

Исследование бумаг и материалов.

Методы определения древесной массы в бумаге.

Dr. Ing. Johannes TEICHER, „Zell. u. Pap.“, № 6, 1924.

Для определения содержания древесной массы в бумаге известны три способа—микроскопический, колориметрический и аналитический.

Микроскопическое исследование дает приблизительные данные о количестве находящихся в бумаге различного рода волокон; при этом требуется продолжительная практика для приобретения известного навыка в определении с достаточной степенью точности % содержания древесной массы в бумаге.

Преимущество микроскопического исследования заключается в том, что оно дает возможность также судить о характере размола древесной массы (жирный или тощий), хорошо ли раз'едены волокна, имеется ли много пучков и т. д.

Для лучшего отличия различного рода волокон друг от друга применяют при микроскопическом исследовании различные реактивы, как, например, раствор иода в иодистом калие, или хлор-цинк-иод, или, при определении количества одеревеневших волокон, употребляют специальные реактивы, которые дают с лигнином реакцию; из последних наиболее употребительны: солянокислый раствор флороглюцина, сернокислый анилин и диметил-пара-фенилен-диамин (реактив Wurster'a).

Окрашивающее действие этих реактивов дало возможность применить их также для, так называемого, колориметрического способа определения содержания древесной массы в бумаге, заключающегося в том, что интенсивность окраски исследуемого образца бумаги от действия одного из этих реактивов сравнивают с окраской ряда образцов, содержание древесной массы в которых известно.

В продаже имеются специальные цветные таблицы, с помощью которых путем сравнения определяют содержание древесной массы в бумаге. Этот способ применим, однако, только для исследования бумаг с незначительным содержанием древесной массы (до 10%). При более высоком содержании одеревенелых волокон, получается настолько интенсивная окраска, что от этого метода приходится отказаться. По мнению Herzberg'a¹⁾, источниками ошибки могут также

¹⁾ Herzberg. „Papierprüfung“.

служить: различная толщина бумаги, содержание наполняющих веществ, а также различная окрашивающая способность древесной массы в зависимости от сорта.

Что касается способа количественного определения содержания древесной массы в бумаге аналитическим путем, то попытки в этом отношении делались уже давно. Так, А. Müller²⁾ пробовал применять аммиачный раствор окиси меди (реактив Швейцера), в котором целлюлоза растворяется и остающийся остаток (одеревенелые волокна) взвешивается. Однако, опыт показал, что и древесная масса частично растворяется в этом реактиве, поэтому необходимо вводить некоторый коэффициент поправки, и способ становится, таким образом, неточным.

С подобным затруднением встретились Godeffroy и Coulon³⁾ при обработке образцов бумаги хлорным золотом.

Benedikt и Vamberger⁴⁾ пытались определить количество древесной массы при помощи метильного числа. Путем нагревания бумаги с водистым водородом из находящейся в лигнине метоксильной группы отщепляется метил и образуется летучий иодистый метил, который связывается серебром и взвешивается. Затем вычисляют метильное число, по величине кот. можно судить о количестве лигнина, а также и о количестве древесной массы. К сожалению, исследование требует довольно сложной аппаратуры; кроме того, присутствие в бумаге наполняющих веществ отражается на результате анализа.

Значительного успеха при количественном определении древесной массы достигли Cross, Bevan и Briggs⁵⁾. Они применили раствор 5 гр. флороглюцина в литре разбавленной соляной кислоты. Лигнин обладает способностью адсорбировать флороглюцин; бумага, содержащая древесную массу, поглощает большее или меньшее количество флороглюцина в зависимости от количества древесной массы. Путем титрования раствором формалина остающегося в растворе флороглюцина, судят о содержании древесной массы в бумаге. Этот способ имеет тот недостаток, что адсорбция протекает очень медленно (12 часов). Сокращение продолжительности адсорбции ведет к ошибочным результатам.

