

Практические указания для определения медного числа целлюлозы по методу Schandroch'a.

Проверка изложенного выше метода Schandroch'a, производившаяся на Гос. Бум. Исп. Станции сотрудникой З. И. Кардаковой, показала достаточную согласованность результатов определения медного числа по этому методу с основным способом Швальбе.

Представляется целесообразным отметить некоторые видоизменения и уточнения приемов работы, которые были введены на Станции.

1. Нагревание колбы производится на песчаной бане, при чем достигается спокойное и равномерное кипение.

2. Фелингов раствор, состоящий, как известно, из раствора $CuSO_4$ и щёлочного раствора сегнетовой соли, пред вливанием в колбу с целлюлозой в момент закипания воды, должен быть предварительно нагрет до кипения; отдельно нагреваются 50 куб. см $CuSO_4$ и 50 куб. см сегнетовой соли, смешиваемые перед самым вливанием в колбу.

3. Для того чтобы колба при быстром охлаждении не треснула, рекомендуется предварительно прибавить в нее 200—300 куб. см холодной дистиллированной воды.

4. Для определения содержания меди фильтруется не часть раствора, а сразу все содержимое колбы. Отдельные пробы для определения берутся из всего фильтрата.

5. Испытуемая целлюлоза измельчается на терке. Навеска берется при помощи бумажного патрона по разности взвешенного патрона с целлюлозой и пустого.

Приводим также описание способа приготовления фелингова раствора:

а) 69,3 г трижды перекристаллизованного $CuSO_4$ растворяются в 1 литре дистиллированной воды. Полученный раствор фильтруется через полотняный фильтр.

б) 346 г $C_4H_4O_6KNa$ (сегнетова соль) и 100 г $NaOH$ растворяются в 1000 куб. см дистиллированной воды. Раствор или отстаивается, или быстро фильтруется через тигель Гуча с асбестом.

Я. Хинчин.

Реакция флороглюцина на сульфитную целлюлозу, недостаточно освобожденную от инкрустирующих веществ.
(Сообщение Государственного Института по испытанию материалов в Берлин-Далеме).

Поводом к приведенным ниже исследованиям послужило следующее. Был исследован образец желтовато-серой обложечной бумаги, в котором нужно было определить содержание древесной массы. Предварительно, для удаления краски, этот образец был обработан 1% раствором едкого натра, после чего он был промыт.

При последующей обработке фтороглюцином и соляной кислотой получилось столь сильное красное окрашивание, что на основании этого можно было сделать заключение о содержании в данной бумаге свыше 20% древесной массы. Между тем микроскопическое исследование этой бумаги обнаружило в ней только следы древесной массы.

Можно было предположить, что в данном случае причиной окрашивания явился остаток может быть не вполне удаленной краски (метаниловая желтая). Но при смачивании образца после удаления краски одной только концентрированной соляной кислотой красного окрашивания не получилось.

Пришлось, поэтому, искать причину сильно окрашивающего действия фтороглюцина в качестве целлюлозы, из которой была изготовлена бумага.

Институту удалось получить образчик этой целлюлозы. Оказалось, что это была небеленая сульфитная целлюлоза, не вполне освобожденная от инкрустирующих веществ, которая при действии фтороглюцина и соляной кислоты дала очень слабое окрашивание. Это окрашивание, однако, значительно увеличилось после кипячения с едким натром. То же самое получилось после обработки этой целлюлозы холодным раствором едкого натра после кипячения с водой или сильного нагрева в сухом виде, при чем достаточно даже было для этого держать целлюлозу около 1 минуты над пламенем горелки Бунзена.

В виду вышеизложенного были произведены планомерные испытания большого количества образцов целлюлозы, а также образцов карточного картона и нормальной бумаги 4b.

Испытания образцов производились:

1. в первоначальном их состоянии,
2. после обработки в течение $\frac{1}{4}$ часа холодным 1% раствором едкого натра и последующей промывки,
3. после 2-часовой варки образцов в дистиллированной воде,
4. после 6-часового нагрева воздушно-сухих образцов до 130°C.

Одновременно определялась степень одревенелости образцов целлюлозы — микроскопически по окрашиванию хлор-цинк-идом и макроскопически по окрашиванию подкисленным раствором малахитовой зелени.

Полученные результаты представлены в следующей таблице, при чем образцы расположены в порядке, приблизительно соответствующем степени их одревенелости.

Из таблицы видно, что все образцы целлюлозы, недостаточно освобожденные от инкрустирующих веществ, окрашиваются после обработки указанным выше путем значительно сильнее, чем до обработки, при чем с увеличением содержания инкрустирующих веществ соответственно также увеличивается и окраска.

При этом оказалось, что варка с дистиллированной водой и нагревание при 130°C действует слабее, чем обработка холодным едким натром. Совершенно же освобожденные от инкрустирующих веществ целлюлозы не дают реакции с фтороглюцином и после указанных обработок.

О Б Р А З Ц Ы.	Степень одревенелости.	Окрашивание фтороглюцином до обработки.	Окрашивание фтороглюцином после обработок 2—4.
1. Сульфитная целлюлоза, Митчерлих, небеленая, жесткая	сильная.	слабо красное.	ярко красное.
2. Сульфитная целлюлоза, небеленая	"	"	"
3. Сульфитная целлюлоза, жесткая	"	"	"
4. Сульфитная целлюлоза, небеленая	средняя.	очень слабая окраска.	сильно красное.
5. Сульфитная целлюлоза, Риттер-Кельнер, небелен, мягкая	"	"	"
6. Карточный картон	"	"	среднее.
7. Нормальная бумага 4б.	"	"	"
8. Сульфитная целлюлоза, Митчерлих, небеленая, мягкая	"	"	"
9. Сульфитная целлюлоза, Митчерлих, мягкая, $\frac{1}{2}$ отбеленная	"	"	"
10. Сульфитная целлюлоза, Митчерлих, жесткая, $\frac{1}{1}$ отбелен.	неодревен.	не окрашивает.	не окрашивает.
11. Сульфитная целлюлоза, мягкая, $\frac{1}{1}$ отбеленная	"	"	"
12. Сульфитная целлюлоза, Риттер-Кельнер, $\frac{1}{1}$ отбеленная	"	"	"

На основании этих наблюдений можно сделать следующие выводы, которыми надо руководствоваться при испытании бумаги:

1. Степень одревенелости сульфитной целлюлозы можно определить макроскопически, на основании разницы в окрашивании фтороглюцином и соляной кислотой образца в первоначальном состоянии и после его обработки в течение $\frac{1}{4}$ часа холодным раствором едкого натра; чем больше эта разница, тем меньше данная целлюлоза освобождена от инкрустирующих веществ.

2. При определении содержания древесной массы в бумаге на основании реакции с фтороглюцином следует иметь в виду, что при испытании сильное красное окрашивание может получиться и при действии фтороглюцина на содержащуюся в таковой недостаточно освобожденную от инкрустирующих веществ целлюлозу, если бумага подвергалась предварительной обработке едким натром, нагреву или варке с водой.

Таким образом, в данном случае решающее значение имеет только микроскопическое исследование.

Я. Х.

„Woch.“ 1926, № 34.