



中华人民共和国国家标准

GB/T 24994—2010

造纸湿部溶解电荷量的测定

Measurement of colloidal charge at paper machine wet end

2010-08-09 发布

2010-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会(SAC/TC 141)归口。

本标准起草单位：中国印钞造币总公司成都印钞公司、中国制浆造纸研究院、国家纸张质量监督检验中心。

本标准主要起草人：林莉、岳保民、邓知明、苏新宇、曾文卫。

造纸湿部溶解电荷量的测定

1 范围

本标准规定了用流动电位测定造纸湿部溶解电荷量的方法。

本标准适用于造纸水性溶液中溶解胶体物质的电荷量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 7977 纸、纸板和纸浆 水抽提液电导率的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

溶解电荷 dissolved charge

造纸系统中溶解的含有阳离子和阴离子官能团的聚合电解质的电荷基团,如木素、半纤维素、分散剂、施胶压榨胶料、淀粉、干强剂、湿强剂和助留剂。

3.2

流动电位 streaming potential

带电粒子流里的相反离子被分离或受到剪切所测得的电位,用 mV 表示。电位符号表明颗粒带正电荷(阳性电荷),还是带负电荷(阴性电荷)。

零电荷点表示样品中存在的所有电荷被中和。

3.3

总电荷 total charge

浆样配料中溶解的和悬浮的物质(如聚合电解质、纤维、细小纤维、填料、干扰物等)的电荷总和。

3.4

阳离子需要量和阴离子需要量 cationic demand and anionic demand

中和阳离子或阴离子电荷物质时,标准滴定液的需要量。

3.5

电化学当量 molecular weight of electrochemistry

1 mol 物质电解时参与电极反应的电子的摩尔数,用 eq 表示。

4 原理

带电胶体物质、高分子和悬浮颗粒在水溶液中吸附于固体表面可形成表面电荷和双电层,当其吸附在活塞和筒壁上并随活塞一起运动时,表面电荷与其双电层中正负离子分离产生相对流动,从而形成流动电流,并转化为流动电势信号显示出来。

使用一种带相反电荷的高分子电解质作为滴定液滴定试样,固体表面电荷不断被中和,吸附于活塞表面的胶体颗粒和高分子所形成的界面电荷不断减少,流动电流和流动电势随之降低,当颗粒和胶体电荷被完全中和时,流动电势降为零。根据滴定液消耗量即可计算溶解电荷量。

5 仪器和设备

常规的实验室仪器,以及

5.1 颗粒电荷测定仪(见图 1):主要部件包括一个带移动活塞的塑料测定室、发动机、内置电极和电子整流及放大元件。将带胶体物质、高分子和悬浮颗粒的水性溶液试样注入测定室,胶体状可溶解分子在范德华力的作用下吸附在活塞及测定室内壁的特氟隆塑料表面。平衡离子保持相对游离。活塞在发动机的驱动下位移,产生强烈液体流,将平衡离子与吸附的试样分离。在内置电极处,平衡离子感应产生流动电势。

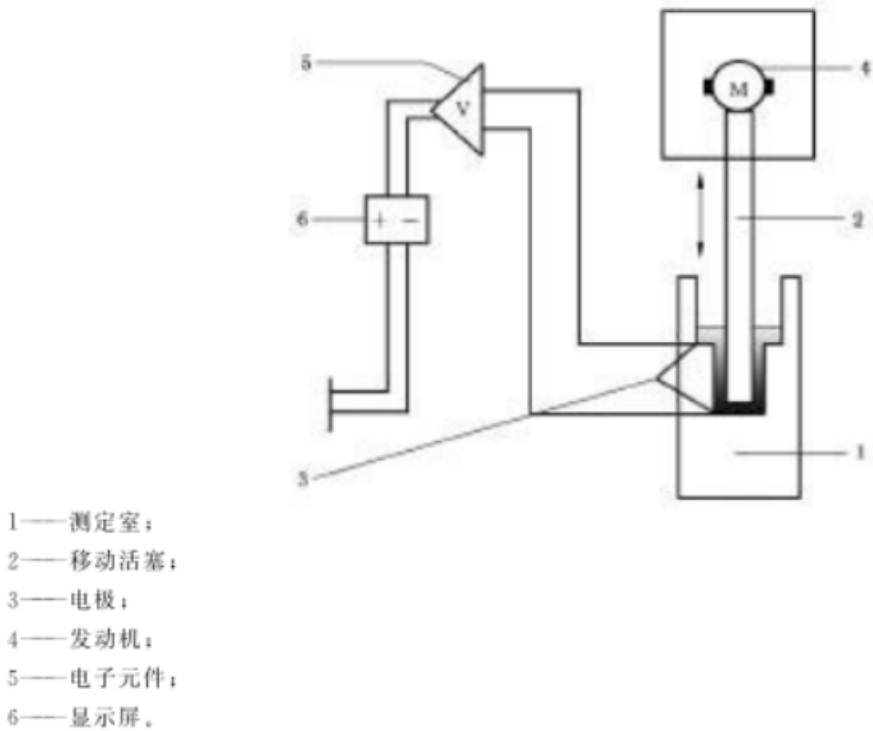


图 1 测量示意图

- 5.2 自动滴定仪,分辨率为 0.001 mL。
- 5.3 标准试样杯,500 mL。
- 5.4 移液管,2 mL~10 mL。
- 5.5 尼龙筛,200 目。
- 5.6 滴定管,25 mL。

