

10720

Т Р У Д Ы

ЗАПАДНО - СИБИРСКОЙ
КРАЕВОЙ

МЕЖДУВЕДОМСТВЕННОЙ КОМПЛЕКСНОЙ
химической лаборатории



ВЫПУСК ПЕРВЫЙ

НОВОСИБИРСК

1934 г.

Замеченные опечатки:

Стр.	Строка	Напечатано	Должно быть
18	1 сверху	NHCO_3	NaHCO_3
39	12 снизу	O -	SO_4
48	12 снизу	Выход Al_2O_3	Выход Al_2O_3
73	8 снизу	$(Q_1+Q_2+Q_3+Q_4) \cdot \frac{1}{10} \%$	$(Q_1+Q_2+Q_3+Q_4) \cdot \frac{1}{10}$
76	Таблица внизу	Содержание смолистых и золы относится к весу сухого омыленного осмола, остальные данные анализа рассчитаны на абс. сухую древесину после извлечения смолистых.	
77	Табл. в середине страницы		
78	2 сверху	Сульфатный	Сульфитный
83	12 снизу	NaSO_3	Na_2SO_3
83	10 снизу	осмолом	с осмолом
87	18 снизу	Щелочи	Щелока
91	4 сверху	1,17	0,17
110	11 снизу	4,12	26,12
"	13 снизу	35,79	35,49
"	14 снизу	40,54	40,74
120	8 сверху	сахары	сахара
"	1 снизу	равна 60	равна 11—13
147	1 сверху	Фейрные	Эфирные
149	9 сверху	исследования	исследований
163	24 снизу	характероне	характерное
163	22 снизу	гидрокисламиновым	гидроксисламиновым
168	6 сверху	до 20° С	до—20° С

24/025
3-30

Пространство без штампа, соединяется!

Западно-сибирская межвузовская комплексная

химическая лаборатория

Т 782

ТРУДЫ

ЗАПАДНО-СИБИРСКОЙ КРАЕВОЙ
МЕЖДУВУЗОВОЙ КОМПЛЕКСНОЙ
ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

2/865

ВЫПУСК ПЕРВЫЙ



НОВОСИБИРСК-1934

ПРЕДИСЛОВИЕ

Главной хозяйственной задачей второй пятилетки является завершение технической реконструкции народного хозяйства и на этой основе мощное развитие производительных сил страны... Химическая промышленность должна сыграть во второй пятилетке крупнейшую роль в технической реконструкции...

Развитие этой промышленности для народного хозяйства и обороны страны имеет исключительное значение.

(Молотов, «Задачи второй пятилетки», XVII съезд ВКП(б).

ЗАПАДНАЯ СИБИРЬ пока бедна химической промышленностью, но сочетание высококачественных углей Кузбасса, солей Кугульды и других богатств края создает весьма благоприятные условия для быстрого развития этой промышленности.

Вторая пятилетка является пятилетней основой создания крупной химической промышленности в Западно-Сибирском крае.

Отношение к Кемеровскому химкомбинату, основного комбината и др. в конце неменует лишь химической промышленности края.

В тезисах доклада тт. Молотова и Бухарина к XVII съезду партии «О втором пятилетнем плане развития народного хозяйства СССР» так формулированы задачи в области химической промышленности:

«...добиться решающих сдвигов в развитии химической промышленности, обеспечивающих широкую химизацию всех отраслей народного хозяйства и укрепление обороноспособности страны. Производством всех видов удобрений за годы второй пятилетки повысить в 10 раз; широко развернуть процесс создания ряда новых производств химии (химическая переработка твердого топлива — угля, торфа, сланцев, новые виды красителей, пластмассы, синтетический каучук и т. д.); внедрить новейшие технологические процессы в химическую промышленность (широкое развитие электрохимических и электролитических методов, проведение реакций в газовой фазе и т. д.); ускорить комбинирование химической промышленности с другими отраслями промышленности (ваксовой промышленности, цветной металлургии, черной металлургией и др.) и выделение ряда новых видов сырья».

История и география
и в литературе
243369

Это целиком относится и к нарастающей западно-сибирской химической промышленности.

Задачи, стоящие перед химической промышленностью, требуют максимальной мобилизации научно-исследовательских сил.

Рассчитывать, что все научно-исследовательские вопросы, связанные с развитием химической промышленности, будут разрешены центральными научно-исследовательскими институтами, безусловно, не приходится. Наоборот, в значительной доле тяжесть этих работ должна быть передана на местные краевые научно-исследовательские организации, которые должны поставить свою работу так, чтобы и по качеству и по количеству выполненных или работ по-прежнему удовлетворить запросы химической промышленности, исходя из задач, поставленных народным хозяйством края.

Одной из таких научно-исследовательских организаций край, на долю которой падает большая часть участка в реконструкции и строительстве химической промышленности Западно-сибирского края, является Краевая межведомственная комплексная химическая лаборатория.

Она призвана обслуживать те отрасли химической, лесохимической, наркомановой и легкой промышленности, которые не обслуживаются филиалами отраслевых научно-исследовательских институтов.

Исходя из этого, лаборатории в настоящее время в своем составе имеют следующие сектора: 1) аналитический, 2) основной химической промышленности, 3) органического синтеза, 4) лесохимический, 5) волокнистых и красящих веществ, 6) наркомановой промышленности.

В ее задачи не в разлу с вопросами, связанными со строительством крупной химической промышленности, нашли свое отражение и наиболее актуальные вопросы реконструкции местной кустарно-примитивной промышленности края.

Объем работ лаборатории непрерывно растет. Так, за 1933 год лабораторией было проведено исследовательских работ больше (34), чем за 1930—1931 и 1932 года. Вместе взятые (26 работ). Кроме того, лаборатория, на основе своих работ, приступила к организации ряда опытных химических производств (синтетический камфара, лиственничный тулун и др.), которые организуются для проверки способов производства, разработанных лабораторией, проработки технологического процесса и с целью перенесения опыта на уже действующих установок в создании крупных химических производств.

Если по последнему времени лаборатории для обслуживания своих работ могла опираться на центральными научно-техническими учреждениями, то сейчас, и особенно в дальнейшем, с ростом объема работ является настоятельной необходимостью публиковать работы в форме отдельных сборников — «Трудов Западно-сибирской краевой межведомственной химической лаборатории». Настоящий первый

выпуск включает в основном часть работ 1933 года и лишь незначительное количество работ 1931 и 1932 года, ранее не опубликованных, но имеющих бесспорное значение для химической промышленности.

Дальнейшие выпуски «Трудов» предполагаем производить исходя не из хронологического порядка производства работ, а объемная работа по проблемам. Так, готовящийся к печати II выпуск «Трудов» объединяет все работы, проведенные лабораторией по искусственным камням и пиломатериалам и по изучению живицы этих хвойных.

Директор лаборатории А. Пенгетов.

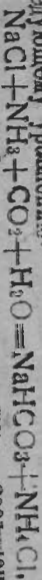
ЧАСТЬ ПЕРВАЯ

К ПРОИЗВОДСТВУ СОДЫ ИЗ МИРАБИЛИТА АММИАЧНЫМ СПОСОБОМ

Ю. П. Никольская

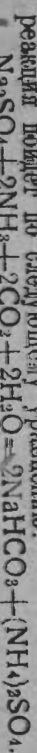
ОСНОВНЫМ сырьем для производства соды является в условиях Западной Сибири сульфат натрия. Для переработки последнего на соду имеется известный проверенный метод Лавиада, который состоит в сжигании сульфата натрия с углекислым кальцием и углем при температуре 900—920°C, при чем натрий сульфата переходит в соду. Na_2SO_4 , а сера сульфата соединяется с кальцием в еще CaS . Последний является нерастворимым соединением, благодаря чему сода вымывается из смеси с помощью воды, содержащей CaS , перерабатывается тем или иным методом на соду. Этот метод имеет ряд отрицательных сторон: сложность процесса, высокая себестоимость продукта, плохое качество получаемой соды. Эти обстоятельства делают необходимым нахождение других методов для переработки сульфата на соду. Таким методом, имеющим ряд бесспорных экономических и технологических преимуществ, является аммиачный метод (Сольвад). Но метод Сольвад рассчитан на исходный материал — поваренную соль.