Kotibhasker⁶⁾ описывает метод определения древесной массы при помощи пара-нитроанилина, заменяющего флороглюцин.

Jacques Croland⁷⁾ применил способ адсорбции для бумаг, содержащих не более двух различных родов волокон. Он смешивал одну часть бумаги с фенолом, другую с ароматическим основанием и определял адсорбированные количества титрованием.

¹⁾ „Die Bestimmung des Holzschliffs im Papier“. Dr. A. Müller.

²⁾ Mitt. des. Technologischen Gewerbemuseumes in Wien, 1888 u. 1899.

³⁾ Monatshefte für Chemie. (1894).

⁴⁾ Chemiker-Zeitung „1907 u.“ Papier-Zeitung, 1907.

⁵⁾ Papier-Fabrikant 1921, s. 490.

⁶⁾ Papier-Fabrikant 1924, s. 184 и „Бум. Пром.“ 1923 № 5.

Получаемые суммы адсорбций различными волокнами дают возможность путем решения двух уравнений с двумя неизвестными определить количественно состав по волокну.

В последнее время для быстрого определения содержания лигнина в целлюлозе был разработан способ, в котором мерилом содержания лигнина служит скорость протекания реакции.

Так Sieber ¹⁾ ²⁾ разработал способ, основанный на том, что при действии в течение определенного времени одинакового количества раствора хлорной извести с определенным содержанием хлора и щелочи на различные сорта целлюлозы, активного хлора расходуется тем более, чем больше лигнина содержит исследуемая целлюлоза.

Вместо раствора хлорной извести и хлора, при исследовании целлюлозы можно употреблять подкисленный раствор марганцево-кислого калия ³⁾.

Этот метод, впервые примененный при своих опытах Vjarne Johsen'ом ⁴⁾, был более подробно разработан Helmer Roschier'ом ⁵⁾. Последний заключается в том, что определенным количеством перманганата калия действуют на определенное количество целлюлозы и наблюдают за скоростью реакции, т.-е. определяют точно время в секундах, необходимое для полного расхода перманганата калия, что определяется по исчезновению красной окраски раствора. Практически способ этот ведется так: 2 гр. тонко измельченной целлюлозы смешивают в стакане с 80 куб. см. 1/100 н раствора марганцево-кислого калия и подкисляют 1,6 куб. см. 1/1 н раствора серной кислоты. Температура при этом должна поддерживаться в 20°C.

Так, определено, что для исчезновения окраски требуется: для легко отбеливающейся целлюлозы 70, для целлюлозы средней жесткости — 35 — 50 и для очень жесткой — 25 секунд. Этот способ, без сомнения, не отличается большой точностью, но имеет следующие выгоды: техническая простота анализа, быстрота определения и дешевизна.

Принимая во внимание указанные выгоды этого способа, последний можно применить для количественного определения содержания древесной массы в бумаге. Определение производится так: 1 гр. мелко измельченной исследуемой бумаги помещается в колбу Эрленмейера, емкостью в 300 куб. см., и приливают смесь 10 куб. см. соляной кислоты (уд. веса—1,19) с 90 куб. см. дистиллированной воды, с которой бумагу помещивают в течение 2-х минут. Затем приливают быстро 15 куб. см 1/10 н раствора марганцево-кислого калия и определяют время, необходимое для исчезновения окраски.

¹⁾ Ueber die Bestimmung des Aufschlussgrades von Sulfitzellstoffen. Zellstoffchem. Abhandlungen, Heft III, 1920, Schwalbe-Sieber. etriebskontrolle. 2. Aufl. s. 272.

²⁾ Zellstoff u. Papier. 1922, s. 27 ff.

³⁾ Papier-Fabrikant, 1910, s. 863 ff.

⁴⁾ Z. u. P. 1922, s. 258.

⁵⁾ Z. u. P. 1922, № 8.

