
**Целлюлоза. Определение длины
волокна методом
автоматизированного оптического
анализа.**

Часть 2.
**Метод с использованием
неполяризованного света**

*Pulps -- Determination of fibre length by automated optical analysis --
Part 2: Unpolarized light method*

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d57e3700-a2cd-4034-a173-70712067363e/iso-16065-2-2007>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава



Ссылочный номер
ISO 16065-2:2007(R)

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на установку интегрированных шрифтов в компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованным для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16065-2:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d57e3700-a2cd-4034-a173-70712067363e/iso-16065-2-2007>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2007

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	1
4 Принцип	2
5 Аппаратура с вспомогательные материалы	2
6 Отбор проб	3
7 Подготовка пробы	3
8 Проведение испытания	4
9 Расчет и обработка результатов	5
10 Протокол испытания	8
Библиография	9

iteh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 16065-2:2007

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/d57e3700-a2cd-4034-a173-70712067363e/iso-16065-2-2007>

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) является всемирной федерацией национальных организаций по стандартизации (комитетов-членов ISO). Разработка международных стандартов обычно осуществляется техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в деятельности, для которой был создан технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные правительственные и неправительственные организации, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работах. ISO работает в тесном сотрудничестве с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Директивах ISO/IEC, Часть 2.

Основная задача технических комитетов состоит в подготовке международных стандартов. Проекты международных стандартов, одобренные техническими комитетами, рассылаются комитетам-членам на голосование. Их опубликование в качестве международных стандартов требует одобрения, по меньшей мере, 75 % комитетов-членов, принимающих участие в голосовании.

Следует иметь в виду, что некоторые элементы этого документа могут быть объектом патентных прав. ISO не должен нести ответственность за идентификацию какого-либо одного или всех патентных прав.

ISO 16065-2 был подготовлен Техническим комитетом ISO/TC 6, *Бумага, картон и целлюлоза*, подкомитетом SC 5, *Методы испытания и технические требования к качеству целлюлозы*.

ISO 16065 состоит из следующих частей, под общим названием *Целлюлоза — Определение длины волокна с помощью автоматического оптического анализа*:

— *Часть 1. Метод с использованием поляризованного света*

— *Часть 2. Метод с использованием неполяризованного света*

Целлюлоза. Определение длины волокна методом автоматизированного оптического анализа.

Часть 2.

Метод с использованием неполяризованного света

1 Область применения

Данная часть ISO 16065 устанавливает метод определения длины волокна с помощью автоматического оптического анализа, используя неполяризованный свет.

Этот метод применим ко всем типам целлюлозы. Однако, частицы волокон размером меньше 0,2 мм не считаются волокном применительно к данной части международного стандарта ISO 16065 и поэтому в результаты не включаются.

ПРИМЕЧАНИЕ ISO 16065-1 использует определение длины волокна с помощью поляризованного света.

2 Нормативные ссылки

Следующие ссылочные нормативные документы являются обязательными для применения настоящего документа. Для жестких ссылок применяется только цитируемое издание документа. Для плавающих ссылок необходимо использовать самое последнее издание нормативного ссылочного документа (включая любые изменения).

ISO 638, *Целлюлоза. Определение содержания сухого вещества*

ISO 4119, *Целлюлоза. Определение концентрации волокнистой массы*

ISO 5263-1, *Целлюлоза. Влажное измельчение в лабораторных условиях. Часть 1. Измельчение технической целлюлозы*

ISO 5263-2, *Целлюлоза. Влажное измельчение в лабораторных условиях. Часть 2. Измельчение древесной массы при 20 °C*

ISO 5263-3, *Целлюлоза. Влажное измельчение в лабораторных условиях. Часть 3. Измельчение древесной массы при температуре выше или равной 85 °C*

ISO 7213, *Целлюлоза. Отбор проб для испытания*

3 Термины и определения

Применительно к данному документу используются следующие термины и определения.

3.1

неполяризованный свет
unpolarized light

свет, состоящий из световых волн, плоскости вибрации которых ориентированы произвольно

3.2

средняя длина
mean length

L

общая длина всех подсчитанных волокон, деленная на их число

См. Формулу 3.

3.3

средневзвешенная длина (по длине)
length-weighted mean length

L_l

среднее от распределения длин волокон взвешенных по длине

См. Формулу 4.