6 试剂

- 6.1 聚二烯丙基二甲基氯化铵(聚-DADMAC)标准滴定液,0.001 N。
- 6.2 聚乙烯基磺酸钠(PES-Na)标准滴定液,0.001 N。

7 试样的制备

7.1 试样的技术要求

7.1.1 溶剂

- 7.1.1.1 试样应为水性溶液或分散在水中的溶液。如果需要,试样也可溶解在少量乙醇溶剂中,然后用去离子水或蒸馏水稀释。
- 7.1.1.2 如果采用溶剂进行测定,试验开始时应对所使用的溶剂进行空白滴定:将 10 mL 溶剂注入测定室,用标准滴定液滴定至零电荷点。试验实际滴定结果应扣除空白滴定值。

7.1.2 试样颗粒大小

如果试样溶液中固体颗粒能通过 200 目筛,则应使用标准活塞或精密活塞;如果试样溶液中固体颗粒不能通过 200 目筛,则应使用沟槽较深的特殊活塞。

7.1.3 试样的粘度

标准活塞适于测定粘度小于 300 mPa·s 的试样;粘度大于 300 mPa·s 的试样,应使用去离子水或蒸馏水稀释。滴定高粘度试样时,应选择较低的滴定速度。

7.1.4 滴定液分子量

用于滴定分析的高分子电解质滴定液的最小相对分子质量应约为 300 g/mol。若相对分子质量太小,不能保证其通过范德华力的作用吸附在测定室壁上,从而无法测定试样中的离子。

7.1.5 试样电导率

试样的电导率对流动电位的影响很大,电导率愈高,试样中的电阻愈低,流动电位下降愈大,但它对滴定结果不会产生影响。但当试样的电导率达到 20 mS/cm 时,流动电位会在正负电位间波动,导致滴定不能继续进行,或终点不能判定。在这种情况下,用去离子水或蒸馏水稀释试样可降低电导率。

