

NOVÝ SPÔSOB HODNOTENIA TRIESLOVÍN

JURAJ WOLFF

Výskumný ústav priemyslu celulózy v Bratislave

Pri posudzovaní kvality činiacich látok stanoví sa obsah trieslovín jednou z bežných metód [1] a vyjadrí sa v percentách na pôvodnú látku (T%). Ďalšie bežné charakteristiky sú: pomer triesliv k netrieslivám (T/NT), ako aj tzv. „čistota“, pri ktorej sa analýzou zistený obsah trieslovín vzťahuje na sušinu rozpustených látok.

Pri skúmaní schopnosti lignínových preparátov na ich použitie napr. ako výmenných triesliv sme pri sériových laboratórnych pokusoch používali uvedené charakteristiky. Čoskoro sa však ukázalo, že tieto nestačia na dosiahnutie spoľahlivých porovnávacích hodnôt. Ako je známe, izolácia lignínových preparátov je obťažná, a preto sme museli na izoláciu rôznych preparátov voliť rôzne spôsoby (odparenie, vysolenie alebo vyzrážanie). Odlišné metódy izolácie zapríčiňujú, že jednotlivé preparáty, aj keď boli chemicky rovnaké alebo len málo odlišné, predsa dávali odlišné — analyticky zistiteľné garbiarske hodnoty, a to podľa spôsobu izolácie a čistenia. Pretože sme pri týchto sériových pokusoch značne pozmenili lignínové preparáty odbúraním, kondenzáciou a sulfitáciou, najviac nás zaujímalo, ako tieto zmeny zapôsobia na činiacu schopnosť pripravených produktov bez vplyvu spôsobu izolácie a čistenia preparátov.

Zatiaľ čo pri pojme *čistota* vzťahujeme obsah trieslovín na sušinu rozpustených látok, teda aj na prípadné netrieslivá pridané pri izolácii, pri používaní našich preparátov dosadíme okrem toho nové charakteristikum, ktorým vzťahujeme obvyklým spôsobom zistený obsah triesliv len na organický podiel produktu.

Túto novú hodnotu, ktorá nám dáva jasnú, aj keď relatívnu mieru na posudzovanie jednotlivých preparátov, označujeme ako TO-číslo (triesloviny na organickú látku).

Stanovenie a výpočet TO-čísla

Stanovenie organickej substancie sa robí podobne ako stanovenie organických nečistôt vo vode alebo ako stanovenie celkového množstva organických látok v sulfitových výluhoch, a to okysličením manganistanom draselným v kyslom prostredí [2].

V našom prípade pri stanovení TO-čísla sa postupuje tak, že sa pripraví normálny analytický roztok, ktorý obsahuje predpísanú koncentráciu triesliv (3,75—4,25 g/l). Z tohto analytického roztoku sa napipetuje 2 ml do 100 ml destilovanej vody, pridá sa 5 ml 25%-nej kyseliny sírovej a zmes sa zahreje

do varu na priamom plameni. Len čo sa zmes začína variť, pridá sa 30 ml 0,1 *N* manganistanu draselného a znova sa nechá povariť presne 10 minút od začatia varu. Po 10 minútach sa do horúceho roztoku ihneď pridá 30 ml 0,1 *N* kyseliny šťavelovej a titruje sa späť manganistanom.

1 ml 0,1 *N* manganistanu draselného je primeraný množstvu 0,0008 g/O₂.

V tom istom analytickom roztoku sa súčasne stanovia triesloviny. Zistené percento trieslovín vzťahujeme na to množstvo organického podielu návažku, na oxydáciu ktorého treba 100 g kyslíka. Inými slovami, TO-číslo je podiel, ktorý udáva, koľko triesliv pripadá na to isté (100 g O₂ spotrebujúce) množstvo organického podielu skúmanej látky.

$$\text{TO-číslo} = \frac{\% \text{ triesliv} \times \text{návažok v g/l}}{a \times 0,4},$$

pričom *a* = titráciou zistená spotreba v ml 0,1 *N* manganistanu draselného.

