



ХИМИЧЕСКАЯ ПЕРЕРАБОТКА ДРЕВЕСИНЫ

УДК 676.022

Р.Е. Смирнов¹, А.Г. Андреев², Т.Ф. Демидюк³

Смирнов Рудольф Евгеньевич родился в 1938 г., окончил в 1962 г. Ленинградскую лесотехническую академию, кандидат технических наук, старший научный сотрудник, доцент кафедры технологии целлюлозы и композиционных материалов СПбГТУРП. Имеет более 120 научных трудов в области производства волокнистых полуфабрикатов.



Андреев Александр Григорьевич родился в 1943 г., окончил в 1968 г. Ленинградский технологический институт целлюлозно-бумажной промышленности, кандидат технических наук, зам. директора по научной работе ФГУП ЦНИИБуммаш. Имеет более 80 научных трудов в области гидродинамики, реологии волокнистых суспензий и оборудования целлюлозно-бумажного производства.



Демидюк Наталья Федоровна родилась в 1953 г., окончила в 1977 г. Ленинградский технологический институт целлюлозно-бумажной промышленности, начальник исследовательской лаборатории ОАО «Выборгская целлюлоза». Имеет 5 научных трудов в области целлюлозно-бумажного производства.

**ХЛОРАМИННЫЙ МЕТОД АНАЛИЗА
СУЛЬФИТНОЙ КИСЛОТЫ***

Предложен новый метод анализа сульфитной кислоты с применением реагента – хлорамина Б; показаны преимущества этого метода перед известными.

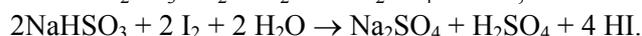
Ключевые слова: сульфитная кислота, хлорамин Б, сульфитцеллюлозное производство.

В настоящее время на сульфитно-целлюлозных предприятиях контроль за приготовлением сырой, регенерационной и варочной кислот, а также за самой варкой целлюлозы осуществляют в основном с помощью аналитических методов анализа сульфитных растворов – йодометрического и сернокислотного [1]. Однако эти методы имеют недостатки: сравнительно

* ФГНТП по теме «Разработка экспресс-методов и приборов контроля качества продукции непосредственно в процессе варки волокнистых полуфабрикатов».

невысокая воспроизводимость результатов (йодометрический) и большая длительность проведения (сернокислотный).

В целях создания более совершенного метода анализа сульфитных растворов нами исследован новый реагент – хлорамина Б ($C_{10}H_5SO_2N(Na)Cl \cdot 3H_2O$), который выпускается отечественной промышленностью. При проведении анализа сульфитной кислоты на натриевом основании с хлорамином происходят следующие реакции:



Чтобы определить содержание всего SO_2 в варочном растворе, в колбу вместимостью 250 см^3 наливают 75 см^3 дистиллированной воды, прибавляют 5 см^3 10 %-го раствора KI, 5 см^3 смеси крахмала с уксусной кислотой и титруют раствором хлорамина концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$ (1 см^3 этого раствора соответствует $0,0032 \text{ г}$ всего SO_2) до появления синего окрашивания.

Для приготовления 10 %-го раствора KI растворяют в 1000 см^3 дистиллированной воды $16,6 \text{ г}$ KI, раствора хлорамина концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$ – $13,4 \text{ г}$ безводного $C_{10}H_5SO_2N(Na)Cl$, 1 %-го раствора крахмала – $10,0 \text{ г}$ крахмала. Смесь уксусной кислоты и крахмала готовят из 60 см^3 50 %-го раствора уксусной кислоты и 40 см^3 1 %-го раствора крахмала.

Количество всего SO_2 рассчитывают по следующим формулам:

$$X_1 = a_1 k_1 \cdot 0,01 \cdot 1000 \text{ моль/дм}^3 ;$$

$$X_1 = a_1 k_1 \cdot 0,0032 \cdot 100 \% ,$$

где X_1 – количество всего SO_2 , моль/дм³ или %;

a_1 – объем раствора хлорамина с концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$, пошедшего на титрование, см³;

k_1 – поправочный коэффициент к раствору хлорамина концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$.

При определении количества связанного SO_2 предварительно проводят удаление растворенного SO_2 путем кипячения пробы под вакуумом [1]. После охлаждения реакционной колбы добавляют 5 см^3 смеси крахмала и уксусной кислоты, титруют раствором хлорамина концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$ до перехода цвета титруемого раствора в синий, не исчезающий при перемешивании пробы.

