

Prüfung von Zellstoff

Bestimmung der Beständigkeit von Zellstoff gegen Natronlauge (Alkaliresistenz)

DIN
54 355

Testing of pulp; determination of the stability of pulp against sodium hydroxide solution (alkali resistance)

Essai des pâtes; détermination de la résistance des pâtes en présence d'hydroxyde de sodium (résistance à l'alcali)

Die vorliegende Norm wurde gegenüber der Ausgabe Juli 1968 auf die durch das „Gesetz über Einheiten im Meßwesen“ vom 2. Juli 1969 festgesetzten Einheiten umgestellt, ohne den sachlichen Inhalt zu ändern.

Über den Zusammenhang mit der von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen internationalen Norm ISO 699-1974 und dem Zellcheming-Merkblatt IV/39/66 siehe Erläuterungen.

In dieser Norm bedeuten % bei Angabe von Gehalten und Konzentrationen Masseanteile in Prozent (Gewichtsprozent).

1 Zweck und Anwendungsbereich

Nach dem in dieser Norm festgelegten Verfahren wird die Beständigkeit von Zellstoff gegen Natronlauge bestimmt. Konventionell wird diese Beständigkeit auch Alkaliresistenz genannt.

Das Verfahren ist auf alle Arten von Zellstoff anwendbar.

2 Begriff

Als Maß für die Alkaliresistenz R gilt der in Natronlauge unlösliche Anteil der Probe, ausgedrückt in % und bezogen auf das Trockengewicht der Probe nach DIN 54 352. Beträgt der Aschegehalt der Probe nach DIN 54 371 mehr als 0,1%, so gilt als Maß für R der in Natronlauge unlösliche aschefreie Anteil der Probe in %, bezogen auf das aschefreie Trockengewicht der Probe.

Das Kurzzeichen R ist mit Indizes zu versehen (z. B. R_{18} , R_{10} , R_5 oder allgemein R_c), die die Konzentration der bei der Prüfung benutzten Natronlauge in % NaOH kennzeichnen.

Als Konzentration der Natronlauge werden vorzugsweise 18% und 10% und als Prüftemperatur 20 °C gewählt.

A n m e r k u n g : 10%ige Natronlauge führt im allgemeinen zu den niedrigsten R -Werten. Bei Spezialzellstoffen zeigen sich jedoch gelegentlich Abweichungen. Falls die maximale Löslichkeit eines bisher nicht untersuchten Zellstoffes festgestellt werden soll, ist ein Löslichkeitsdiagramm auf Grund von Untersuchungen der Alkaliresistenz mit Natronlauge abgestufter Konzentrationen aufzustellen.

Mitunter kann es erwünscht sein, Zellstoffe bei einer anderen Temperatur als 20 °C, z. B. bei 10 °C, 0 °C oder -10 °C zu prüfen. In solchen Fällen soll auch die Prüftemperatur im Index von R angegeben werden, also z. B. $R_{10/-10}$ °C.

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Probe wird unter festgelegten Bedingungen in Natronlauge vereinbarter Konzentrationen und Temperaturen zerfasert. Der unlösliche Anteil wird abfiltriert, mit Natronlauge gleicher Konzentration und Temperatur wie beim Zerfasern ausgewaschen, mit Essigsäure angesäuert und danach mit Wasser gewaschen, getrocknet und gewogen. Beträgt der Aschegehalt der Probe mehr als 0,1%, so ist auch der Aschegehalt des unlöslichen Anteils nach DIN 54 371 zu bestimmen.

4 Geräte

Analysenwaage

250-ml-Becher aus alkalibeständigem Werkstoff, mit flachem Boden und passendem Uhrglas als Deckel

Rührstab von etwa 15 mm Durchmesser mit abgeflachten Enden aus alkalibeständigem, hartem Kunststoff

Konisches Filtriergerät mit Lochsiebboden, Fassungsvermögen 80 bis 100 ml, Höhe etwa 66 mm, Innendurchmesser oben 50 mm, unten 30 mm, aus alkalibeständigem Werkstoff

A n m e r k u n g : Als Filtriergerät sind auch Glasfilternutschen der Porenweite G 1 mit einem Nenninhalt von 125 ml geeignet, wenn darauf geachtet wird, daß sich die Fritten in einwandfreiem Zustand befinden.