Основная реакция получения соды методом Сольвад протекает по следующему уравнению:



При чем NaHCO_3 , как мало растворимое соединение, выпадает в осадок, а хлористый аммоний остается в растворе.

Если NaCl в данной реакции заменить сульфатом натрия, то реакция пойдет по следующему уравнению:



Получающийся здесь сернистый аммоний так же, как и хлористый аммоний, обладает большой растворимостью по сравнению с NaHCO_3 , благодаря чему возможно их разделение. Выкарбонат натрия превращается на соду, а сульфат аммония тем или иным методом выводится из раствора и перерабатывается как удобрительный туф. Последнее обстоятельство, т. е. получение по этому методу, натриу с содой сернистого аммония, придает большую ценность этому методу, т. к. сернистый аммоний является ценным и необходимым для сельского хозяйства удобрительным туфом; мы же получаем его здесь без затрат серной кислоты, как побочный продукт.

Получить 100-процентное использование сульфата натрия, т. е. 100-процентный выход соды, по этой реакции невозможно по двум причинам:

- 1) благодаря растворимости NaHCO_3 .
 - 2) благодаря обратимости реакции, т. к. эта реакция равновесная.
- Приступая к работе в 1931 г., мы поставили себе целью изучить

различные этой реакции при различных температурах¹; в результате выделенные различные количества и количества фатов на процент использования натрия (на выход бикарбоната).

Мы вывели «оптимальный» процент использования натрия при температурах 15, 30 и 40°C при давлении газовой фазы над раствором около одной атмосферы и «максимальный» процент использования натрия при температуре 15°C, давлении около одной атмосферы и различных концентрациях сульфата натрия в растворе.

Под термом «оптимальный» процент использования натрия мы понимаем тот наибольший процент использования натрия, который возможно получить вообще по этой реакции при данной температуре и давлении газовой фазы над раствором; под термом «максимальный» процент использования натрия можно понимать тот наибольший процент использования натрия, который можно получить из раствора сульфата натрия данной концентрации при данных температуре и давлении. Для этого мы определяли состав раствора, находящегося в равновесии с твердыми солями, имеющимися в остатке при указанных температурах и различных концентрациях исходных продуктов. Равновесие мы получали как со стороны Na_2SO_4 и NH_4HCO_3 , так и со стороны NaHCO_3 и $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, исходя из соответствующих твердых химических чистых солей и дистиллированной воды. Аппарат, которым мы пользовались при проведении опытов, показан на рис. № 1. (См. ст. 11).

«А» — водяной термометр, «В» — реакционная склянка, «С» — точный термометр с делениями 0,1°C, «Д» — склянка с водой, «Е» — мешалка с ручными затвором.

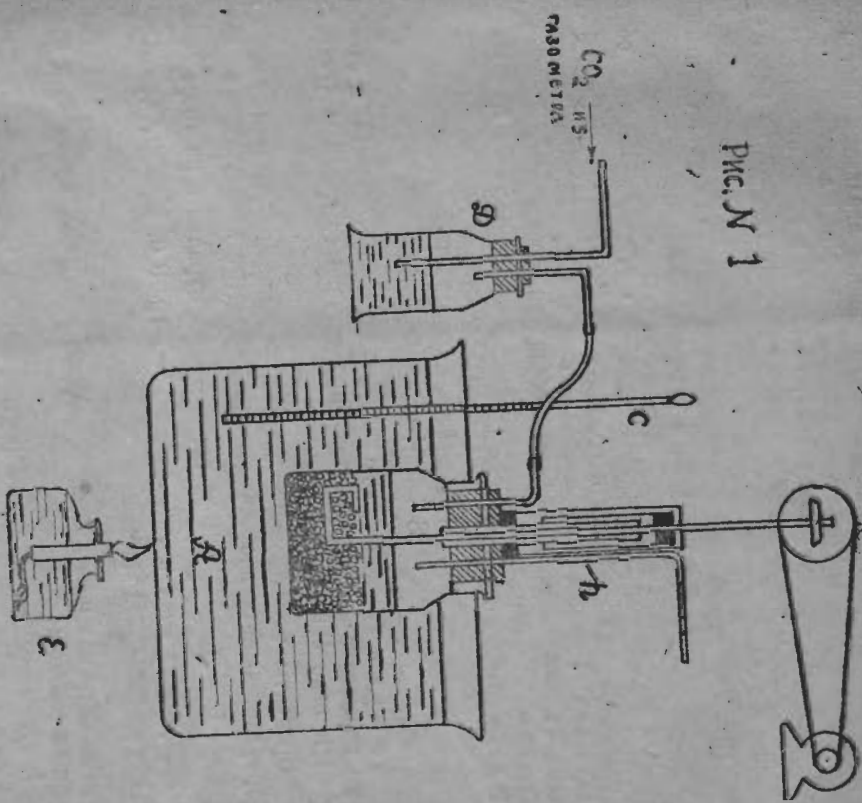
Опыты проводились таким образом:

В склянку «Д» помещалось нужное количество исходных сухих химических чистых солей, затем склянка ставилась в термометр, в котором устанавливалась нужная температура; в склянку «Д» наливалось 50 см³ дистиллированной воды и затем через склянку «Д» и «В» пускался ток CO_2 , с целью вытеснения из реакционной склянки воздуха и заполнения ее углекислотой; последнее мероприятие препятствует разложению бикарбоната и, благодаря этому, совершенно устанавливается равновесие. По вытеснении воздуха вода из склянки «Д» переливалась под давлением углекислоты в реакционную склянку «В», которая затем разбавлялась с помощью зажимов от внешнего воздуха. Наконец пускалась в ход мешалка.

Перед отбором проб мешалка останавливалась, раствор осветлялся благодаря оседанию осадка и отбиралась проба, осветленного раствора, при чем одна из стеклянных трубок, входящих в реакцион-

1 Присутствуя к работе, мы не имели сведений, что аналогичная работа ведется в НИУ, о которой нам стало известно с опубликованной части ее в журнале „Прикладной химии“, но, учитывая несколько иное направление наших работ, мы решили довести их в лабораторной работе до конца.

Рис. № 1



ную склянку, опускалась в осветленный раствор, который выдвигался с помощью углекислоты непосредственно в пикнометр.

Равновесие считалось установившимся в том случае, если две пробы, сделанные одна за другой через промежуток времени, равный обычно минутам, показывали один и тот же состав.

Анализ раствора производился таким образом: жидкость из пикнометра, после выщелачивания, переливалась в мерную колбочку на 100 см³ и там определялись: SO_4 — с помощью хлористого бария; содержание углекислоты, выделенной ее из раствора действием содовой кислоты при кипячении и поглощенной известинной CO_2 натриевой вестью; содержание аммиака (общее), производимой оттоку аммиака из раствора в присутствии избытка азотной кислоты в титровальный раствор солиной кислоты; щелочность раствора определяли, титруя пробы раствора 10 N HCl присутствием метилоранжа (содержание натрия

вычисляли по разности на основании данных анализа и пробы для проверки определили непосредственно в виде NaCl , обработавшись смесями от SO_4 помощью хлористого бария, а затем от избытка последнего — с помощью углекислого аммония. Результаты работ сведены в таблице № 1.