Toto číslo je nezávislé od obsahu sušiny, od podielu rozpustných a nerozpustných látok a od anorganických primiešanín návažku. Analýzy bežne používaných prírodných trieslových extraktov uvádzame v tab. 1.

Tabuľka 1

	mimózoový výťažok „Elephant“	tuhý kvebračový výťažok rozpustný za studena „Bestsolubl“
	analýza č. 157	analýza č. 211
sušina	88,2%	90,6%
rozpustné látky	88,2%	90,6%
nerozpustné látky	0%	0%
netriesloviny	14,0%	9,0%
triesloviny	74,2%	81,6%
pomer triesloviny: netriesloviny	5,3	9,06
čistota	83,4	90,08
triesloviny v g v 1 lit. analyt. roztoku	4,4180	4,3960
pH analyt. roztoku	4,00	3,9
návažok v g	5,9592	5,3838
TO-číslo	66,20	72,02

Ďalej uvádzame niektoré prípady, ktoré jasne dokazujú praktické použitie TO-hodnôt. Rôzny stupeň čistenia jednotlivých umelých preparátov, ako sme uviedli v úvode, vykazuje odlišné TO-hodnoty, z ktorých možno vyvodzovať platné závery, pokiaľ ide o použiteľnosť toho-ktorého produktu.

Uvedieme ešte naše analýzy č. 144, 144a, 153, 153a.

Ide tu o rôzne produkty, pričom analýzy s označením *a* sa líšia len do tej miery, že sa produkt pred analyzovaním dva razy čistil pračím roztokom. Sú to analýzy extrémnych prípadov dvoch odlišných preparátov, pri ktorých práve vidíme, že zmeny čistôt a TO-hodnôt nejdú paralelne, ale sú podmienené zložením toho-ktorého preparátu. Výsledky analýz č. 144, 144a, 153, 153a sú uvedené v tab. 2.

Tabuľka 2

	analýza č.		analýza č.	
	144	144a	153	153a
sušina	48,9%	97,2%	94,5%	94,0%
rozpustné látky	48,9%	97,2%	94,5%	94,0%
nerozpustné látky	0%	0%	0%	0%
netriesloviny	38,8%	7,5%	26,4%	6,6%
triesloviny	10,1%	89,7%	68,1%	87,4%
pomer triesloviny: netriesloviny	0,25	11,8	2,5	13,1
čistota	20,6	92,2	72,0	92,9
triesloviny v g v 1 lit. analyt. roztoku	0,5300	4,6400	3,5280	4,7140
pH analyt. roztoku	3,8	2,8	3,2	2,8
návažok	5,2766	5,1634	5,1824	5,3976
TO-číslo	10,1	78,0	70,5	83,5

Uvedený spôsob stanovenia a vypočítania TO-čísla sa dá použiť v takých prípadoch, keď trieslivá neobsahujú nerozpustné podiely. Avšak pri skúmaní vzoriek s nerozpustnými podielmi treba na stanovenie spotreby manganistanu draselného brať vzorky vždy z toho podielu, v ktorom sa určujú rozpustné látky, teda z filtrátu. Ak postupujeme uvedeným spôsobom, práve stanovením TO-čísla eliminujeme nepresnosti, ku ktorým dochádza bežnou, nedokonalou metódou stanovenia nerozpustných podielov. Správnosť nášho tvrdenia dokazujeme týmto prípadom: pri jednom nedostatočne sulfitovanom lignínovom preparáte, ktorý sme pripravili, zistil sa vysoký podiel nerozpustných látok (analýza č. 222 a 223).

Na stanovenie rozpustného podielu sa roztok 3-krát prefiltraval cez jenský sklený filter (G4). Vzorka na stanovenie TO-čísla sa brala z filtrátu (analýza č. 222).

