

CF14

Norma Venezolana COVENIN



438-90

Pulpas. Determinación del número kappa.

CDU 676.620

ISBN 980-06-0657-2

PROLOGO

Esta norma sustituye en su totalidad a la Norma Venezolana COVENIN 438-79 Método de ensayo para determinar el número Kappa en pulpas.

TRAMITE

COMITE CT19: PULPA, PAPEL Y CARTON
PRESIDENTE: DR. GUSTAVO LARRAZABAL
VICEPRESIDENTE: DR. DIEGO BOLAÑOS.
SECRETARIA: LIC. OMAIRA GUAITA.
SUBCOMITE CT19/SC2: METODOS DE ENSAYO Y ESPECIFICACIONES DE CALIDAD PARA PASTAS Y PULPAS.
COORDINADORA: LIC. OMAIRA GUAITA.

ASISTENTES

ENTIDAD	REPRESENTANTE
ASOCIACION VENEZOLANA DE PAPELERIAS Y AFINES (AVEPA)	DIEGO BOLAÑOS
VENEPAL	RAFAEL SANCHEZ CARLOS MARCANO
PAPELERA GUAICAIPURO	HILDA ABREU
PAPELERA ARAQUA	ANA VILLAQUIRAN
PAPELES MARACAY	RAFAEL ESCALONA
PAPELES FLAMINGO	RAMON OLARTE
MANUFACTURAS DE PAPEL (MANPA)	OSIRIS HERNANDEZ
EMCOSA	HUMBERTO VILLEGAS
DISCUSION PUBLICA:	
FECHA DE ENVIO: 29-03-90	
DURACION: 45 DIAS	
FECHA DE APROBACION POR EL COMITE: 28-06-90	
FECHA DE APROBACION POR LA COVENIN: 05-12-90	

1 NORMAS COVENIN A CONSULTAR

COVENIN 1101-89 Pulpas. Método de extracción de muestras.

COVENIN 1165-78 Pulpas. Método de ensayo para determinar la humedad.

2 OBJETO Y CAMPO DE APLICACION

1.1 Esta Norma Venezolana contempla el método de ensayo para determinar el número Kappa en pulpas. Este método puede ser utilizado para todos los tipos y grados de pulpas químicas, semiquímicas no blanqueadas y semiblanqueadas, obtenidas con eficiencias por debajo del 60%. También puede ser aplicado a pulpas obtenidas con una eficiencia por encima del 70%, siempre que la pulpa haya sido bien tamizada.

1.2 El número Kappa se utiliza para la determinación de la solidez relativa, blancura o el grado de deslignificación de pulpas.

3. DEFINICIONES

3.1 NUMERO KAPPA

Es la cantidad en mililitros, de una solución 0,1N de permanganato de potasio consumida por 1 g de pulpa libre de humedad bajo las condiciones especificadas en esta norma. Los resultados son corregidos al 50% del consumo del permanganato añadido.

4 EQUIPOS E INSTRUMENTOS

4.1 AGITADOR, del tipo hélice, fabricado de vidrio o de otro material no corrosivo (puede utilizarse un agitador magnético con una cubierta de plástico o de vidrio).

4.2 DESINTEGRADOR, tal como un mezclador de hélice, de alta velocidad. Este aparato debe desintegrar la pulpa completamente, produciendo un mínimo daño a las fibras.

NOTA: Se debe evitar el uso de desintegradores que puedan contaminar las muestras con grasas.

4.3 BAÑO DE TEMPERATURA CONSTANTE, capaz de mantener una temperatura de $(25,0 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ en el envase de reacción.

4.4 VASOS DE PRECIPITADO, de 250 ml y 2000 ml de capacidad, de vidrio o porcelana.

4.5 PIPETAS, de 100 ml de capacidad. Son especialmente convenientes las pipetas automáticas, para un gran número de determinaciones.

4.6 BURETA, de 50 ml de capacidad, con una graduación de 0,1 ml. Una bureta de 52 ml será más conveniente para la titulación de la mezcla de reacción en el ensayo en blanco.