Процент карбонизации, указанный в таблице, означает отнесенный процент углекислоты в весе бикарбоната.

От вычислений по формуле: $\frac{2\text{ScO}_2 - \text{Sa}}{\text{ScO}_2 - \text{Sa}}$, при чем ScO_2 — общее

содержание углекислоты в гр.-эквив. в 1 л. раствора; Sa — содержание щелочей в гр.-эквив. в 1 л. раствора. Формула взята из следующего расчисления: обозначив через S бик и Sk кар. соответствующее содержание бикарбонатов и карбонатов в гр.-эквив. в 1 л. раствора, можно написать:

$$\text{S бик} + \text{S кар} = \text{ScO}_2;$$

$$\text{S бик} + 2\text{S кар} = \text{Sa}.$$

Решая эти уравнения, получаем: $\text{S бик} = 2\text{ScO}_2 - \text{Sa}$, и отсюда уже переходим к относительному процентному содержанию углекислоты в виде бикарбоната.

Проценты использования натрия и аммония вычисляются по формулам, данным проф. Фехольцем. Процент использованного натрия — $\text{U Na} = \frac{\text{S}_{\text{бик}} - \text{S}_{\text{кар}}}{\text{S}_{\text{бик}} - \text{S}_{\text{кар}}}$, где S — концентрация в растворе соответствующего иона в гр.-экв. на 1000 гр. H_2O . Процент использованного аммония — $\text{U NH}_4 = \frac{\text{S}_{\text{бик}} - \text{S}_{\text{кар}}}{\text{S}_{\text{NH}_4}}$.

Расматривая результаты, приведенные в таблице, приходим к следующим выводам:

1. Концентрации нехлорного раствора Na_2SO_4 .

Возле температуры 15°C . наиболее подходящую к заводским условиям и наиболее нам интересную. С увеличением концентрации нехлорного раствора Na_2SO_4 повышается процент использования натрия и процент использования аммония. Кроме того, повышается содержание в растворе сульфата аммония, что с практической стороны представляет большой интерес, т. к. этим объясняется та же самая выдержка его из маточного раствора. Но, как видно из таблицы, повысить концентрацию Na_2SO_4 в нехлорном растворе можно лишь до известного предела, а именно до 8,7851 гр.-экв. на 1000 гр. воды. Повышал концентрацию Na_2SO_4 выше этого предела, мы тем самым создаем условия для обязательного выпадения в осадок наряду с NaHCO_3 также других солей, остающихся до сих пор в растворе. Работая на предельной концентрации Na_2SO_4 (8,7851 гр.-экв. на 1000 гр. воды), мы в заводских условиях имеем также эту опасность. Вывод из всего этого следующий: работать следует с концентра-

№№ опытов	Na_2SO_4	NH_4HCO_3	NaHCO_3	створе на 1000 гр. приходится				К-во Na_2SO_4 и NH_4 в гр.-экв. на 1000 гр. H_2O , нужные для получения предельного маточного раствора	
				Щелоч. гр.-экв.	Na гр.-экв.	CO_2 общ. гр.-мол.	CO_2 бик. гр.-мол.	Na_2SO_4	NH_4
1	9,5055	9,9635	—	1,2786	2,5830	1,0433	0,8082	8,6183	7,3240
2	10,5	11,0	—	1,2081	2,5484	1,0144	0,8204	8,5616	7,2212
3	—	—	4,0	1,2000	2,5587	0,9804	0,7610	8,8706	7,5118
3а	—	—	4,0	1,1970	2,5390	0,9780	0,7590	8,7851	7,4431
4	7,5	9,0	—	1,3588	2,3015	1,1167	0,8745	7,5030	6,5603
5	—	2,2	3,1	1,3350	2,2702	1,1170	0,8991	7,4740	6,5388
6	6,10	7,5	—	1,5052	1,9481	1,3227	1,1403	6,0635	5,6210
7	—	2,2	3,1	1,5099	1,8781	1,3029	1,0958	6,0048	5,6366
8	5	6,5	—	1,7148	1,7012	1,4290	1,1432	4,8960	4,9082
9	—	2,2	4,1	1,7021	1,6980	1,4397	1,1771	4,9150	4,9191
10	3,5	5	—	2,0361	1,4230	1,7791	1,5197	3,4784	4,0918
11	—	2,2	4,1	2,0223	1,4062	1,7426	1,4631	3,4759	4,0922
12	14,08	14,34	—	2,0649	2,7436	1,6054	1,1461	11,0062	10,3273
13	—	—	3,9	2,9504	3,0790	2,0826	1,2143	13,0821	12,5535

№№ опытов	Взвешено на 1000 гр. H ₂ O в гр.-экв.				t°С	Плотность маточного раствора	1 литр маточного раствора содержит в гр.-эквивал.							Процент карбонизации	Процент использования Na	Процент использования NH ₄	В маточном растворе на 1000 гр. приходится						Na ₂ SO ₄	NH ₄		
	Na ₂ SO ₄	NH ₄ HCO ₃	NaHCO ₃	(NH ₄) ₂ SO ₄			SO ₄	NH ₄	Щелочей	Na (вычис.)	Na (опред. опыт.)	CO ₂ общ. в гр.-мол.	CO ₂ бик. в гр.-мол.				H ₂ O в гр.-мол.	SO ₄ гр.-экв.	NH ₄ гр.-экв.	Щелоч. гр.-экв.	Na гр.-экв.	CO ₂ общ. гр.-мол.			CO ₂ бик гр.-мол.	К-во Na ₂ SO ₄ и NH ₄ в гр.-экв. на 1000 гр. H ₂ O, нужные для получения предельного маточного раствора
1	9,50559	9,635	—	—	15°	1,26986	5,56405	5,7130	9,7301	1,9656	—	—	0,79390	0,6150	42,22	77,46	70,03	82,40	8,6183	7,3240	1,27862	5,8301	1,04330	8,0832	8,6183	7,3240
2	10,5	11,0	—	—	—	1,27356	5,56125	5,53400	0,9258	1,9580	—	—	0,77770	0,6287	42,54	80,89	70,23	83,00	8,5616	7,2212	1,20812	5,4841	1,01440	8,204	8,5616	7,2212
3	—	—	4,0	10,94	—	1,27346	7,2395	6,9400	0,9096	1,9395	—	—	0,74320	0,5768	42,07	77,61	71,16	84,02	8,8706	7,5118	1,20002	5,5870	0,98040	7,610	8,8706	7,5118
3а	—	—	4,0	10,94	—	1,27216	6,6732	5,63600	0,9096	1,9294	—	—	0,74320	0,5768	42,18	77,61	71,10	83,92	8,7851	7,4431	1,19702	5,5390	0,97800	7,590	8,7851	7,4431
4	7,5	9,0	—	—	—	1,25255	5,8752	5,13701	0,6401	1,8022	—	—	0,87440	0,6848	43,46	78,32	69,32	79,29	7,5030	6,5603	1,35882	3,015	1,11670	8,745	7,5030	6,5603
5	—	2,2	3,5	7,5	—	1,25025	5,8507	5,11861	0,4501	1,7771	—	—	0,87440	0,7038	43,45	80,49	69,62	79,58	7,4740	6,5388	1,33502	2,7021	1,17000	8,991	7,4740	6,5388
6	6,10	7,5	—	—	—	1,22634	4,8980	4,54101	2,1601	1,5738	—	—	1,06860	0,9212	44,28	86,20	67,87	73,22	6,0635	5,6210	1,50521	1,9481	1,32271	1,1408	6,0635	5,6210
7	—	2,2	3,5	6,10	—	1,22574	4,8660	4,56761	2,2236	1,5219	—	—	1,05590	0,8880	44,98	84,11	68,72	73,21	6,0048	5,6366	1,50991	1,8781	1,30291	0,955	6,0048	5,6366
8	5	6,5	—	—	—	1,20484	4,0686	4,07991	4,25	1,4137	—	—	1,18750	0,9300	46,13	80,00	65,25	65,09	4,8960	4,9082	1,71481	1,70121	1,42301	1,432	4,8960	4,9082
9	—	2,2	4,5	5	—	1,20384	4,0766	4,07991	4,1171	1,4083	—	—	1,19400	0,9763	46,03	81,77	65,45	65,40	4,9150	4,9191	1,70211	1,69801	1,43971	1,771	4,9150	4,9191
10	3,5	5	—	—	—	1,17432	2,95703	4,7841	1,73091	1,2097	—	—	1,51141	1,2919	47,18	85,48	59,09	50,23	3,4784	4,0918	2,03611	1,42301	1,77991	1,5197	3,4784	4,0918
11	—	2,2	4,5	3,5	—	1,17392	2,95873	4,8321	1,7214	1,1970	—	—	1,48331	1,2451	47,25	83,95	59,55	50,58	3,4759	4,0422	2,02231	1,40621	1,74261	1,4631	3,4759	4,0922
12	14,08	14,34	—	—	30°	1,59907	7,62297	1,5271	4,8001	1,9002	—	—	1,11190	0,7938	32,89	71,39	75,07	80,01	11,0062	10,3273	2,06492	1,74361	1,60541	1,1461	11,0062	10,3273
13	—	—	3,97	17,1	40°	1,31908	4,88048	2,9801	1,8900	1,97242	0,1831	3,3410	7,782	35,55	58,33	76,46	77,22	13,0821	12,9535	2,9504	3,07902	2,08261	1,2148	13,0821	12,9535	