Prüfsiebgewebe 0,3 nach DIN 4188 Teil 1 aus nicht-rostendem Stahl, zum Einlegen in das Filtriergerät kreisförmig geschnitten, mit einem Durchmesser von 29,5 mm und leicht verlötetem Rand

Thermostat, regelbar auf $(20 \pm 0,2)$ °C bzw. die für die Prüfung vereinbarte Temperatur, geeignet zur Aufnahme des Bechers, der Vorratsflasche für Natronlauge und der Saugflasche

Saugflasche von 0,5 oder 1 l Nenninhalt

Fortsetzung Seite 2 und 3
Erläuterungen Seite 4

Fachnormenausschuß Materialprüfung (FNM) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
Normenausschuß Papier und Pappe (FNPa) im DIN

Pinzette

Niedriges Wägegglas DIN 12 605 – 50 x 30

Exsikkator, z. B. nach DIN 12 491, mit Silicagel als Trocknungsmittel

Wärmeschrank nach DIN 50 011 Teil 1 regelbar auf $(105 \pm 2) ^\circ\text{C}$

5 Reagenzien

Natronlauge vereinbarter Konzentration, deren Carbonatgehalt unter 1 g/l liegt, zum Beispiel:

$18\% \pm 0,1\%$ NaOH bzw. $215,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ NaOH je Liter Lösung (Dichte $\rho_{20} = 1,1972 \text{ g/ml}$)

$10\% \pm 0,1\%$ NaOH bzw. $110,9 \text{ g} \pm 1,0 \text{ g}$ NaOH je Liter Lösung (Dichte $\rho_{20} = 1,1089 \text{ g/ml}$)

Zum Herstellen der Natronlauge werden 500 g Natriumhydroxid NaOH zur Analyse in 500 ml destilliertem Wasser gelöst. Natriumcarbonat-Beimischungen werden nach dem Absitzen durch Filtrieren entfernt. Die so vorbereitete Natronlauge wird in einer Polyäthylenflasche aufbewahrt, ebenso auch die durch Verdünnen mit kohlendioxidfreiem Wasser auf die gewünschte Konzentration gebrachten Lösungen. Die Konzentration wird titrimetrisch ermittelt und gegebenenfalls entsprechend korrigiert.

20%ige Essigsäure, Dichte $\rho_{20} = 1,026 \text{ g/ml}$

6 Probenahme und Probenvorbereitung

Lufttrockener Zellstoff in Blattform wird in quadratische Stücke von etwa 5 mm x 5 mm Kantenlänge zerteilt.

Falls der Zellstoff als Suspension vorliegt, wird das Wasser abgesaugt, wobei zu beachten ist, daß keine Faseranteile verlorengehen. Der Faserkuchen wird anschließend zwischen Filtrierpapier abgepreßt und bei Temperaturen bis $60 ^\circ\text{C}$ getrocknet. Falls der Zellstoff in Form feuchter Blätter oder Rollen vorliegt, wird er gleichfalls bei Temperaturen bis $60 ^\circ\text{C}$ getrocknet und danach die Probe in Stücke von etwa 5 mm x 5 mm zerteilt.

Bei schwierig zu zerfasernden Proben werden die Zellstoff-Blätter mit der Pinzette in der Blattebene aufgeteilt. Eine faserschädigende trockene oder nasse Vorzerkleinerung darf nicht angewendet werden.

Vor dem Einwägen ist die Probe mindestens 20 Minuten lang im Wägeraum zu klimatisieren.

7 Durchführung

7.1 Bestimmung des Trockengehaltes und der Asche

Die Ergebnisse nach dieser Norm sind auf Trockensubstanz und bei einem Aschegehalt von mehr als 0,1% auf aschefreie Trockensubstanz zu berechnen. Von der klimatisierten Probe sind mindestens je 2 Bestimmungen des Trockengehaltes T nach DIN 54 352 und der Asche nach DIN 54 371 durchzuführen.

7.2 Bestimmung der Alkaliresistenz

Es sind mindestens 2 voneinander unabhängige Bestimmungen durchzuführen.

