet. Die beiden ersten Lösungen stellt man her, indem man 7,4555 g bzw. 0,7456 g Kaliumchlorid (an Luft gewogen) in Prüfwasser nach Abschnitt 8 löst und bei $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$ zu je 1 Liter auffüllt. Die 0,002 M bzw. 0,001 M Lösung stellt man kurz vor Gebrauch her, indem man 200 ml bzw. 100 ml der 0,01 M Kalium-

Fortsetzung Seite 2 bis 5
Erläuterungen Seite 5

Fachnormenausschuß Materialprüfung (FNМ) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

Normenausschuß Papier und Pappe (FNPa) im DIN



Documents

Document Sharing Hub

chloridlösung zu 1 Liter verdünnt. Die Lösungen werden in Enghals-Standardflaschen aufbewahrt. Platinierlösung, bestehend aus 3 g Hexachloroplatin(IV)-säure $\text{H}_2(\text{PtCl}_6) \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ und 0,02 g Blei(II)-acetat $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ in 10 ml Wasser

Ionenaustauscherharz, stark sauer

Ionenaustauscherharz, stark basisch

Äthanol, reinst

8 Prüfwasser

8.1 Anforderungen

Die spezifische elektrische Leitfähigkeit des Wassers darf im Temperaturbereich 18 bis 24 °C höchstens $2\ \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ betragen.

Anmerkung: Die Reinheit des zur Prüfung verwendeten Wassers hat entscheidenden Einfluß auf das Ergebnis der Messung. Der pH-Wert des Wassers muß zwischen 6,8 und 7,2 liegen und der Ausschluß von CO_2 der Luft gewährleistet sein, da schon bei kurzem Stehen an der Luft frisch gereinigtes Wasser CO_2 aufnimmt und der pH-Wert dadurch auf Werte von 5,7 bis 5,9 abfällt. In Polyäthylenflaschen unter Ausschluß von CO_2 aufbewahrt hält das Wasser lange Zeit den pH-Wert in den angegebenen Grenzen. Ist der pH-Wert durch CO_2 auf etwa 6,4 gesunken, so kann er durch kurzzeitiges Einleiten von Reinstickstoff wieder auf 7 gebracht werden.

8.2 Herstellung

Wasser von dieser Reinheit wird am einfachsten durch Ionenaustauschverfahren hergestellt, wobei die Ionenaustauschersäule mit einem Granulat, bestehend aus einer Mischung von handelsüblichen stark sauren und stark basischen Ionenaustauscherharzen im Volumenverhältnis 1 : 4 gefüllt wird.

Wird die Austauschersäule längere Zeit nicht benutzt, so hat sich in dem Standwasser ein pH-Wert eingestellt, der von 7,0 mitunter stark abweicht. Es ist in diesem Fall notwendig, eine ausreichende Menge Wasser als Vorlauf durch die Austauschersäule zu schicken, bis sich der geforderte pH-Wert wieder eingestellt hat. Der Austauscher soll stets mit Wasser bedeckt sein, um ein Austrocknen und damit den Verlust seiner Wirksamkeit zu verhindern.

Alternativ kann Prüfwasser wie folgt hergestellt werden: Destilliertes oder bidestilliertes Wasser wird etwa 15 Minuten lang im offenen Rundkolben erhitzt, bis etwa $\frac{1}{4}$ bis $\frac{1}{3}$ der Wassermenge verdampft ist. Man unterstützt das Verreiben von CO_2 durch etwa 10 Minuten langes Einleiten von Reinstickstoff, zweckmäßig mittels Glasfritte. Abgekühlt wird nach Aufsetzen eines Natronkalkrohres, um das Eindringen von CO_2 zu verhindern. Das Einleiten von Stickstoff setzt man zweckmäßig auch während des Abkühlens fort.

9 Probenahme und Probenvorbereitung

9.1 Für Papier und Pappe wird die Probenahme nach DIN 53101 durchgeführt. Von der Probenahme bis zur Durchführung der Prüfung müssen jegliche Verunreinigungen der Proben, des Wassers und der Prüfgefäße vermieden werden; insbesondere darf das Probematerial nicht mit den Händen angefaßt werden.