цией Na_2SO_4 блитого ступней, но меньшей предельной; тогда мы имеем вытеснение проценту использования Na и NH_4 , а в остатке лишь NaHCO_3 . Но на практике работа с такими концентрированными растворами сернокислого натрия сопряжена с неприятностями, а именно: растворимость сульфата натрия в воде почти в пять раз меньше того количества, которое нам надо ввести, а в присутствии NH_3 водород по процессу Сольбери насыщается неохотный раскол перед карбонатами, эта растворимость понижается еще в 2 раза.

Это обстоятельство диктует необходимость существенных изменений аппаратуры и режима по сравнению с обычным процессом Сольбери. Если при работе с хлористым натрием уже возникает вопрос о целесообразности введения твердой соли во время карбонизации, то здесь это будет уже необходимым. Вернее здесь придется исходить не из растворов сульфата, а из твердой соли и прибавлять туда известное количество воды, которое не в состоянии будет растворить всю соль. В виду же этого является необходимостью или предварительной очистки глауберовой соли от ила и посторонних примесей, или же придется предвидеть к сульфату известные требования в отношении его чистоты. В условиях Западной Сибири, или, точнее, в условиях Кушукского озера, это возможно, если работать на непосредственном сульфате, акклиматизировав, таким образом, сульфат, заключенный в раде озера. Этот сульфат обладает высокой степенью чистоты, с количественной же стороны неосвоенный сульфат также вытесняется при этом, так как, даже без организации бассейнового хозяйства, с осени начинается образовываться новосадка сульфата по всей площади озера слоем 40 см., который в зимнее время частично вытесняется при волнении на прибрежную полосу льда, образуя так называемые выбросы. В пласке же сульфата, который залегают сплошной пленкой по всему озеру, имеются примеси ила и песка — для чистых процессов до 2 проц., а для более загрязненных до 20 проц. и выше.

Поэтому, на ряду с разработкой вопроса об акклиматизации пласта, необходимо предусмотреть и способ очистки его от механических примесей, что, очень усложнит процесс производства соли. В обычном процессе Сольбери в очистке исходного NaCl нет необходимости, т. е. при введении в раскол аммиака и небольшого количества углекислоты, что имеет место до карбонизации, соединения Ca , Mg , Fe , Al и др. выпадают в форме углекислых, основных углекислых солей и гидратов, а затем аммиачно-содовой раскол освобождается от них без остатка отставания.

II. Количество аммиака, вводимое в процесс для соответствующих концентраций Na_2SO_4 , должно приближаться к тому, которое дано в последней графе нашей таблицы.

Меньшее его количество будет понижать выход соли.

III. Повышение температуры реакции, как видно из таблицы, благоприятно отражается на выходах и продуктивности процесса. Однако, работа при повышенной температуре и с такими высокими кон-

пентраминами, какие указаны в таблице для высоких температур, имеет ряд отрицательных сторон: получаются слишком густые концентрированные пудры перед фильтрацией бикарбоната, что неудобно для технологических операций (перекачка по трубам и т. д.); процесс фильтрации и отжимки бикарбоната должен очень усложниться и, наконец, при высоких температурах осадок получается каучукообразный, трудный для фильтрации осадок бикарбоната.

IV. Для сравнения процессов получения соды из сернистого натрия и обычных содовых процессов — с хлористым натрием, приводим оптимальные проценты использования натрия и аммония в том и другом случае:

При $t=15^{\circ}\text{C}$

Для NaCl

$\text{U Na} = 78,8$ проц.

$\text{U NH}_4 = 85,0$ проц.

При $t=30^{\circ}\text{C}$

Для NaCl

$\text{U Na} = 81,6$ проц.

$\text{U NH}_4 = 74,8$ проц.

Для Na_2SO_4

$\text{U Na} = 71,10$ проц.

$\text{U NH}_4 = 83,92$ проц.

Для Na_2SO_4

$\text{U Na} = 75,07$ проц.

$\text{U NH}_4 = 80,01$ проц.

V. Необходимо отметить, что для данного процесса наиболее удобно работу вести не с газобразными углекислотой и аммиаком, а с твердым двууглекислым аммонием, так как в этом случае влажность воздуха не является препятствием для производства соды и содержание кристаллизационной воды минимально лишь незначительное количество воды, требующееся для проведения реакции в оптимальных условиях.

Изучив процесс получения соды из сульфата натрия с теоретической стороны, мы выжили за разрешением ряда практических вопросов, связанных с получением соды этим методом.

Прежде всего мы занялись выяснением метода получения двууглекислого аммония. Получение соды с применением твердого двууглекислого аммония имеет, по сравнению с работой на газобразной углекислоте и растворе аммиака, ряд преимуществ, а именно:

1) При работе с твердым двууглекислым аммонием время, в течение которого система близко подходит к состоянию равновесия и получается практически приемлемый выход соды, равно 5—7 часам, в то время, как при работе на газобразном CO_2 оно равно 20—25 часам.

2) При работе с газобразным CO_2 и раствором аммиака возникает следующее затруднение: если работать с аммиаком, то нужно приложить аммиак крепостью 29—30 проц., что практически невозможно. Зубов это затруднение исчезает.