3.4

средневзвешенная длина (по длине-длине)
length-length-weighted mean length

L_w

среднее от распределения длин волокон взвешенных по массе

См. формулу 5.

ПРИМЕЧАНИЕ Средняя длина, взвешенная по длине-длине, ранее называлась “средняя длина, взвешенная по массе”.

4 Принцип

Повешенные в воде волокна пропускают через измерительную ячейку, в которой измеряется длина отдельных волокон. Используют подходящий источник неполяризованного света, чтобы создать высококонтрастное изображение между волокнами и фоном. Рассчитывают численные значения и средние взвешенные значения длины волокон и распределение длин волокон целлюлозы.

5 Аппаратура с вспомогательные материалы

Требуется обычное лабораторное оборудование, а также следующее.

5.1 Анализатор длины волокна, состоящий из измерительной секции и системы перемещения образца. Измерительная секция состоит из измерительной ячейки, через которую протягивают волокна в воде. Имеется источник однородного неполяризованного света по одной стороне от ячейки и чувствительный детектор [например, камера прибора с зарядовой связью (CCD)] на той же самой или противоположной стороне от измерительной ячейки. Поток ориентирует волокна в глубину фокуса не толще чем 0,5 мм перпендикулярно течению образца. Течение образца можно остановить, когда камера CCD отснимет кадр. Детектор указывает длину волокна по изображению волокна. Анализатор должен иметь разрешение равное или лучше 100 мкм в диапазоне от 0 мм до 7 мм, и точность не менее 0,01 мм.

5.1.1 Измерительная система, сконструированная таким образом, чтобы пузырьки воздуха и не волокнистые частицы размером больше 0,2 мм не оказывали влияния на результат.

5.2 Дезинтегратор, в соответствии с ISO 5263-1, ISO 5263-2 или ISO 5263-3.

5.3 Поверочные волокна, изготовленные из вискозы с заданными длинами равными, например, 0,5 мм, 3,0 мм и 7,0 мм, с точностью до 0,01 мм. Такие волокна должен предоставлять изготовитель

анализатора, наряду со статистическими данными, показывающими среднюю длину и распределение длин каждого типа поперечного волокна.

5.4 Контрольная целлюлоза(стандартный образец целлюлозы)¹, подходит имеющаяся в продаже контрольная целлюлоза. Целлюлоза, для которой предварительно в соответствии с данной частью международного стандарта ISO 16065 было определено средневзвешенное значение длины (по длине).

ПРИМЕЧАНИЕ Можно также использовать целлюлозу, средневзвешенное значение длины которой определено самостоятельно (в лаборатории).

5.5 Вода для разбавления, не содержащая неволокнутого материала и пузырьков воздуха размером больше 5 мкм, и имеющая остаток при испарении меньше 50 мг/л. Неволокнистые частицы можно удалить из воды фильтрованием (размер пор фильтра 5 мкм), а пузырьки воздуха приложением вакуума, нагреванием и/или отстаиванием.

6 Отбор проб

Если испытание выполняется для оценки партии целлюлозы, пробы необходимо отбирать в соответствии с ISO 7213. Если испытание выполняется на пробе иного типа, необходимо сообщить источник пробы и, если возможно, используемый метод выборочного контроля.

От полученной пробы отбирают образцы для испытания, так чтобы они были репрезентативными для всей пробы.

7 Подготовка пробы (standards.iteh.ai)

7.1 Дезинтеграция

Если пробу получают в высушенной форме, то определяют содержание сухого вещества в соответствии с ISO 638. Если проба получена в виде влажной массы, определяют концентрацию волокнистой массы в соответствии с ISO 4119.

ПРИМЕЧАНИЕ Предпочтительно выполнять измерения на ни разу не подвергавшейся сушке целлюлозе без дезинтеграции, поскольку при избыточной дезинтеграции могут получиться мелкие обрывки волокон и уменьшится длина волокна в некоторых типах целлюлозы.

7.1.1 Пробы сухой целлюлозы

Если проба поступала в форме просушенной массы, испытываемые образцы перед замачиванием рвут на мелкие кусочки. Кусочки отрывают равномерно по полной толщине листа целлюлозы. Посредством визуальной оценки необходимо убедиться, что волокна тщательно разделены. Резать пробу не допускается, поскольку можно укоротить волокно. Замачивают образец согласно соответствующей части ISO 5263.