Aus den entnommenen Probestücken sind 5 mm breite Streifen möglichst diagonal auszuschneiden. Die Streifen werden zu Schnitzeln von 5 mm $\times$ 5 mm geschnitten, gut durchgemischt und in trockenen, verschlossenen Flaschen aufbewahrt.

Preßspäne über 1 mm Dicke sind in Schichten von höchstens 1 mm Dicke aufzuspalten.

9.2 Für die Untersuchung von Zellstoff wird in Anlehnung an DIN 53101 eine Durchschnittsprobe entnommen.

Von luftgetrocknetem Zellstoff in Bogenform werden etwa 10 g in Stücke von etwa 5 mm Kantenlänge gerissen und wie im Abschnitt 9.1 beschrieben weiter behandelt.

Von feuchtem Zellstoff wird eine nach dem Trocknen etwa 10 g entsprechende Probemenge in quadratische Stücke von etwa 5 mm Kantenlänge gerissen.

9.3 Zum Einstellen des Feuchtigkeitsausgleiches wird die Probe mindestens 20 Minuten lang in der Atmosphäre der Umgebung der Waage konditioniert.

9.4 Von einem Teil der Probe ist mit einer getrennten Einwaage der Trockengehalt nach DIN 53103 bzw. DIN 54 352 zu bestimmen.

10 Vorbereitung der Prüfung

10.1 Platinieren der Platinelektroden

Zum Platinieren der Elektroden wird die Leitfähigkeitsmeßzelle in die Platinierungslösung eingetaucht und eine Gleichspannung von 4 Volt angelegt.

Die elektrische Stromstärke wird so geregelt, daß an den Elektroden eben eine schwache Gasentwicklung sichtbar wird. Dann wird umgepolt, so daß jede Elektrode für die gleiche Dauer des Platinierens Kathode ist. Nach dem Platinieren haben die Elektroden einen Überzug (Platinmohr) von tiefschwarzem, samtartigen Aussehen. Bланke Platinelektroden erfordern ein vorheriges Aufrauhern mit Sandpapier und eine Platinierungsdauer von 10 Minuten. Bereits platierte Elektroden sind zum Auffrischen nur 1 bis 2 Minuten lang zu platinieren.

Zum Entfernen der im Platinmohr absorbierten Reste der Platinierungslösung taucht man die gut abgespülten Elektroden in 2 bis 5%ige Schwefelsäure und schaltet beide Elektroden kathodisch gegen eine Platinanode. Es wird einige Minuten lang elektrolysiert und anschließend mit Prüfwasser gespült.

Zum Aufbewahren ist die Leitfähigkeitsmeßzelle mit den Platinelektroden mit Prüfwasser aufzufüllen, um stets ein vollständiges und gleichmäßiges Benetzen der Elektroden zu gewährleisten. Ungleichmäßige Benetzung kann durch Spülen mit Äthanol behoben werden. Der Platinmohr ist vor jeder sonstigen Berührung zu schützen.

10.2 Bestimmung der Zellenkonstante der Leitfähigkeitsmeßzelle

(siehe auch DIN 53 779 *)

Die Leitfähigkeitsmeßzelle mit den Elektroden wird mehrmals mit Prüfwasser und anschließend mit einer der nach Abschnitt 7 hergestellten Standard-Kaliumchloridlösung mehrmals gespült. Man mißt den elektrischen Widerstand R bzw. den elektrischen Leitwert G der mit Standardlösung gefüllten Leitfähigkeitsmeßzelle und wiederholt die Mes-

Tabelle 1. Spezifische elektrische Leitfähigkeit σ von Standard-Kaliumchloridlösungen

Molarität der KCl-Lösung $\text{mol} \cdot \text{l}^{-1}$	spezifische elektrische Leitfähigkeit σ in $\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$	
	bei 20 °C	bei 23 °C
0,1	$11,676 \cdot 10^{-3}$	$12,39 \cdot 10^{-3}$
0,01	$1,278 \cdot 10^{-3}$	$1,359 \cdot 10^{-3}$
0,002	$0,263 \cdot 10^{-3}$	$0,279 \cdot 10^{-3}$
0,001	$0,133 \cdot 10^{-3}$	

*) Z. Z. noch Entwurf