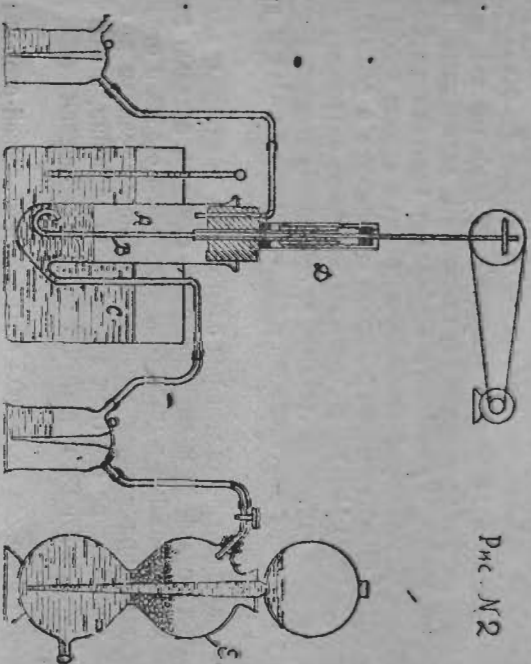
3) С применением двууглекислого аммония исчезает необходимость получения аммиака и CO_2 на месте производства соды ввиду портативности двууглекислого аммония и его транспортируемости. Опасаясь больших потерь двууглекислого аммиака при перевозке и

хранении через углекислотные нет оснований, так как даже при небольшом давлении воздуха и тонком слое соды его легучесть при температуре 20° равна, примерно 0,75 проц. в сутки. Применяя соответствующую этику тару и способ хранения двууглекислого аммония, возможно потери аммония снизить до весьма низких величин, не могущих влиять на экономичность производства соды.

Мы остановились на разработанном методе получения двууглекислого аммония, заключающемся в насыщении концентрированного раствора аммиака газобразной углекислотой.

Приметная к работе, мы задались целью выявить наиболее приемлемые с практической стороны условия получения двууглекислого аммония в смысле продолжительности процесса, температуры и концентрации углекислоты.

Аппаратура, примененная нами, показана на рис. № 2.



На «А» — реакционная склянка, «В» — мешалка, «С» — термометр, «D» — ручный затвор, «Е» — аппарат Киппа для получения углекислоты.

Опыты проводились таким образом: в реакционную склянку наливалось 50 см³ 20-процентного раствора аммиака, затем она ставилась в термостат, наполненный снегом, соединялась с аппаратом Киппа так, что углекислота пробиралась через раствор аммиака и пускалась в ход мешалка со скоростью 120 обор. в минуту. Через 2—3 часа после начала опыта выпадал осадок углекислого аммония, который при дальнейшем действии углекислоты переходил в двууглекислый аммоний. Через определенное время склянка вынималась из термостата, отбирались пробы осадка, который отжимался с помощью

воронки Бюхнера и насоса, а склянка опята становится в термостат и производится дальнейшее насыщение углекислотой. Хорошо отжатый осадок поступает на анализ, причем определенная часть метокса разлагается углекислотной содой, щелочью и отгонкой получающегося аммиака и CO_2 — методом разложения каловой и удаляванием получающегося CO_2 натронной известью.

Работая на 100-процентной углекислоте, мы получили также результаты: через 5 часов передельная аммиака в реакционной склянке насыщена углекислотой на 97 проц., исходя из того количества углекислоты, которое должен поглотить аммиак, насытившись до образования NH_4HCO_3 . Следующий отбор пробы через 2 часа дал соотношение между NH_3 и CO_2 в осадке соответствующее как раз NH_4HCO_3 .

Отсюда мы установили, что в условиях наших лабораторных опытов при оптимальной температуре 0°C 20-проц. раствор аммиака насыщается до образования NH_4HCO_3 в течение 6—7 часов.

Далее, мы провели опыт с углекислотой, разбавленной воздухом. Разбавление достигали с помощью газометров, выключенных на ряд с аппаратами. Кипша. Углекислоту разбавляли воздухом на 75 проц. При действии разбавленной углекислоты отбор и анализ пробы осадка через 5 часов передельная показала содержание в нем CO_2 , соответствующее NH_4HCO_3 . На этом мы опыты по получению двууглекислотного аммиака закончили, установив, собственно говоря, лишь возможность получения двууглекислотного аммиака этим методом и приблизительные условия.

Далее нами был поставлен ряд опытов получения соды, исходя из нестехиometricкого сульфата и двууглекислотного аммиака, с целью выявить практические возможные выходы соды и качество осадка в отношении его структуры при условии проведения процесса реакции при обыкновенной температуре (20°C) и атмосферном давлении, а также произвести качественное сравнение продукта соды в отношении содержания Na_2SO_4 .

Изучение процесса получения соды с теоретической стороны показало нам, что нужно иметь концентрацию Na_2SO_4 в исходном растворе близкую к той, которая отвечает узловой точке (наше опытов: 1, 2, 3 и 4 на нашей табличке). Т. е. здесь мы имеем оптимальный процент использования натрия. В виду этого мы взяли 8,1441 гр. экв. Na_2SO_4 на 1000 гр. H_2O .

На нашей табличке этой точки нет, мы взяли промежуточную между № 3-а и № 4. Количество аммиака, которое требуется для данной концентрации Na_2SO_4 , мы взяли, пользуясь последней графой таблички. Опыт такт среднее арифметическое между точками 3-а и 4.

Опыты мы проводили таким образом: помещали в склянку определенное количество $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ и NH_4HCO_3 (подтянутого вышеописанным методом), добавляли туда требуемое количество воды (20,2 гр. на 100 гр. $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$); склянка помещалась в термостат,

где поддерживалась температура 20°C и загруженная масса перемешивалась с помощью механической мешалки, выходящей в склянку через гидравлический затвор.

В результате наших опытов выяснилось следующее: через 6—7 часов передельная, реакция образования соды можно считать практически законченной, т. е. весь S^{2-} , взятый в виде Na_2SO_4 , находится в жидкой фазе и коэффициент использования Na равен 69—70 проц.

Это мы определяли обычным путем: через известные промежутки времени после начала опыта мы останавливали мешалку; дав осадку отстояться, отбирали пробу осветленного раствора непосредственно в пипетку и, определив удельный вес раствора, рассчитывали его полный анализ.

С помощью полученных данных мы рассчитывали, сколько гр. эквивалентов каждого иона (Na , SO_4 , NH_4 , CO_3 и HCO_3) в растворе приходится на 1000 гр. H_2O .

Из того, что весь SO_4 переходит в условиях нашего опыта через определенное время в раствор, можно сделать вывод, что для того, чтобы получить соду с минимальным содержанием Na_2SO_4 , нужно, наряду с промыванием осадка NaHCO_3 водой, провозводить как можно более тщательный отъем осадка, оставив таким образом между частицами осадка как можно меньше раствора. Это предположение подтвердилось нашими следующими опытами: в одном случае мы, отфильтровав осадок NaHCO_3 с помощью воронки Бюхнера и вакуум-насоса и промыв его два раза водой, затратив последний из расчета 0,6 в. ч. и промыв 1 в. часть теоретическим окислительного выхода Na_2SO_4 , отфильтровав, промывные воды также с помощью вакуум-насоса; в этом случае мы получили соду (после прокалки NaHCO_3) с содержанием 13,00 проц. Na_2SO_4 .

В другом случае мы проводили фильтрацию и промывку совершенно в таких же условиях, но после отфильтровывания вторых промывных вод мы тщательно отжимали осадок между листами фильтровальной бумаги с помощью прессы. Сода, полученная из этого бикарбоната, содержала 6,7 проц. Na_2SO_4 .

Нужно думать, что если произвести тщательный отжим не только последних промывных вод, как это имело место в нашем случае, но также и каловой раствора и первых промывных вод, то можно снизить содержание Na_2SO_4 в соде до незначительного процента.

Далее мы поставили ряд опытов получения соды с затратой различного количества воды на промывку бикарбоната и наблюдали фактический выход Na_2CO_3 и содержание в ней Na_2SO_4 , при чем фиксирование производили с помощью воронки Бюхнера и вакуум-насоса.

