

1966.— Т. 35, № 4.— С. 269—275. [7]. Чарина М. В., Исаева О. Ф., Кудряшова Е. А. Влияние способа получения прессовочных древесных масс на их физико-механические свойства // Технология древесных плит и пластиков.— Свердловск, 1982.— С. 141—146.

УДК 630* 864

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЖЕЛЕЗА В ТЕХНИЧЕСКИХ ЛИГНИНАХ И ИХ ПРОИЗВОДНЫХ

Ю. Г. ХАБАРОВ, Г. В. КОМАРОВА, Е. А. МАШЬЯНОВА

Архангельский лесотехнический институт

Таблица 1
Результаты определения концентрации железа в искусственных смесях
лигносульфонатов с железоммонийными квасцами

Но- мер образ- ца	Оптическая плотность фотометрируемого раствора						Средне- квadra- тное откло- нение	Концентрация же- леза, г/л		Относи- тельная погреш- ность, %	
	D ₁	D ₂	D ₃	D ₄	D ₅	D ₆		Средняя	опредe- ленная		зала- ная
1	0,132	0,135	0,136	0,131	0,135	0,139	0,135	1,00	1,02	—1,67	
2	0,272	0,270	0,270	0,270	0,272	0,259	0,269	0,005	2,01	—0,40	
3	0,259	0,265	0,267	0,260	0,266	0,266	0,264	0,003	4,90	—1,55	
4	0,369	0,370	0,360	0,360	0,375	0,375	0,369	0,003	27,77	—0,68	
5	0,378	0,386	0,383	0,378	0,390	0,388	0,384	0,005	14,27	—0,06	

Расширение исследования свойств и возможных направлений использования технических лигнинов и их производных способствует решению экологических и экономических вопросов, повышению рентабельности производства. Одним из важных в практическом плане продуктов, получаемых из технических лигносульфонатов,— железосодержащие препараты [1, 4, 6]. Поэтому разработка быстрых и основанных на использовании доступного оборудования методов анализа технических лигнинов представляется важной задачей.

Для определения железа в растворах разработано большое число фотометрических методов [2, 3, 5]. Однако из-за сильной окрашенности лигнинов и комплексов их с железом прямое использование фотометрии затруднено. Поэтому перед проведением фотометрического анализа приходится проводить предварительное разложение исследуемого образца и последующее определение железа. Одним из часто используемых приемов — сжигание исследуемого образца в муфельной печи с последующим растворением минерального остатка и его анализом. Кроме того, для разложения анализируемого вещества используют различные реагенты: концентрированные минеральные кислоты и их смеси с такими окислителями, как перекись водорода или бром [3].

Цель работы состояла в подборе таких условий мокрого озоления лигнинов, которые позволили бы быстро и без потерь железа производить разложение исследуемых образцов. В качестве окислительной смеси была выбрана смесь серной кислоты и перекиси водорода.

После проведения поисковых экспериментов были подобраны следующие условия мокрого озоления. В реакционную колбу вместимостью 50...100 мл вносят известный объем исследуемого раствора лигнина или его навеску. (Объем раствора обычно составляет 0,5...2 мл, навеска препарата в зависимости от содержания железа находится в пределах 3...150 мг). Затем в колбу добавляют 2 мл 30 %-го раствора перекиси водорода и 2 мл концентрированной серной кислоты (плотностью 1,84 г/см³) и нагревают на плитке. В этих условиях озоление происходит в течение 2—3 мин; если перекиси водорода на полное озоление не хватило, то необходимо осторожно добавить еще 1—2 мл и снова нагреть. Полноту озоления можно оценить по цвету реакционной смеси. Если произошло неполное озоление, то появляется коричневатое окрашивание раствора. Общее время озоления составляет 5...10 мин.

После окончания мокрого озоления содержимое колбы охлаждают и количественно переносят в мерную колбу. Концентрацию железа в рас-

Таблица 2
 Результаты определения содержания
 железа в технических лигнинах

Образец	Содержание железа, %	Средне-квадратичное отклонение
Сульфатный лигнин	0,06	0,008
Технический лигносульфонат	0,07	0,008
Железолигносульфонатный комплекс	9,18	0,097

Примечание. Для всех образцов число параллельных образцов равно 4.

носульфонатов. Данные определения приведены в табл. 2 и свидетельствуют о хорошей воспроизводимости результатов анализа.

