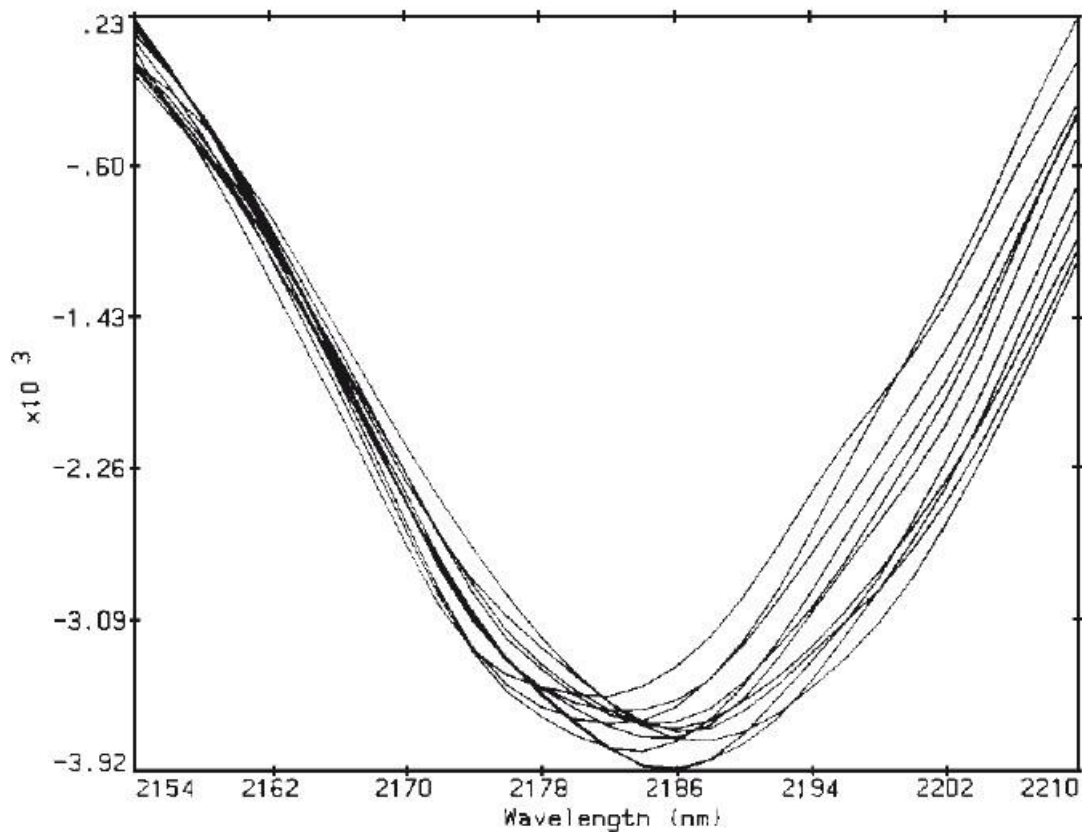


Анализ лигнина в древесной целлюлозе



Данное применение описывает применение БИК спектроскопии для определения остаточного содержания лигнина в древесной целлюлозе. Изучена возможность мониторинга остаточного содержания лигнина в древесной целлюлозе по основным пикам поглощения лигнина и целлюлозы.

Описание метода

Введение

Качество производимой бумаги на ЦБК зависит от большого числа параметров: типа древесины и способа её размола, химической обработки, качества прессования и т.д. На практике измерять все необходимые параметры нецелесообразно, но достаточно измерять отдельные показатели, которые могут быть использованы для оценки качества бумажной продукции. Остаточное содержание лигнина – один из таких параметров.

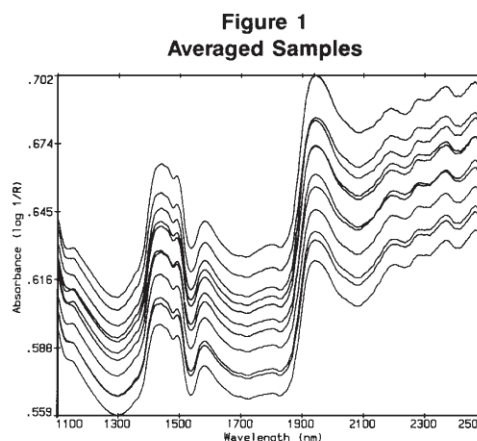
Содержание лигнина оказывает влияние на текстуру и прочность конечного продукта, следовательно, его измерение играет достаточно важную роль в технологическом процессе. Данное определение является затруднительным, поскольку точный состав исходного сырья неизвестен (это смесь натуральных полимеров). Методы мокрой химии не только трудозатратны, но также могут давать ошибочные результаты, если в расчет не принимается влажность образца. Таким образом, действующая методологическая база предполагает проведение двух различных аналитических методов.