Получили такие результаты: с затратой воды в количестве 1,2 в. ч. на 1 в. ч. Na_2CO_3 получается Na_2CO_3 с содержанием 6 проц. Na_2SO_4 ; с затратой воды 1,8 в. ч. воды на 1 в. ч. соды — 4,8 проц. Na_2SO_4 ; чем меньше вода (в 0,6 в. ч. на 1 в. ч. соды) уменьшится

21865

выход aNHCO_3 (растворяя его) на 2,5—3 проц., так что, встречивая, например, 1,8 в. ч. H_2O на 1 в. ч. соли, мы имеем содержание Na_2SO_4 в соде 4,8 проц., получаем выход бикарбоната 59—60 проц. Попробовав промыть осадок бикарбоната не чистой водой, а 5-процентным раствором NaHCO_3 , мы пришли к отрицательным результатам, т. е. получается очень плохое освобождение от SO_4 : получившая сода, с содержанием 9,5 проц. Na_2SO_4 , в то время, как промытая тем же, количеством воды и в тех же условиях дает соду с 6 проц. Na_2SO_4 , при чем увеличение выхода бикарбоната, благодаря применению вместо воды раствора NaHCO_3 , не наблюдается.

Из приведенных опытов можно сделать следующие выводы:

1) С затратой времени в 6—7 часов, при комнатной температуре и атмосферном давлении, мы получаем, исходя из $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ в NH_4HCO_3 , выхода соды от 60 до 66 проц., в зависимости от количества воды, затраченной на промывку.

2) Получается при вышеописанных условиях хорошо окристаллизованный и хорошо фильтрующийся осадок.

3) Следует производить как можно более тщательный отжим осадка NaHCO_3 от маточного раствора и промышленных вод, что в условиях производства возможно при применении центрифуг.

Учитывая технологические преимущества применения твердого двууглекислого аммония, о которых сказано выше, мы считаем необходимым рекомендовать этот способ, особенно в условиях Западной Сибири, где точки строительства аммиачных заводов и содового завода территориально не совпадают. Аммиачные заводы к строительству намечены в Кемерово и Сталинске. Содоный же завод вероятнее всего будет строиться в Барнауле. Создание в Барнауле третьего аммиачного завода для обслуживания содового производства вряд ли будет целесообразно; правильнее из Кемерово или Сталинска, подчас там двууглекислый аммоний, последний доставить на Барнаульский содовый завод, где, пустая в производстве соды двууглекислый аммоний, отходом будет иметь сульфат аммония. Этим весьма значительно снизится стоимость строительства содового комбината, — отпадает необходимость строительства аммиачного завода, стоимость которого во много раз выше стоимости содового завода, и разрешится вопрос с дефицитом серной кислоты в условиях Кемерово и Сталинска, так как исчезает необходимость производства сульфата аммония, а будет вырабатываться двууглекислый аммоний, углекислота для производства которого будет иметься в избытке как в Кемерово, так и в Сталинске.

РЕЗУЛЬТАТЫ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ ЗОНЫ ГОРЮЧИХ СЛАНЦЕВ ДМИТРИЕВСКОГО МЕСТОРОЖДЕНИЯ НА ПРИГОДНОСТЬ В КАЧЕСТВЕ САМОСТОЯТЕЛЬНОГО ВАКУУШЕГО

Г. В. Непрасова

НАСТОЯЩЕЕ исследование носит характер предварительного обследования и является одним из этапов большой работы по выявлению пригодности зоны горючих сланцев Дмитриевского месторождения для производства стройматериалов.

Поставить исследование с исчерпывающей полнотой не представлялось возможным ввиду того, что сырье было пригнано в весьма ограниченном количестве, а также за недостатком времени, препятствующим для испытания.

Химический характер сланцевой зоны выявлялся на 30 пробах сланца, отобранных при проходке скважины № 1 (Паспорта проб см. в табл. 1-й).

По данным химического анализа, содержание окиси кальция в исследуемых зонах колеблется от 11,63 проц. до 43,96 проц., при чем наибольшее содержание CaO дает пласт II—35,11 и 43,96 проц. (т. е. больше, чем в некоторых известковых породах).

Несколько пониженным количеством известки, сравнительно с отгазными пластами, характеризуется VI-й. Среднее содержание в нем окиси кальция (15,82 проц.) можно считать недостаточным для применения zone самостоятельных вяжущих свойств.

Остальные пласты по содержанию окиси кальция располагаются между II-м и VI-м.

Исходя из этого можно, поочередно для цемента обожженного не по спеканию, получен значительное понижение, сравнительно с рекомендуемыми нормами.

По отношению к порланд-цементу это отклонение, как видно из таблиц, еще сильнее. Кремнеземистый молуд, в подавляющем большинстве проб, выходит из нормальных для порланд-цемента пределов в сторону повышения. Высокое значение кремнеземистого молудов позволяет считать, что твердение зольного вяжущего будет протекать, главным образом, за счет образования гидросиликата кальция.

Сравнительно небольшое содержание окиси железа (от 2,26 до 6,61 проц.) благоприятно в смысле уменьшения возможности частичного расслабления золь з случае применения сланцев в качестве толстого слоя.

Количество щелочей и минеральной углекислоты, в сожалегию, не определено.

Содержание окиси марганца в отгазных пробах достигает значительных цифр (16,14, 16,80 проц.), что дает право приписать их к типу доломитизированных.

Таблица № 1

Химическая

горючих сланцев Димитровского месторождения

№№ пластов	№№ проб (лаборат.)	Глубина отбора проб в метрах		Мощность плашки (м)	Выход керна (м)	Диаметр керна (мм)	Потеря при прокаливании, в %	Химический			
		От	До					SiO ₂	Al ₂ O ₃	TiO ₂	
I	1	70,25	71,26	1,01	0,80	76	32,76	43,20	7,77	0,43	
	2	71,26	72,27	1,01	0,80	71	34,55	48,10	12,12	0,85	
	3	72,27	73,28	1,01	0,80	29	30,90	47,37	10,59	0,42	
	4	73,28	74,29	1,01	0,80	27	27,82	44,20	12,86	0,42	
	5	74,29	75,30	1,03	0,80	24	24,88	49,93	15,75	0,37	
	6	75,30	76,33	1,03	0,80	25	25,90	47,38	15,79	0,37	
II	7	76,43	77,43	1,00	0,88	32	32,04	32,12	4,97	—	
	8	77,43	78,43	1,00	0,88	34	34,10	37,17	6,49	—	
III	9	79,13	80,47	1,34	0,88	28	28,73	52,30	15,73	0,31	
	10	80,47	81,80	1,33	0,88	25	25,72	55,50	10,09	—	
IV	11	82,55	85,70	3,15	1,25	28	28,04	51,12	9,96	—	
V	12	87,98	88,98	1,00	0,90	29	29,68	50,05	11,81	—	
	13	88,98	89,98	1,00	0,90	25	25,04	52,42	13,59	—	
	14	89,98	90,99	1,07	0,90	29	29,02	55,87	14,50	—	
	15	90,99	92,00	1,01	0,90	25	25,90	50,57	13,21	—	
	16	92,00	93,00	1,00	0,90	24	24,65	58,65	6,17	—	
	17	93,00	94,00	1,00	0,90	24	24,72	57,80	6,94	—	
VI	18	94,10	94,96	0,86	0,72	21	21,10	58,59	13,50	1,75	
	19	94,96	95,82	0,86	0,73	22	22,18	61,00	10,98	0,37	
	20	95,82	96,62	0,80	0,73	22	22,42	63,27	5,15	0,30	
	21	96,62	97,42	0,80	0,73	24	24,80	58,84	4,05	0,39	
VII	22	97,42	98,22	0,80	0,73	26	26,08	56,33	3,55	0,20	
	23	100,68	101,94	1,36	1,25	23	23,53	55,67	8,31	—	
	24	101,94	103,30	1,36	1,25	28	28,48	54,93	8,73	0,80	
	25	103,30	104,56	1,26	—	25	25,40	54,02	6,85	—	
VIII	26	104,56	105,83	1,27	0,65	25	25,40	49,16	3,20	0,94	
	27	105,83	107,06	1,23	—	21	21,60	61,57	10,80	—	
	28	107,06	108,28	1,22	0,65	22	22,78	54,71	8,86	—	
	29	108,48	109,38	0,90	0,57	23	23,51	56,86	9,02	—	
IX	30	109,38	110,29	0,91	0,57	21	21,51	51,21	11,40	1,96	

Характеристика

рождения (Барассе) из скважины № 1.