Za účelom porovnania sme ešte raz vykonali analýzu tej istej látky. V tomto prípade sme upustili od stanovenia nerozpustných látok a netriesloviny sme

odpočítali priamo od sušiny. Na stanovenie TO-čísła sme brali vzorku z originálneho, teda nefiltrovaného roztoku. Výsledky oboch analýz uvádzame v tab. 3.

Tabuľka 3

	analýza č. 222	analýza č. 223
sušina	66,9%	66,9%
rozpustné látky	36,9%	nezistené
nerozpustné látky	30,0%	nezistené
triesloviny	21,7%	48,4%
netriesloviny	15,2%	18,5%
pomer triesloviny: netriesloviny	1,42	2,6
čistota	58,64%	72,30
TO-číslo	42,50	45,00

Vidíme teda, že zatiaľ čo sa hlavné hodnoty analýz značne líšia, TO-čísla vykazujú v oboch analýzach len malé rozdiely.

Záver

Doterajšie bežné hodnotenie, pri ktorom sa sledovali niektoré vlastnosti trieslovín, dá sa doplniť zavedením TO-čísła, vzťahom k obsahu trieslovín v percentách na 100 g kyslíka potrebného na oxydovanie všetkej organickej látky za vytýčených podmienok oxydácie pomocou manganistanu draselného. Vo väčšine prípadov sa triesloviny ohodnotia tak, ako sa ukazuje ich účinok (vhodnosť) v praktickej prevádzke.

Používanie uvedenej metódy sa neobmedzuje len na posudzovanie syntetických produktov, ale naopak možno ju veľmi účelne použiť aj na ohodnotenie garbiarskochemických vlastností prírodných triesliv. Pre jej jednoduchosť možno uvedenú metódu urobiť bez zvláštnych príprav a aparátúr všade tam, kde sa konajú sériové garbiarske analýzy.

Súhrn

Oxydáciou manganistanom draselným v kyslom prostredí stanoví sa množstvo kyslíka, ktoré je potrebné na oxydáciu organického podielu analytického roztoku triesloviny. Po stanovení obsahu triesliv uvedie sa tento do vzťahu k spotrebe kyslíka a tým k organickému podielu. Takto získané tzv. TO-číslo je ďalším spoľahlivým charakteristikom skúmanej triesloviny.

НОВЫЙ СПОСОБ ОЦЕНИВАНИЯ ДУБИЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВ

ЮРИЙ ВОЛЬФ

Научно-исследовательский институт целлюлозной промышленности, Братислава

Выводы

Путем окисления марганцовокислым калием в кислой среде определяется количество кислорода, нужное для окисления органической части анализируемого раствора дубильного вещества. После определения содержания дубильных веществ оно вводится в выражение для израсходования кислорода а с этим тоже в выражение для органической доли раствора. Таким образом получается «ТО—число», которое является надежным критерием для оценивания исследуемого вещества.

Получено в редакции 12-го октября 1953 г.

NEUES VERFAHREN DER BEWERTUNG VON GERBSTOFFEN

JURAJ WOLF

Forschungsinstitut der Celluloseindustrie in Bratislava

Zusammenfassung

Durch Oxydation mit Kaliumpermanganat im sauren Gebiete wird die Menge Sauerstoff bestimmt, welche zur Oxydation des organischen Anteiles der analytischen Lösung des Gerbstoffs nötig ist. Nach der Bestimmung des Gerbstoffgehaltes wird dieser in Beziehung gebracht zum Sauerstoffverbrauch und damit zum organischen Anteil. Die auf diese Weise erhaltene sogen. TO-Zahl ist ein weiteres verlässliches Charakteristikum für den geprüften Gerbstoff.

In die Redaktion eingelangt den 12. X. 1953

LITERATÚRA

1. Kubelka V., *Koželužské analyzy*, 1946, 231—312.
2. Boríšek R., *Sulfitové výluhy a jejich zužitkování*, 1953, 326.

Došlo do redakcie 12. X. 1953