Количество связанного SO_2 рассчитывают по следующим формулам:

$$X_2 = a_2 k_2 \cdot 0,00005 \cdot 1000 \text{ моль/дм}^3 ;$$

$$X_2 = a_2 k_2 \cdot 0,00016 \cdot 100 \% ,$$

где X_2 – количество связанного SO_2 , моль/дм³ или %;

a_2 – объем раствора хлорамина концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$, израсходованного на титрование, см³;

k_2 – поправочный коэффициент к раствору хлорамина концентрацией 0,1 моль/дм³.

Титр раствора хлорамина устанавливают по раствору Na₂S₂O₃ концентрацией 0,1 моль/дм³. Для этого в колбу наливают 100 см³ дистиллированной воды, 10 см³ раствора KI, 10 см³ смеси уксусной кислоты и крахмала, вносят пипеткой 25 см³ раствора хлорамина. Колбу закрывают пробкой и ставят на 5 мин в темное место. После этого титруют освобожденный йод раствором Na₂S₂O₃ до исчезновения синей окраски от одной капли тиосульфата.

Поправочный коэффициент рассчитывают по формуле

$$K = \frac{aK_1}{25},$$

где a – объем раствора Na₂S₂O₃ концентрацией 0,1 моль/дм³, израсходованного на титрование;

K_1 – поправочный коэффициент раствора Na₂S₂O₃.

Методику проверяли на сульфитных растворах, приготовленных в лабораторных условиях СПбГТУРП. Несколько растворов было проанализировано в производственных условиях ОАО «Выборгская целлюлоза». Результаты, полученные хлораминным методом, сравнивали с результатами йодометрического и сернокислотного методов. Для каждой пробы проводили параллельные определения и вычисляли среднее квадратичное отклонение S_x [2]. Полученные данные представлены в таблице.

Обращает на себя внимание тот факт, что результаты анализа кислоты, полученные по новой методике, как правило, ниже, чем по традиционному йодометрическому методу. Это относится к определению как всего, так и связанного SO₂. Разница составляет около 10 %. Вероятной причиной этого является летучесть йода, которым титровали пробу кислоты по стандартному методу. В случае использования хлораминного способа, как видно из приведенной выше реакции, образующийся в растворе йод сразу же реагирует с SO₂. Поэтому данные, полученные по хлораминному способу, более точные. Результаты определения связанного SO₂ по сернокислотному способу мало отличаются по абсолютной величине от результатов хлораминного способа.

Как показала практика применения нового способа анализа, для его проведения достаточно 5 ... 10 мин, что значительно меньше продолжительности сернокислотного способа, составляющей 15 ... 20 мин. Анализируя величины среднего квадратичного отклонения, установили очевидное преимущество хлораминного способа: в большинстве случаев величина отклонения при выполнении анализа по предлагаемому методу меньше, особенно, по сравнению с йодометрическим, что свидетельствует о более высокой воспроизводимости результатов при использовании хлорамина Б.

Таким образом, предлагаемый новый хлораминный способ анализа сульфитной кислоты имеет следующие преимущества перед известными методами: обладает более высокой воспроизводимостью результатов по

сравнению с йодометрическим и является более быстрым по сравнению с серноокислотным.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Долгаева, А.А. Методы контроля сульфитцеллюлозного производства [Текст] / А.А. Долгаева. – М.: Лесн. пром-сть, 1971. – 344 с.

2. Яныгин, Ю.Я. Пособие метрологу целлюлозно-бумажного предприятия [Текст] / Ю.Я. Яныгин. – М.: Лесн. пром-сть, 1980. – 80 с.

¹СПбГТУРП

²ФГУП «ЦНИИБуммаш»

³ОАО «Выборгская целлюлоза»

Поступила 07.09.07

R.E. Smirnov¹, A.G. Andreev², T.F. Demidyuk³

¹Saint-Petersburg State Technological University of Plant Polymers

²FGUP “Tsniibummash”

³JSC “Vyborg Cellulose”

Chloramine Method of Sulfite Acid Analysis

New method of sulfite acid analysis is proposed using a new reagent - chloramine B. The advantages of this method compared to the common ones are shown.

Keywords: sulfite acid, chloramine B, sulfite-pulp production.