Состав золы в %							Модули			
FeO ₂	CaO	MgO	SO ₃	Сумма	CaO	SiO ₂	CaO+MgO	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃
5,55	25,65	16,80	0,91	100,31	0,45	0,75	0,34	0,52	0,34	1,40
5,09	22,50	11,25	1,12	100,53	0,34	0,52	0,34	0,52	0,34	1,38
6,13	22,53	12,25	0,68	99,55	0,35	0,56	0,35	0,56	0,35	1,73
6,37	23,83	11,82	0,77	100,47	0,37	0,56	0,37	0,56	0,37	1,96
6,18	19,23	7,69	0,80	99,58	0,27	0,37	0,27	0,37	0,27	2,58
6,11	21,60	7,42	0,88	99,55	0,31	0,42	0,31	0,42	0,31	2,16
4,40	42,96	13,33	0,44	99,99*	1,06	1,38	1,06	1,38	1,06	1,38
4,81	35,11	16,14	0,70	100,71	0,72	1,06	0,72	1,06	0,72	1,33
5,27	20,18	4,28	0,98	99,05	0,28	0,33	0,28	0,33	0,28	2,98
6,61	14,38	11,95	0,80	99,73	0,20	0,36	0,20	0,36	0,20	1,53
2,26	21,28	13,02	0,54	99,45	0,31	0,56	0,31	0,56	0,31	4,41
2,66	25,73	9,47	0,68	100,40	0,40	0,65	0,40	0,65	0,40	4,44
3,24	17,01	13,16	0,66	100,08	0,25	0,44	0,25	0,44	0,25	4,19
2,67	16,91	9,22	0,90	100,07	0,23	0,36	0,23	0,36	0,23	5,43
4,53	20,07	11,10	0,72	100,20	0,29	0,46	0,29	0,46	0,29	2,92
5,93	17,83	12,18	1,39	100,28	0,26	0,44	0,26	0,44	0,26	1,52
3,16	11,62	10,32	1,05	99,88*	0,24	0,39	0,24	0,39	0,24	4,49
3,51	13,44	9,81	0,67	99,92	0,15	0,29	0,15	0,29	0,15	3,52
4,34	15,28	10,57	0,93	100,12	0,18	0,31	0,18	0,31	0,18	3,13
4,59	18,24	11,98	0,83	99,81	0,21	0,35	0,21	0,35	0,21	6,67
4,90	20,55	12,49	0,82	99,04	0,27	0,45	0,27	0,45	0,27	6,81
4,73	20,97	9,52	0,79	99,99	0,31	0,44	0,31	0,44	0,31	6,67
3,99	20,40	9,83	1,04	99,72	0,30	0,45	0,30	0,45	0,30	4,27
5,16	18,12	16,03	0,66	100,84	0,27	0,52	0,27	0,52	0,27	4,32
2,68	28,12	14,84	0,93	99,87	0,51	0,78	0,51	0,78	0,51	4,50
4,70	17,40	4,57	0,64	99,68	0,23	0,28	0,23	0,28	0,23	8,30
5,05	17,63	12,82	0,92	99,90	0,26	0,44	0,26	0,44	0,26	8,93
6,35	15,19	11,55	0,74	99,31	0,21	0,37	0,21	0,37	0,21	8,70
5,54	18,73	10,16	0,91	99,91	0,27	0,42	0,27	0,42	0,27	3,02
										1,42
										2,06

* MnO₂ - 0,74%* MnO₂ - 0,77%

Примечание

Высокое содержание окисел калия обуславливает возможность при-
менения данных зол в портланд-цементной промышленности, но не из-
дается вредным при использовании их в качестве самостоятельного
выжигателя.

Содержание серного ангидрида весьма невелико — от 0,44 до
1,39 проц., что в пересчете на серу дает всего 0,18—0,56 проц., то-
гда как даже для портланд-цемента содержание серного ангидрида до-
пускается до 2,5 проц.

Из нижеприведенной таблицы видно, что в отношении содержания
окисел кальция отдельные пробы исследуемой золы очень близки к
стандартной золе других месторождений, обладающей самостоятель-
ны выжигательными свойствами.

Таблица № 2

Наименование выжигателя	Паспорт	Химический состав в %					
		SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	SO ₃
1 Кашперская сл. зола	Плост I, II, III	39,16	7,83	17,83	24,34	0,22	7,27
2 Дмитриевская . .	Проба № 1 Плост I	43,20	7,77	5,55	25,65	16,80	0,91
3 Дмитриевская . .	Проба № 7 Плост II	32,12	4,97	4,40	43,96	13,33	0,44
4 Веймарнская . .	Образ. № 1	32,6	19,2	35,2	2,7	6,3	
5 Веймарнская . .	Плост III	39,2	11,2	44,3	1,8	2,2	
6 Эстонская	Марка „Е“	30,8	10,7	5,5	40,1	1,5	7,9

В отношении же суммарного состава, некоторые пробы золы Длит-
иловского сланца весьма близки к розово-цементу.

В отношении же суммарного состава некоторые пробы золы Дмит-
риевской сланца весьма близки к ромейн-цементу.

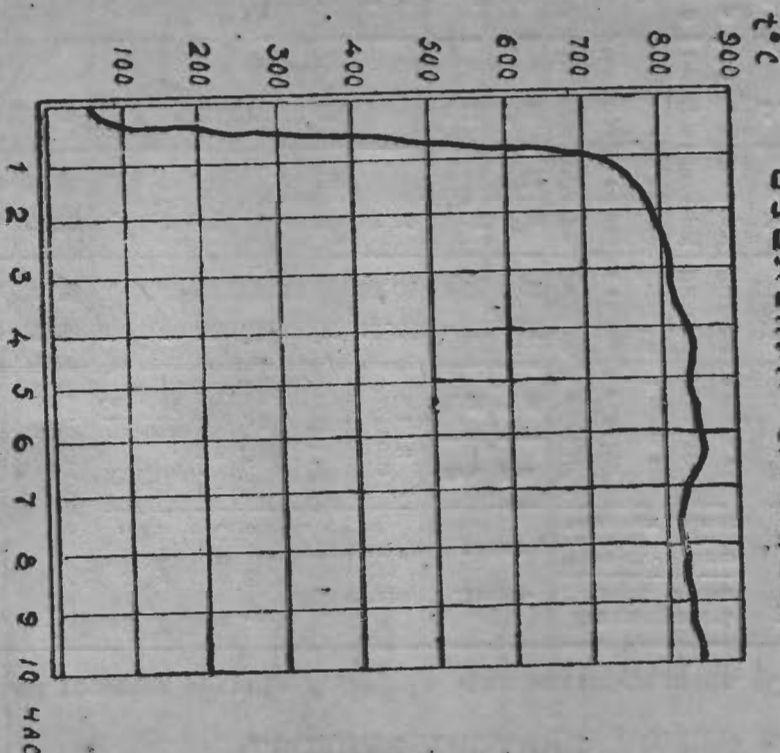
	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO
Зола № 8	37,17	11,30	35,11	16,14%
Ромейн-цемент . . .	22,75	16,70	37,60	16,65%

- 1) 1. Строит. матер. 1932—5, доп. Шемяков.
- 2) проф. Савчук.
- 3) 5. Строит. матер. 1932—7, проф. Кинд и инж. Воронин.
- 4) 6. Горючие сланцы и их применение. Ануров.
- 5) проф. Эвальд. Строительные материалы. 1931 г.

