

LETTER

Eine neue Bestimmungsmethode von Ligninsulfosäure in Sulfitzellstoffablauge

von Ryoichi SENJU

(Eingegangen am 11. Januar, 1952)

Um die Bestimmungsmethode von Ligninsulfosäure festzustellen, haben viele Forscher sich bisher vergebens angestrengt, von organischen Aminen ein gutes Fällungsmittel für Ligninsulfosäure zu entdecken. Ich wählte als Fällungsmittel ein neues hochmolekulares Amin (Polyglykolglucosamin), und es ist mir gelungen, die gesamte Ligninsulfosäure in Sulfitzellstoffablauge damit quantitativ fällen zu lassen. Das Prinzip der Bestimmungsmethode besteht darin, dass man eine bekannte Menge von Polyglykolglucosamin (abgekürzt P. G. G. A.) gegen das negative Polyvinylalkohol-Schwefelsäureester (abgekürzt P. V. A. S.) zurücktitriert.

Zu 5 cc. der zwanzigfach verdünnten Ablauge wird unter Umschütteln 5 cc. von *N*/100 P. G. G. A. (berechnet auf NH₂-Gruppe) zugesetzt. Ein Teil des Niederschlags der Ligninsulfosäure wird durch das überschüssige P. G. G. A. kolloid verteilt. Diese trübe Kolloidlösung wird gegen *N*/400 P. V. A. S. titriert. Sobald die äquivalente Menge von P. V. A. S zugesetzt ist, wird die trübe Lösung augenblicklich klar, und dann der Niederschlag sammelt sich flockig. Der Endpunkt dieser Kolloidtitration kann sehr genau bestimmt werden.

Bei der Titration der stark verdünnten Ablauge

ist es vorteilhaft, Toluidinblau, das die starke "Metachromasie" gibt, als Indikator zu benutzen. Wenn man das Gewicht des Niederschlags bei der Kolloidtitration wägen will, ist es zweckmäßig, soviel Menge von Ablauge zu nehmen, wie man damit Niederschlags von 0.1-0.2 g. erhält.

Die Verbindung der negativen Ligninsulfosäure mit dem positiven P. G. G. A. weist ein sauberer stöchiometrisches Verhältnis auf. Daher ergibt sich aus dem Gewicht des ausgefallenen Niederschlags die Menge der aus einem Mol NH₂-Gruppe entstehenden Verbindung.

Zieht man von diesem Gewicht das bekannte Äquivalentgewicht des verwendeten P. G. G. A. ($C_8 H_{16} O_5 N = 206$) ab, so erhält man das Äquivalentgewicht der Ligninsulfosäure gegen NH₂-Gruppe (Tabelle 1, Spalte 5). Um die Ligninsulfosäure in Sulfitzellstoffablauge zu bestimmen, braucht man aber nicht den Niederschlag bei der Kolloidtitration im einzelnen zu wägen, weil das Äquivalentgewicht von Ligninsulfosäure in Ablauge im allgemeinen Konstant (etwa 380) ist. Durch Verbrauch von P. G. G. A. kann man gleich die Menge der Ligninsulfosäure berechnen.

Diese Methode ist besonders darin überlegen, dass man die Bestimmung auf volumetrische Weise sehr genau und schnell ausführen kann. Deshalb ist diese Methode als eine Kontrollmethode für den Sulfitzellstoff-Fabrikationsverfahren geeignet. Infolge des Mangels an schnellen Bestimmungsmethoden von Ligninsulfosäure in Kochsäure sind die chemischen Techniker von Sulfitzellstoff-Fabriken dazu gezwungen, durch die mittelbaren Methoden wie die Bestimmung der Schwefeligen Säure, des Farbtönes und des spezifischen

Table 1

Die Bestimmung der Ligninsulfosäure in Kochsäure der Kunstseide Sulfitzellstoff-Fabrik

1 Kochzeit in Min.	2 <i>N</i> /100 P. G. G. A. cc./cc. Ablauge	3 Verbrauch aus 1 cc. Lauge, g.	4 Ligninsulfosäure- Gehalt, g./cc.	5 Äquivalentgewicht von Ligninsulfosäure
420	19.13	0.1118	0.0724	378
450	21.40	0.1256	0.0815	381
480	24.27	0.1410	0.0910	375
510	24.66	0.1440	0.0932	379
570	25.00	0.1490	0.0975	394
600	26.38	0.1477	0.0954	376
690	26.05	0.1522	0.0985	378

Gewichtes von Kochsäure den Kochprozess zu kontrollieren. Daher glaube ich, dass diese Methode sowohl von den rein-wissenschaftlichen als auch von den technisch-wissenschaftlichen Forschern freudig angenommen wird.

*Institut für Wissenschaft und Industrie
der Universität Kyushu*