Дезинтегрируют образцы, если требуется (см. примечание к 7.1), используя аппаратуру, описанную в соответствующей части ISO 5263. Если используют дезинтегратор, описанный в соответствующей части ISO 5263, то такие параметры, как время замачивания, масса целлюлозы после сушки в печи, количество воды, использованное для дезинтеграции и количество оборотов, устанавливаются как в

1) Стандартные образцы целлюлозы можно приобрести, например, у поставщика прибора или в Национальном институте науки и технологии (National Institute of Science & Technology, Gaithersburg, MD, USA (NIST)). Стандартные образцы целлюлозы предоставляются в листовой форме. Эта информация дается только для удобства пользователей данного документа и не указывает на предпочтение, оказываемое ISO в отношении данного продукта.

соответствующей части ISO 5263. Используют воду для разбавления (5.5). В отношении устранения латентности древесной массы, необходимо следовать рекомендациям, приведенным в ISO 5263-3.

Для целлюлозы, содержащей пучки волокон [например, Канадская термомеханическая целлюлоза высокой садкости (TMP)], и химико-термомеханической древесной массы (СТМР), измерение длины волокна может оказаться затруднительным, поскольку пучки волокон могут закупорить проточную ячейку. Если такой засор произошел, то для удаления пучков волокон рекомендуется применять сортирование. Сортирование может ввести систематическую погрешность в результаты, поскольку при сортировании будут удалены пучки волокон, которые содержат преимущественно более длинные волокна. После сортирования необходимо убедиться, что волокна полностью разделены и диспергированы.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Очень длинные волокна (например, волокна конопли, хлопка, льна) могут потребовать применения специальных приемов подготовки пробы, если они настолько длинны, что часть волокон выступает из измерительного окна, или если они блокируют ориентационную ячейку.

7.1.2 Пробы влажной целлюлозы

Разбавляют до консистенции, требуемой для точных измерений по инструкциям, описанным в 7.2.

Пробы влажной целлюлозы могут содержать пучки волокон и, если происходит закупоривание, необходимо следовать инструкциям, представленным в 7.1.1.

7.2 Разбавление бумажной массы

Перемешивают и берут аликвоту от равномерно диспергированного образца, полученного в 7.1. Выполняют серийное разбавление до концентрации, рекомендуемой изготовителем измерительного прибора или до значения, определенного экспериментальным путем на диапазоне концентраций. При взятии пробы разведенную суспензию необходимо постоянно помешивать. Нельзя осуществлять перемешивание вращательным движением, поскольку тогда разведение пробы не будет гомогенным.

ПРИМЕЧАНИЕ Желаемая степень перемешивания достигается переливанием туда и обратно.

Рекомендуемая для использования массовая доля в данном методе составляет от 0,010 % до 0,025 % для целлюлозы из мягкой (хвойных пород) древесины, и от 0,004 % до 0,010 % для целлюлозы из твердой (лиственных пород) древесины. Смешанную бумажную массу рекомендуется обрабатывать как целлюлозу из твердой древесины. Чтобы получить точные измерения, суспензию необходимо разбавлять водой для разбавления (5.5).

8 Проведение испытания

8.1 Процедура измерения

Суспензию необходимо постоянно взбалтывать, чтобы обеспечить полное перемешивание. Берут образец для испытания объемом не менее 50 мл из непрерывно взбалтываемой разбавленной пробы. Испытание выполняют в соответствии с инструкциями изготовителя прибора. Минимальное число волокон для измерения должно быть таким, при котором средняя длина достигает устойчивой дисперсии 0,01 мм (т.е. измерение большего числа волокон не изменит значение средней длины более чем на 0,01 мм). Если прибор не представляет значений длины волокна непрерывно в процессе испытания, необходимо измерить не менее 5 000 волокон.

8.2 Верификация с помощью поверочных волокон

8.2.1 Общие положения

Проверяют рабочие характеристики анализатора регулярно и обязательно после очистки. Процедура верификации должна включать еженедельную проверку калибровки и ежемесячную проверку рабочих характеристик. Если анализатор используют нечасто, то поверку выполняют перед каждым применением.

8.2.2 Поверка прибора с помощью поверочных волокон

Выполняют поверку прибора, используя поверочные волокна (5.3).

При проверке регистрируют данные для не менее 5 000 волокон или пока коэффициент вариации не достигнет уровня 1 % (CV) на значении средней длины. Для каждой проверки готовят новую порцию поверочных волокон.