7.2 试样的制备

用尼龙筛浸入试样溶液,分离长纤维以及大颗粒。分离时,应避免长纤维形成滤饼。用移液管吸走过筛后的上层清液(见图 2)备用。

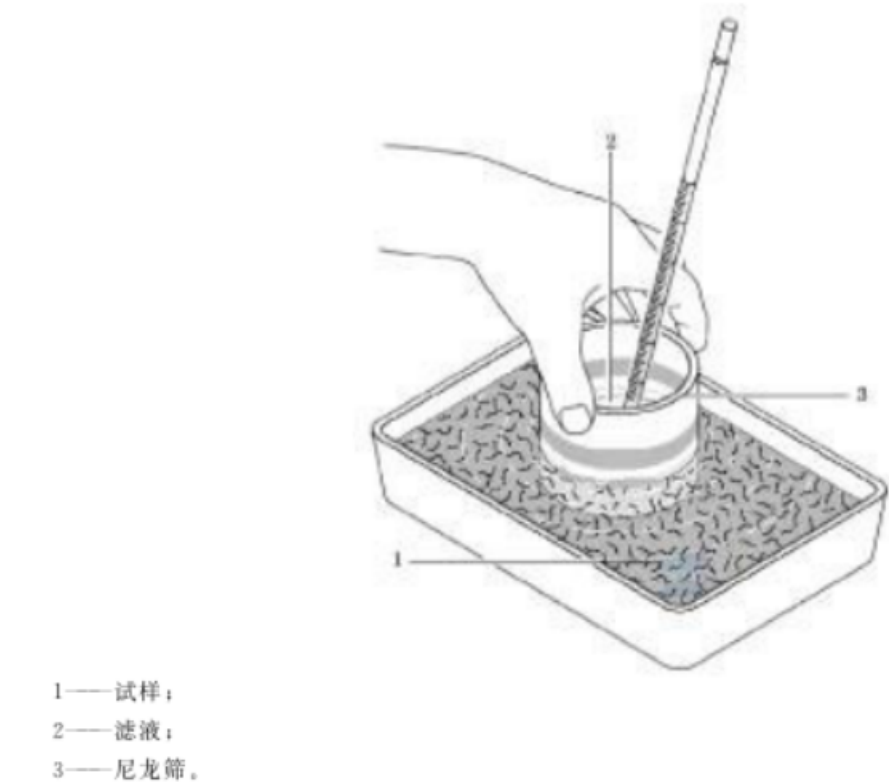


图 2 试样过筛分离示意图

8 试验步骤

用移液管准确吸取 10 mL 试样滤液,注入颗粒电荷测定仪的测定室。将标准活塞插入测定室,沿滑轨移动测定室靠进后面板至止位点,将电极面向后面板。向上推活塞,逆时针转动,让其锁定在锁销里。接通电源,启动发动机,待流动电位稳定后进行滴定试验。滴定操作可分为手动和自动两种。

8.1 手动滴定

使用移液管将标准滴定液逐滴加入到测定室,电荷测定仪显示流动电位为 0 mV 时,表明滴定达到零电荷点。通常情况下,开始时滴定速度应较快,接近终点时应放慢滴定速度。

8.2 自动滴定

8.2.1 打开自动滴定仪,通过屏幕显示的操作指令进行测定。

8.2.2 试验结束,关闭发动机,将活塞移出测定室。关闭颗粒电荷测定仪。

9 计算

9.1 电荷需求量 q 按式(1)计算:

$$q = \frac{V_1 \times N}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——消耗标准滴定液的体积,单位为升(L);

N ——标准滴定液浓度,单位为摩尔电子每升(eq/L);

V ——试样体积,单位为升(L);

q ——电荷需求量,单位为摩尔电子每升(eq/L)。

注:标准滴定液当量浓度也为高分子电解质电解时的电当量浓度(即 $1\text{ N}=1\text{ eq/L}$),计算电荷需求量时,采用摩尔电子当量浓度,单位为摩尔电子每升,用[eq/L]表示。

9.2 总电荷量

用法拉第常数 $F=96\,485\text{ C/eq}$ 乘以电荷需求量 $q[\text{eq/L}]$ 得到总电荷量 $Q[\text{C/L}]$ 。

9.3 结果表示

平行测定两次,取其算术平均值作为测定结果,应准确至小数点后一位,且两次测定结果的差值应不超过5%。

10 试验报告

试验报告应包括以下项目:

- a) 本国家标准编号;
- b) 完整鉴定样品的所有信息;
- c) 试验过程中观察到的任何异常现象;
- d) 所有偏离本标准并可能影响结果的任何操作。

附录 A
(规范性附录)
返滴定试验方法

A.1 试样的制备

测定含有大量长纤维及其他固体颗粒试样的总电荷时,由于固含量高、颗粒过大,不能在测定室里直接测定,可采用返滴定试样制备方法,其操作步骤如下:

取 20 mL 被测阴离子试样或阳离子试样,加入 0.001 N 的聚二烯丙基二甲基氯化铵标准滴定液(6.1)或聚乙烯基磺酸钠标准滴定液(6.2),使溶液总体积达到 100 mL。用磁力搅拌器搅拌混合试样约 2 h 后,过筛分离出混合物中的固体物。

搅拌期间,阳离子的聚二烯丙基二甲基氯化铵标准滴定液(6.1)或聚乙烯基磺酸钠标准滴定液(6.2)将中和试样中的所有阴离子或阳离子电荷。由于加入了过量的聚二烯丙基二甲基氯化铵标准滴定液(6.1)或聚乙烯基磺酸钠标准滴定液(6.2),所以在混合试样中留有残余的阳电荷或阴电荷。

A.2 试验步骤

分别吸取 10 mL 混合试样滤液和聚二烯丙基二甲基氯化铵标准滴定液(6.1)或聚乙烯基磺酸钠标准滴定液(6.2),按第 8 章试验步骤,用聚乙烯基磺酸钠标准滴定液(6.2)或聚二烯丙基二甲基氯化铵标准滴定液(6.1)进行滴定。

A.3 计算与结果表示

电荷量 Q 按式(A.1)计算:

$$Q = \frac{(V_2 - V_1) \times N}{V} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$V_2 - V_1$ ——标准聚-DADMAC 滴定液与反应过的聚-DADMAC 滴定液的电荷差,即试样中被中和的电荷量;

V_2 ——滴定聚-DADMAC 消耗 PES-Na 标准滴定液的体积,单位为升(L);

V_1 ——滴定试样消耗 PES-Na 标准滴定液(6.2)的体积,单位为升(L);

N ——标准滴定液电当量浓度,单位为摩尔电子每升(eq/L);

V ——用于滴定的原试样体积,单位为升(L)。

平行测定两次,取其算术平均值作为测定结果,应准确至小数点后一位,且两次测定结果的差值应不超过 5%。

www.bzxz.net

免费标准下载网