



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

233 879

(11)

(B1)

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 23 05 83

(21) (PV 3620-83)

(40) Zverejnené 13 08 84

(45) Vydané 01 04 87

(51) Int. Cl.³ G 01 N 21/27;
D 21 C 9/00

(75)

Autor vynálezu

MOZOLOVÁ LUJZA ing.,
ŠUTÝ LADISLAV doc. ing. CSc., BRATISLAVA,
JACKO JOZEF ing., VRANOV NAD TOPLOU,
PLUTOVÁ MÁRIA ing. NIŽNÝ HRABOVEC

(54)

Spôsob stanovenia a rozlíšenia usadenín vo vodných predhydrolyzátach pri výrobe buničiny

Vynález spadá do obru analytic-
kých metód používaných pri výrobe buniči-
ny. Rieši spôsob stanovenia a rozlíšenia
usadenín vo vodných predhydrolyzátach pri
výrobe buničiny. Postupuje sa tak, že
usadeniny kalového alebo živičného typu
po sedimentácii a filtrácii sa podľa vy-
nálezu izolované rozpustia za izbovej
teploty v 0,01 N až 1,0 N vodnom roztoku
hydroxidov alkalických kovov a ďalej sa
stanovujú spektrofotometricky meraním
absorbancie týchto roztokov pri 280 nm.

Vynález sa týka spôsobu stanovenia a rozlíšenia usadenín vo vodných predhydrolyzátach pri výrobe buničiny.

Vodná predhydrolyza, ako prvý stupeň výroby chemickej buničiny, je zložitý extrakčný a deštrukčný proces, v priebehu ktorého prechádza do roztoku pri 170°C 20 až 25 % drevnej hmoty. Chemické odbúranie nepostihuje iba sacharidickú časť dreva, ale do roztoku prechádzajú aj ostatné zložky dreva ako sú triesloviny, farbivá, pektíny a časť nízkomolekulového lignínu. Predhydrolyzát obsahuje okrem látok primárne vzniknutých hydrolyzou dreva i látky sekundárne vzniknuté rekombináciou a repolymerizáciou týchto zlúčenín.

Tieto látky majú snahu vytvárať koloidné až pevné usadeniny, ktoré sú príčinou mnohých prevádzkových ťažkostí, zanášajú technologické zariadenia, znižuje sa kvalita sulfátovej buničiny a sťažuje sa chemické alebo biochemické spracovanie predhydrolyzáta. Z predhydrolyzáta vypadávejú dva typy usadenín a to usadenina kalového zemitého vzhľadu, ktorá sa po sedimentácii opäť ľahko rozvíri tzv. sediment. Tento typ usadeniny nespôsobuje väčšie prevádzkové ťažkosti. Druhý typ je smolovitá, červeno-hnedá až čierna hmota, ktorá má lepidivé vlastnosti, je termoplastická a po vychladnutí je krehká a lámavá. Táto usadenina živičného typu tzv. inkrust spôsobuje práve uvedené prevádzkové ťažkosti.

Na stanovenie usadenín sa využívala metodika stanovenia v Imhoffových kuželloch popísaná Hoffmanom a kolektívom v Jednotných metodikách rozboru vod, SNTL, Praha, 1965. Nevýhodou tejto metodiky je okolnosť, že rýchlosť sedimentácie usadenín kalového typu z predhydrolyzátoz pripravených za rôznych podmienok t.j. rôznej teploty a doby predhydrolyzy nie je rovnaká, čím sa získajú skreslené výsledky. Presnejšie výsledky stanovenia usadenín kalového typu sa dosiahnu zo stanovenia rozdielu sušín pred a po cen-

trifugácii predhydrolyzáta za konštantných podmienok popísanej Brabcom J., Radějom Z. v Papír a cel., 22, 51, 1967. Usadenina živočíchového typu po vysedimentovaní a zliatí predhydrolyzáta sa zahriatím prevedie do termoplastického stavu, v ktorom sa dá suchou cestou odstrániť z chemického skla a po sušení na vzduchu sa zváži. Tento postup je popísaný Bokovanským O. v Papír a cel., 24, 317, 1969.

Nedostatky týchto spôsobov stanovení sú odstránené u spôsobu stanovenia a rozlíšenia usadenín vo vodných predhydrolyzátoch pri výrobe buničiny podľa vynálezu po sedimentácii a filtrácii, podstatou ktorého je, že usadeniny kalového a živočíchového typu sa rozpustia za izbovej teploty v 0,01 N až 1,0 N vodnom roztoku hydroxydov alkalických kovov a ďalej sa stanovujú spektrofotometricky zmeraním absorpcie týchto roztokov pri 280 nm.

Výhodou spôsobu podľa vynálezu je variabilita použitia metódy pre oba typy usadenín, ich dobrá rozpustnosť vo vodných roztokoch hydroxidov alkalických kovov, skrátená doba stanovenia a 97 % návratnosť stanovenia.

Predmet vynálezu je demonštrovaný na príklade stanovenia usadeniny kalového a živočíchového typu.