Необходимо при этом наблюдать за тем, чтобы температура поддерживалось одинаковой (20°). При исследовании бумаг, не содержащих каолина, по указанному способу получились следующие результаты:

Древесной массы в %%	Целлюлозы в %%	Исчезновение окраски в секун- дах.
100	0	60
80	20	72
75	25	74
70	30	76
60	40	82
50	50	88
40	60	95
30	70	100
20	80	108
0	100	120

Графическое изображение этой таблицы (диаграмма 1) представляет прямую линию и указывает на (прямую) пропорциональность между скоростью реакции и содержанием древесной массы.

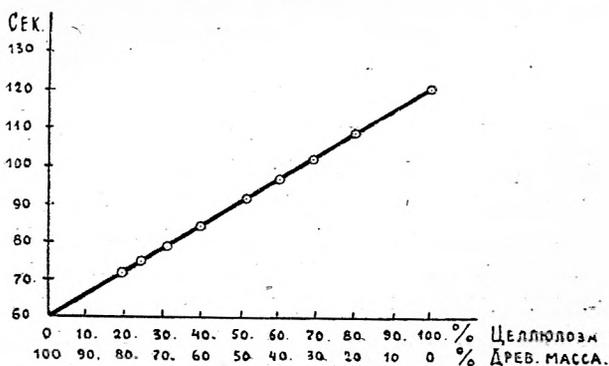


Диаграмма 1.

При исследовании сильно клееных бумаг для облегчения проникновения раствора перманганата в бумагу, необходимо удалить из бумаги смолу. Для этого образец исследуемой бумаги предварительно обрабатывается эфиром.

При исследовании по указанному способу необходимо принимать во внимание содержание золы в бумаге.

Определяя золу, соответственно увеличивают навеску бумаги для опыта при определении древесной массы. Для быстрой ориентировки, полученные результаты приведены в следующей таблице:

Содержание золы в %%	Навеска, необходимая для опыта.
5	1,054 гр.
10	1,111 "
15	1,177 "
20	1,250 "
25	1,330 "
30	1,429 "
35	1,539 "

Промежуточные числа навесок для чисел содержания золы, не помещенных в таблице, легко определяются при помощи диаграммы 2.

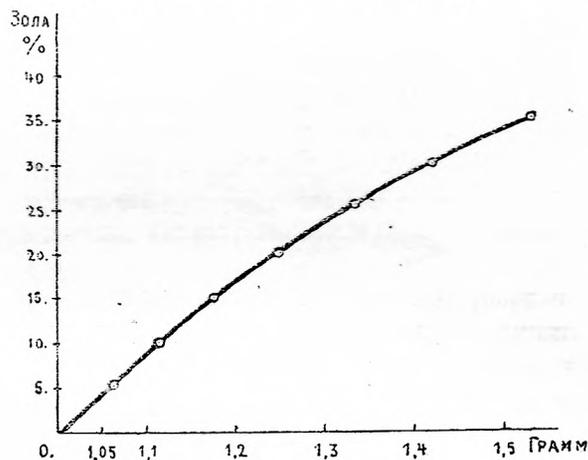


Диаграмма 2.

Исследованные бумаги содержали целлюлозу средней жесткости, т.-е. такую, которая идет на производство газетной и средних сортов печатной бумаги; содержание лигнина в ней — 2,4%. При дальнейших опытах выяснилось, что при целлюлозе с содержанием лигнина в 1% вышеприведенные данные несколько изменяются. Время исчезновения окраски в последнем случае увеличивается. Метод этот особенно применим для исследования газетных или средних сортов печатной бумаги, т.-е. таких бумаг, при которых колориметрический способ (при помощи флороглюцина) неприменим. С помощью этого способа можно быстро определить, отвечает ли по содержанию древесной массы вырабатываемая бумага приложенному к заказу образцу. В таком случае производят одновременно два опыта и наблюдают, совпадает ли время исчезновения окраски в обоих образцах.

М.Е.