Da die Temperatur während aller Operationen der Bestimmung möglichst konstant gehalten werden muß, ist dafür Sorge zu tragen, daß die Temperaturen im Arbeits- und Wägeraum nicht wesentlich von der vereinbarten Prüftemperatur abweichen.

Anmerkung: Beim Verwenden von 10%iger oder noch verdünnterer Natronlauge ist eine Reaktionstemperatur von $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ unbedingt einzuhalten, dagegen genügt bei 18%iger Natronlauge eine Temperaturkonstanz von $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$, da bei dieser Konzentration die Löslichkeit nicht sehr temperaturabhängig ist. Im weiteren Text dieser Norm wird auf diese größere Temperaturtoleranz nicht mehr ausdrücklich hingewiesen.

Etwa 2,5 g der Probe werden auf 0,001 g in den auf $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ temperierten Becher gewogen und mit 25 ml der gleichfalls auf $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ temperierten Natronlauge der vereinbarten Konzentration versetzt. Der Becher wird in den auf $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ eingestellten Thermostat gestellt, um die Probe 3 Minuten lang quellen zu lassen. Dann wird die Probe durch mindestens 3 Minuten langes Rühren und Stoßen mit dem Rührstab unter Einhalten von 2 Stößen je Sekunde vollständig zerfasert. Nach Zusatz von weiteren 25 ml Natronlauge der vereinbarten Konzentration wird gerührt, bis eine einheitliche Suspension entstanden ist, die anschließend mit 100 ml Natronlauge der vereinbarten Konzentration verdünnt wird. Das mit einem Uhrglas bedeckte Gefäß wird 60 Minuten lang, gerechnet von der ersten Zugabe von Natronlauge, im Thermostat stehengelassen.

Anmerkung: Bei schwer zerfaserbaren Proben, z. B. Strohzeilstoffen, ist es zweckmäßig, die Probe zum Quellen nur mit 15 bis 20 ml Natronlauge zu behandeln, um die Zerfaserung zu erleichtern. Die zweite Zugabe von Natronlauge ist dann entsprechend auf 35 bzw. 30 ml (insgesamt 50 ml) zu erhöhen. Die Menge des alkal unlöslichen Anteiles von Spezial-Zellstoffen wird von der Dauer der Behandlung mit Natronlauge beeinflusst. Meistens wird aber nach 60 Minuten langer Behandlungsdauer kein weiteres Ansteigen der Löslichkeit festgestellt. In besonderen Fällen der Untersuchung von Spezial-Zellstoffen, die eine mehr als 60 Minuten dauernde Behandlung mit Natronlauge erfordern, um die maximale Löslichkeit zu erreichen, ist es zweckmäßig, die „Grenzdauer“ zu bestimmen, über die hinaus keine weitere Erhöhung des unlöslichen Anteiles eintritt. Diese Dauer ist im Prüfbericht und im Index von R anzugeben, z. B. $R_{10/24 \text{ h}}$, wenn die Behandlung mit 10%iger Natronlauge 24 Stunden erfordert hat.

Nach Ablauf von 60 Minuten wird die Fasersuspension wieder aufgerührt und in das im Thermostat auf $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ temperierte Filtriergerät überführt, das auf die trockene Saugflasche aufgesetzt ist. Dann wird sofort abgesaugt. Beim Absaugen darf nur so lange Unterdruck angewendet werden, wie die Fasermasse mit Flüssigkeit bedeckt ist, um ein Einsaugen von Luft zu vermeiden. Das erste Filtrat wird zum Ausspülen des Bechers und Filtriergerätes wieder verwendet und nochmals durch den leicht angedrückten Faserkuchen filtriert, damit keine Faseranteile verlorengehen. Anschließend wird der Faserkuchen zweimal mit je 25 ml der auf $(20 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ temperierten Natronlauge der vereinbarten Konzentration gewaschen, wobei nur wenig Unterdruck angewendet werden darf, damit keine Luft in den Faserkuchen eindringen kann. Zum Abschluß wird ganz kurz scharf abgesaugt. Die Dauer des Filtrierens und des Waschens darf 20 Minuten nicht übersteigen. Der Faserkuchen wird besonders an den Kanten zusammengedrückt und mit 200 ml 20%iger Essigsäure überschichtet, so daß ein sofortiges Ansäuern der gesamten Fasermasse eintritt. Die Säure