ЛИТЕРАТУРА

[1]. А. с. 988823 СССР, МКИ³ С 07G 1/00 С 07F 15/02. Способ получения железолигносульфонатного комплекса / Ю. Г. Хабаров, Г. В. Комарова, Г. Ф. Прокшин (СССР).— № 3282864/23—04; Заявлено 23.03.81; Опубл. 15.01.83, Бюл. № 2 // Открытия. Изобретения.— 1983.— № 2.— С. 182. [2]. Лурье Ю. Ю. Справочник по аналитической химии.— М.: Химия, 1967.— 390 с. [3]. Скуг Д., Уэст Д. Основы аналитической химии. Т. 2. / Пер. с англ.— М.: Мир, 1978.— 438 с. [4]. Чудakov М. И. Промышленное использование лигнина.— 3-е изд., испр. и доп.— М.: Лесн. пром-сть, 1983.— 200 с. [5]. Шарло Г. Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений. Ч. 2.— М.: Химия, 1969.— 1206 с. [6]. Ву-product recovery cuts effluent, earns cash, improves operations // Pulp and Paper.— 1985.— V. 59, N 10.— P. 155—157.

УДК 676.088 : 628.543.452.4

ПРИМЕНЕНИЕ НЕФЕЛИНОВОГО КОАГУЛЯНТА

Г. И. МАЛЬЦЕВ, А. Я. АГЕЕВ, А. Г. УСВЯЦОВА, Л. А. ТРИФОНОВА,
 Ю. А. КРЫЛАТОВ, В. П. СТУПАК

Уральский лесотехнический институт, ЦНИИБ

Целлюлозно-бумажная промышленность при проклейке бумаги потребляет около 50 % производимого сернокислого глинозема — дефицитного реагента, в связи с чем возникает необходимость его замены менее дефицитным. Таким реагентом может быть нефелиновый коагулянт (ТУ 113—08—531—83), представляющий собой смесь алюмокалиевых и алюмонатриевых квасцов.

Опытную выработку бумаги массой 60...70 г/м² проводили на бумагоделательной машине ЦНИИБа. Соотношение ингредиентов бумажной массы в каждом опыте было следующим: сульфатная беленая целлюлоза марки А-1 — 5 кг (массовое содержание 100 %); белый канфиольный клей, содержащий ~20 % свободной смолы, — 0,1 кг (массовая доля 2 %); нефелиновый коагулянт и сульфат алюминия, которые подавали как раздельно, так и совместно, — 0,2...2,0 кг (массовое содержание 4...40 %). Составы нефелинового коагулянта и сульфата алюминия соответственно, %: Al₂O₃ — 10,2 и 15,5; Fe₂O₃ — 0,7 и 0,04; свободная серная кислота — 3,16 и 0,05; нерастворимый остаток (сиштоф) — 22,7 и 0,5; Na₂O — 1,12; K₂O — 0,55; As₂O₃ — 0,003. Средние значения основных физико-механических показателей опытных образцов бумаги, приведенные в таблице, определяли по результатам десяти параллельных измерений каждой величины.

Оптимальная величина рН проклейки ~2 %-й волокнистой суспензии, равная 4,5—4,7, получается при введении в бумажную массу сульфата алюминия (массовое содержание 10...12 %), который был выбран в качестве коагулянта сравнения. При массовой доле нефелинового коагулянта 4...40 % рН проклейки изменяется от 5,2 до 4,3 соответственно.

Физико-механические показатели бумаги также существенно зависят от дозировки нефелинового коагулянта: при его малом массовом содержании (4...10 %) заметно

воре после мокрого озоления определяют фотометрическим методом с применением сульфосалициловой кислоты [5].

Оценка точности определения содержания железа проведена на растворах, полученных путем смешения заданных объемов раствора технических лигносульфонатов (концентрация 50,08 г/л) и раствора железозаммонийных квасцов (концентрация железа 27,8 г железа/л). Соотношения смешиваемых растворов были выбраны таким образом, чтобы содержание железа было от 1 до 30 % от лигносульфонатов. Все анализы выполнены 4—6 раз. Результаты анализов (табл. 1) показали, что относительная погрешность определения железа не превышает 2 %.

Предложенная методика была опробована на препаратах сульфатного лигнина, железолигносульфонатного комплекса, полученного в условиях [1], и технических лигно-