Используют только поверочные волокна, которые диспергированы в тот же самый день, в который выполняют поверку прибора, поскольку волокна вискозы имеют тенденцию к флокуляции.

Перемешивают суспензию волокон при отборе аликвоты из суспензии. Необходимо убедиться, что волокна не образуют пучков (хлопьев). Если образуют, поверку выполнять нельзя.

Очень важно постоянно взбалтывать суспензию целлюлозы, чтобы волокна не оседали.

Сравнивают полученные данные по длине волокон с данными, представленными для поверочных волокон изготовителем. Если результаты поверки выпадают за границы заданных допустимых пределов, систему чистят и проводят новую поверку. Если вновь полученные данные снова лежат вне допустимых пределов, следуют рекомендациям изготовителя анализатора.

8.2.3 Проверка рабочих характеристик прибора с помощью контрольной целлюлозы

Поверки будет недостаточно для получения полной картины функционирования анализатора. Проверяют рабочие характеристики анализатора ежемесячно, используя волокна контрольной целлюлозы (5.4).

Готовят и анализируют пробу контрольной целлюлозы в соответствии с методом, описанным в данной части ISO 16065. Сравнивают полученные данные с техническими условиями поставщика контрольной целлюлозы или с данными предыдущих проверок рабочих характеристик прибора, если используется приготовленная в лаборатории контрольная целлюлоза. Допустимые пределы для длины волокна целлюлозы равны $\pm 1,5$ %.

Если данные проверки лежат вне заданных допусков, анализатор очищают и выполняют новую поверку. Если и эта проверка дает выходящие за допустимые пределы данные, то необходимо связаться с изготовителем анализатора по вопросу технического обслуживания.

Необходимо убедиться, что имеется стандартный образец для проверки рабочих характеристик в будущем. Если стандартного образца не имеется, выбирают материал, подходящий для использования в качестве контрольной целлюлозы и определяют взвешенную длину его волокон (по длине), пользуясь данной частью ISO 16065, чтобы обеспечить основу для дальнейших сопоставлений.

9 Расчет и обработка результатов

9.1 Метод вычисления

Вычисляют количество волокон (n_i) в каждом классе длины l_i .

Для каждого класса частота по количеству (в процентах, f_i , рассчитывается по следующей формуле

$$f_i = \frac{n_i}{\sum n_i} \times 100 \quad (1)$$

а взвешенная по длине частота (в процентах), f'_i , рассчитывается по формуле

$$f'_i = \frac{n_i l_i}{\sum n_i l_i} \times 100 \quad (2)$$

где

- n_i количество волокон в i -том классе;
- l_i главная длина i -того класса, в миллиметрах;
- $\sum n_i$ общее количество волокон во всех классах;
- $\sum n_i l_i$ сумма произведений, $n_i \times l_i$, для всех классов.

9.2 Характеристические значения распределений

9.2.1 Длины

Следующие выражения используются для расчета требуемых количеств и средней длины волокна (можно рассчитать также другие количества для конкретных целей):

а) средняя длина волокон:

$$L = \frac{\sum n_i l_i}{\sum n_i} \quad (3)$$

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Численная средняя длина волокон не всегда является наиболее содержательным показателем длины волокон, ввиду того, что подчеркивается эффект коротких волокон. Более подходящим считается средневзвешенная длина волокна (по длине).

б) средневзвешенная длина волокон (по длине) (L_l):

$$L_l = \frac{\sum n_i l_i^2}{\sum n_i l_i} \quad (4)$$

в) средневзвешенная длина волокон (по длине-длине) (L_w):

$$L_w = \frac{\sum n_i l_i^3}{\sum n_i l_i^2} \quad (5)$$

ПРИМЕЧАНИЕ 2 При интерпретации средневзвешенной длины волокон (по длине) предполагается, что все волокна имеют идентичную крупность. При интерпретации средневзвешенной длины волокон (по длине-длине) предполагается, что крупность волокна пропорциональна его длине to the length. Эта пропорциональность не выдерживается для древесной массы и смесей различных типов целлюлозы..

9.2.2 Коэффициент вариации

Рассчитывают коэффициент вариации (%) по плотности распределения вероятности по следующей формуле

$$CV = \frac{s}{L} \times 100 \quad (6)$$