4.7 EMBUDO BUCHNER

4.8. FRASCO DE FILTRADOS

4.9 DESECADOR, con capacidad para 2 ó 3 g de pulpa.

4.10 CILINDROS GRADUADOS, con capacidad de 25, 50 y 1000 ml.

5 REACTIVOS

5.1 SOLUCION DE PERMANGANATO DE POTASIO ($0,100 \pm 0,0005$)N.

5.2 SOLUCION DE TIOSULFATO DE SODIO ($0,200 \pm 0,0005$)N

5.3 SOLUCION DE IODURO DE POTASIO (1,0 N)

5.4 SOLUCION DE ACIDO SULFURICO (4,0N)

5.5 SOLUCION INDICADORA DE ALMIDON O THYODIN, AL 0,2%.

El Thyodin dá un agudo punto final y no está sujeta a deterioro.

6 MATERIAL A ENSAYAR

6.1 El material a ensayar consiste en muestras de pulpa, tomadas según la Norma Venezolana COVENIN 1101.

6.2 De las muestras obtenidas según 6.1, se preparan dos probetas de 3 ó 4 g $\pm$ 0,02 g de pulpa, secada al horno, con una exactitud de 0,005 g.

7 PROCEDIMIENTO

7.1 Se acondiciona la muestra antes del pesaje durante un mínimo de 20 min, en una atmósfera cercana al equilibrio.

7.2 Se pesa con una aproximación de 0,001 g, la probeta que se estime consumirá aproximadamente el 50% de la solución de permanganato de potasio. El consumo de permanganato debe estar entre el 30% y el 70% del total de

permanganato. Al mismo tiempo se pesa otra probeta y se determina su contenido de humedad de acuerdo a la Norma Venezolana COVENIN 1165.

7.3 Se introduce la probeta en el recipiente del desintegrador (4.2), se le añaden 500 ml o menos de agua destilada y se hace funcionar el aparato, hasta que no se observen grumos o bultos de fibra no dispersos.

7.4 Se transfiere la probeta desintegrada a un vaso de precipitado de 2000 ml y se enjuaga el aparato con suficiente agua destilada a una temperatura de $25 \pm 0,2^\circ\text{C}$, para dar un volumen total de 795 ml.

7.5 Se coloca el vaso de precipitado en un baño de temperatura constante, ajustado para que la temperatura de reacción sea de $25,0 \pm 0,2^\circ\text{C}$ durante toda la reacción. Se agita la suspensión, continúa y rápidamente, hasta producir un remolino de 25mm de profundidad, pero no lo bastante rápido para introducir aire dentro de la mezcla.

7.6 Se transfieren con una pipeta a un vaso de precipitado, $100,0 \pm 0,1$ ml de la solución de permanganato de potasio y 100 ml de la solución de ácido sulfúrico. Se lleva rápidamente la mezcla a 25°C y se le añade inmediatamente la probeta desintegrada, haciendo funcionar simultáneamente el cronómetro.

7.7 Se enjuaga el vaso de precipitado con 5 ml de agua destilada. Se añade el enjuague a la mezcla reaccionante obteniéndose un volumen total de 1000 ± 5 ml.

7.8 Se detiene la reacción exactamente a los 10,0 minutos de comenzada, añadiendo 20 ml de la solución de ioduro de potasio, medidos en un cilindro graduado.

7.9 Se titula el iodo libre, inmediatamente después del mezclado y sin filtrar las fibras, con la solución de tiosulfato de sodio, añadiendo unas pocas gotas de la solución indicadora de almidón casi al final de la reacción.

7.10 Se lleva a cabo una determinación en blanco, siendo exactamente el mismo método descrito en los puntos anteriores, pero omitiendo la pulpa.