Спектроскопия ближнего ИК (БИК) это быстрый и точный метод количественного анализа. Использование основных пиков поглощения лигнина и целлюлозы, а также двухволнового уравнения позволяет провести определение концентрации лигнина в ходе промышленного процесса.

Экспериментальная часть

Все БИК спектры ($\log 1/R$) записаны на приборе NIRS XDS RapidContent Analyzer в спектральном диапазоне от 1100 нм до 2500 нм. Для передачи в лабораторию образцы целлюлозы прессуют в комки и между двумя частями помещается фильтровальная бумага. Не требуется специальная пробоподготовка для обеспечения воспроизводимости содержания влаги или поверхности образца. Вследствие не гомогенности поверхности каждый образец проанализирован 5 раз, вращением образца между сканированием. Полученные спектры усреднены для получения более репрезентативных данных.

Обсуждение результатов



При измерении в режиме отражения наблюдается вариативность спектров, связанная с влиянием фона и матрицы образца, что может вызывать вариативность спектра поглощения образца. Рисунок 1 демонстрирует спектр поглощения образцов.

Это позволяет предположить, что усреднение пяти различных спектров уменьшает ошибку связанную с фоновыми колебаниями.

Значительное различие базовой линии между образцами указывает на различия в рассеянии, что может быть сведено к минимуму преобразованием по второй производной.

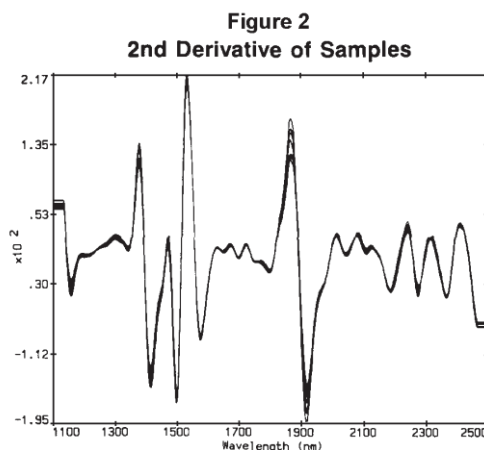
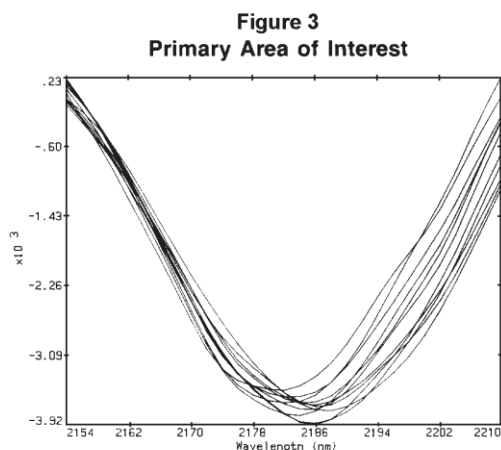


Рисунок 2 демонстрирует спектр второй производной. Таким образом в спектре преобладают именно химические, а не физические свойства. (Примечание: Во второй производной максимальный пик поглощения является минимумом с положительным пиком по обе стороны)

Описание метода



Хотя точная структура лигнина является неопределенной, но известно, что в ней присутствуют фенольные гидроксильные группы. Данные функциональные группы имеют полосу поглощения в районе 2160-2180 нм. Рисунок 3 демонстрирует указанный спектральный диапазон.

Множественная линейная регрессия (МЛР) применялась для 2172 и 1556 нм. Длина волны 1556 нм характерна для целлюлозы. Она включена, т.к. позволяет уменьшить искажение, вызванное присутствием пика целлюлозы в спектре. При расчетах получен коэффициент корреляции (R) 0.914 и стандартная ошибка калибровки (SEC) 1,07%.

Закключение

БИК-спектрометрия является подходящим методом для измерения содержания лигнина в древесной целлюлозе. Экономия времени, в сравнении с используемыми методами мокрой химии, позволяет получить точные и быстрые результаты, а следовательно производить более качественную продукцию по более низкой цене. Кроме того, малое время анализа также позволяет внести своевременные коррективы в производственный процесс, для предотвращения чрезмерной реакции, которая может возникнуть, если промежуток времени между отбором пробы и получением результатов измерений будет большим.

Кроме того, БИК спектроскопия может успешно применяться и для других задач целлюлозно-бумажного производства: определение соотношения мягкой/твердой древесины (см. AN-NIR-9), содержания влаги, коутинга, полимерцеллюлозных смесей, воска и т.д..