Príklad 1

Vzorka predhydrolyzáta pri výrobe buničín objemu 500 ml sa nechá sedimentovať 24 hodín pri izbovej teplote, potom sa intenzívnym trepaním premieša, aby sa usadenina kalového typu rozptýlila v roztoku a predhydrolyzáat sa prefiltruje cez riedku sklenenú fritu. Alikvotná časť filtrátu, v ktorom sa nachádza usadenina kalového typu sa viacnásobne centrifuguje a premyje vodou. Premytá usadenina sa kvantitatívne rozpustí v 25 ml 0,1 N vodnom roztoku hydroxidu sodného, riedi sa 0,1 N roztokom hydroxidu sodného na takú koncentráciu, aby jeho absorpcia bola v rozsahu 0,1 - 1,0 pri 280 nm. Po zmeraní absorpcie sa z kalibračnej priamky zistí koncentrácia meraného roztoku. Množstvo usadeniny kalového typu v predhydrolyzáte sa vypočíta podľa vzorca:

$$\text{Usadenina kalového typu v g.l}^{-1} = \frac{C_m \cdot \text{riedenie} \cdot v}{V}$$

C_m - nameraná koncentrácia odčítaná z grafu

233 879

v - ml NaOH použitého na rozpustenie usadeniny

V - ml predhydrolyzáta použitého na centrifugáciu

Príklad 2

Vzorka predhydrolyzáta sa nechá sedimentovať ako v príklade 1. Po prefiltrovaní vzorky sa usadenina živočíšneho typu v sedimentačnej nádobe a na frite rozpustí v 0,1 N vodnom roztoku hydroxidu sodného a prenesie sa kvantitatívne do 100 ml odmerky. Roztok usadeniny sa riedi 0,1 N hydroxidom sodným na takú koncentráciu, aby jeho absorbancia bola v rozsahu 0,1 - 1,0 a zmeria sa jeho absorbancia pri 280 nm. Z kalibračnej priamky sa zistí nameraná koncentrácia roztoku. Množstvo usadeniny v predhydrolyzáte sa vypočíta podľa vzorca:

$$\text{Usadenina živočíšneho typu v g.l}^{-1} = \frac{C_m \cdot \text{riedenie} \cdot v}{V}$$

C_m - nameraná koncentrácia odčítaná z grafu

v - ml NaOH použitého na rozpustenie usadeniny

V - ml predhydrolyzáta použitého na analýzu

Príklad 3

Prípraví sa štandardný roztok usadenín o koncentrácii 1 g.l⁻¹ rozpustením usadeniny o známej sušine v 0,1 N roztoku hydroxidu sodného. Z takto pripraveného roztoku sa riedením 0,1 N roztokom hydroxidu sodného pripravujú roztoky o stúpajúcej koncentrácii usadeniny v rozsahu 0,01 - 0,05 g.l⁻¹. Po zmeraní absorbancií týchto roztokov oproti 0,1 N vodnému roztoku hydroxidu sodného pri 280 nm sa získa kalibračná priamka.

Príklad 4

Obsah usadenín kalového a živočíšneho typu v predhydrolyzátoch z výroby huničiny podľa vynálezu bol porovnaný s metódou ich stanovenia z rozdielu sušín a gravimetrickým stanovením. Výsledky sú uvedené v tabulke č.1.

Tabulka č.1 Porovnanie množstva usadenín stanovených rôznymi spôsobmi v g.l⁻¹ predhydrolyzátu

Vzorka		Spôsob stanovenia		
		z rozdielu sušín	gravimetricky	spektrofotometricky
Kalová usad.	1	2,61	3,39	3,20
	2	3,34	3,68	3,98
	3	4,43	4,67	4,57
	4	5,17	5,35	5,20
	5	--	2,33	2,32
	6	--	3,01	2,88
Živičná usad.	1	--	2,85	2,55
	2	--	0,89	0,96
	3	--	1,13	1,05

Pri stanovení usadenín sa premerali spektrá rôznych vzoriek usadenín z predhydrolyzáto. Z nameraných hodnôt absorbančných kriviek sa vypočítali hodnoty hmotnostných absorptivných koeficientov jednotlivých usadenín kalového a živičného typu pri 280 nm podľa vzorca :

$$a_v = \frac{A}{c}$$

a_v - hmotnostný absorptivný koeficient

c - nameraná koncentrácia v g.l⁻¹

A - Absorbancia

Výsledky sú uvedené v tabulke č.2.

Tabulka č.2 Hmotnostné absorptivné koeficienty usadenín pri
 $\lambda = 280 \text{ nm}$ v 0,1 N NaOH

Vzorka		a_v
Kalová usad.	1	22,73
	2	22,34
	3	22,42
Živičná usad.	1	22,13
	2	22,59
	3	22,27

Pri počte 10 stanovení u priemerného obsahu usadeniny
 $2,37 \text{ g.l}^{-1}$ je smerodajná odchýlka 0,134 a variačný koeficient
 5,65 %.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

233 879

Spôsob stanovenia a rozlíšenia usadenín vo vodných predhydrolyzátoch pri výrobe buničiny, pri ktorom sa predhydrolyzáť sedimentuje a filtruje, ^{izolovanie} vyznačený tým, že usadeniny kalového alebo živočíšného typu sa rozpustia za izbovej teploty v 0,01 N až 1,0 N vodnom roztoku hydroxidov alkalických kovov a ďalej sa stanovujú spektrofotometricky meraním absorbancie týchto roztokov pri 280 nm.