8 EXPRESION DE RESULTADOS

8.1 CALCULO DEL NUMERO KAPPA.

El número Kappa se determina según las siguientes fórmulas:

$$K = \frac{P \times f}{w} \quad \text{y} \quad f = \frac{(b-a) N}{0,1}$$

Donde:

K : Número Kappa.

f: Factor de corrección al 50% del consumo de permanganato, dependiente del

- valor de P (ver tabla 1).
- w: Gramos de pulpa libre de humedad en la probeta.
- P: Mililitros de la solución 0,1N de permanganato realmente consumidos por la probeta.
- b: Mililitros de la solución de tiosulfato de sodio consumidos en la determinación en blanco.
- a: Mililitros de la solución de tiosulfato de sodio consumidos en el ensayo de la probeta.
- N: Normalidad de la solución de tiosulfato de sodio.

8.2 CORRECCION PARA LA TEMPERATURA DE REACCION

Cuando no se dispone de un baño de temperatura constante, se determina la temperatura cinco (5) minutos después de haber comenzado la reacción y se asume que esa temperatura es la temperatura promedio de reacción durante todo el ensayo. Si esta temperatura no es mayor de 30°C y no menor de 20°C, el número Kappa se corrige mediante la siguiente fórmula:

$$K = \frac{P \cdot f}{w} \quad 1 + 0,013 (25 - t)$$

donde:

K: Número Kappa

P: Mililitros de la solución 0,1N de permanganato, realmente consumidos por la probeta en el ensayo.

f: Factor de corrección a 50% del consumo de permanganato dependiente del valor de P (ver tabla 1).

w: gramos de pulpa libre de humedad en la probeta.

t: temperatura real de reacción, en grados centígrados.

9 PRECISION

9.1 REPETIBILIDAD

9.1.1 Para pulpas semi-blanqueadas la repetibilidad es alta, pero decrece con incrementos en el número Kappa y comienza a ser moderadamente constante para números Kappa superiores a 20.

9.1.2 Para pulpas semiblanqueadas con número Kappa menores de 20, el método tendrá una repetibilidad mínima de 0,2 del número Kappa. La repetibilidad decrece sistemáticamente desde 13% para números Kappa menores de 2, a 2,3% para números Kappa entre 10 y 20.

El promedio de repetibilidad es de 3,8% número Kappa entre 2,5 y 20.

9.1.3 Para pulpas no blanqueadas con número Kappa mayores a 20, la repetibilidad varía en una forma no sistemática entre 8,9 y 1,5%. El promedio de repetibilidad es 1,2% para números Kappa entre 20 y 190.

10 INFORME

El informe del ensayo deberá contener la siguiente información:

10.1 Norma Venezolana COVENIN 438.

10.2 Tipo de pulpa ensayada.

10.3 Identificación del lote.

10.4 Número de Kappa, con una aproximación de 0,1 si tiene un valor menor a 100, si es mayor de 100, se reporta aproximándolo al número entero más cercano.

10.5 Observaciones.

BIBLIOGRAFIA

TAPPI 236 CM - 85 Kappa Number of Pulps.
(Technical Association for the Pulp and Paper Industry).

ANEXO

1. VOLATILIZACION DE IODO

Se ha encontrado que la volatilización de iodo es una variable importante en la determinación del número Kappa. El tiempo entre la reacción y la subsecuente titulación debe ser tan corto como sea posible.

La determinación en blanco debe duplicar exactamente el ensayo hecho a la probeta (omitiendo la pulpa, por supuesto).

2. RELACION CON LA LIGNINA

El número de Kappa guarda una relación lineal con la lignina y el número de cloro para pulpas, por debajo del 70% del rendimiento total de la pulpa. El porcentaje de lignina Klason es igual a $K \times 0,15$.

3. ENVEJECIMIENTO

La pulpa hecha recientemente consume un poco más de permanganato que el consumido por pulpas preparadas muchos días o meses antes. El cambio es bastante rápido inmediatamente después que la pulpa es hecha, pero alcanza una etapa de relativa estabilidad 2 ó 3 días después.



COMISION VENEZOLANA DE NORMAS INDUSTRIALES
MINISTERIO DE FOMENTO

Av. Andrés Bello Edif. Torre Fondo Común Piso 11

CARACAS

publicación de:

IMPRESO EN EL TALLER DE COVENIN