Из полученных проб сланца для технологических испытаний было
выбрано 6 образцов из пласта II-го, V-го и VI-го (см. табл. 3).
Сланцы были присланы в раздробленном виде (чаще всего
разом 2—6 мм).

Жигание сланцев производилось в лабораторной печи при темпе-
ратуре 800—900° С. Примерный режим термической обработки сланцев
виден на прилагаемой кривой

КРИВАЯ ТЕМПЕРАТУР
ОЖИГАНИЯ СЛАНЦЕВ.



Провести ожигание при более высокой температуре не удалось из-
за отсутствия соответствующей печи.

Загрузка сланцев в печь производилась слоем высотой около 2 см.
Потери полученной золы при прикалывании достигают в некоторых
пробах 16—19 проц., что характеризует недостаточное выгорание ор-
ганической части сланца и неадекватную окислительную обработку. Это
же можно было заключить, судя по сероватому оттенку золы (отсут-

Сводная таблица

испытания золь горючих сланцев Дмитриевского месторождения. (Скважина № 1).

Лот	№ пробы	Гигроскоп. влага золь в %	Потеря при прокаливании золь в %	Нерастворим. в 10% HCl остаток	Тонкость помола в процентах		Объемный вес кг/м³	Нормальная густота %		Схватывание	Равномерность измен. объема		Временное сопротивление в кг/см² (хранение на воздухе 28 дней)				Примечание											
					800 отв. см²	2160 отв. см²		Теста 1:0	Раствора 1:3		Нач. Ч. М	Кон. Ч. М	В воде 15°С	В воде 100°С	В парах воды	В воде 100°С		В пар. з. воды	Растяжение		Сжатие							
																			Своб. насып. порошка	Возд. сух. образцы 1:0	В воде 100°С	В парах воды	В воде 100°С	В пар. з. воды	1:0	1:3	1:0	1:3
II	7	0,394	16,60	21,63	0,0	1,80	783	1579	41,17	12,55	—	48	232	Выдерж.	Не выдерж.	Выдерж.	Выдерж.	12,4*	9,19	129,2*	17,66	*) Образцы хранились при 18°С						
	8	0,422	19,71	35,52	"	1,46	822	1594	43,13	13,06	107	507	Выдерж.	Выдерж.	Выдерж.	Выдерж.	11,03*	7,64	—	50,9*								
V	12	0,233	16,71	43,33	"	1,02	802	1495	40,07	12,10	505	924	Выдерж.	Не выдерж.	Не выдерж.	Выдерж.	Выдерж.	5,27	5,15	—	12,66							
	15	0,220	3,48	57,47	"	1,34	860	1522	44,16		320	715	Выдерж.	Не выдерж.	Не выдерж.	Выдерж.	Выдерж.	7,75	10,39*)	—	52,0*)							
V+VI	15+25	0,570	7,32	52,13	"	1,38	837	1591	43,05		115	755	Выдерж.	Не выдерж.	Не выдерж.	Выдерж.	Выдерж.	5,83	5,09	49,7	10,53							
	1:1												Выдерж.	Не выдерж.	Не выдерж.	Выдерж.	Выдерж.											
VII	2—6	0,646	16,11	47,64	"	1,28	809	1509	42,10	12,60	545	1150	Выдерж.	Не выдерж.	Не выдерж.	Выдерж.	Выдерж.	5,65	4,93	—	6,20							

отвешающего у хорошо прокаленного золь и вследствие углекислотного набухания при обжиге в 10 проц. соляной кислоты. Из количества зольного остатка видно, что (при одинаковом режиме сжатия) зольные сланцы последних может служить для ориентировочной оценки качества золь.

Сланцевая золь, после быстрого воздушного охлаждения, разламывается до величины частиц, легко проходящих через стандартное сито 4900 микрон-центное сито 900 отв/см². За отсутствием сита 4900 отв/см², для сравнения тонкости помола отдельных проб применялось сито 2160 отв/см².

Если по проценту остатка при просеве золь на этом сите, можно допустить, что в отношении тонкости помола золь весьма мало отличается от портланд-цемента марки «0», который дал остаток 1,45 проц.

Испытание зольного выжигателя, в основном, проводилось по методу стандарта на портланд-цемент (ГОСТ 1310). Нормальная густота зольного теста, определенная на приборе Вика, получена по отдельным пробам довольно близкой — от 40,07 до 44,16 проц. и несколько повышенная средним значением с данными, имеющимися для стандартной золь котельных топок (25,5—40,5 проц.).

Нормальную консистенцию раствора золь со стандартным тестом, пропорции 1:3 (определяющуюся при помощи колпа Кюбе), также можно считать несколько повышенной.

В отношении сроков схватывания, как это видно на прилагаемом графике, золь всех проб удовлетворяют требованиям, предъявляемым к портланд-цементу. (Рис. на стр. 26).

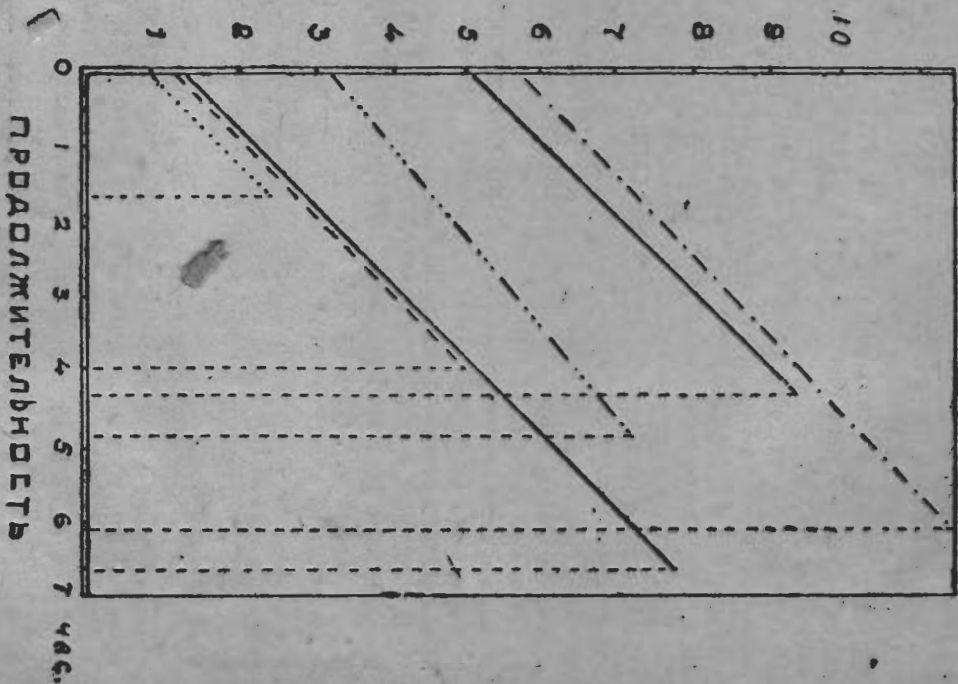
Образцы из зольного теста при погружении в воду 12-15°C, через 24 часа по затвердеванию, совершенно не растрескались. Твердые образцы из золь № 15/25 и № 26, погруженные в воду, протекшего описанного времени; у остальных же проб золь, гидравлические свойства более ясно выражены.

Пробы на равномерность изменения объема при водном хранении (с погружением в воду через 24 часа по затвердевании) образцы выдержали хорошо, трещин и отслаивания не наблюдалось, но при торсионной пробе по ГОСТ 1310 все номера образцов, падавшие в кипящей воде, совершенно развалились, а из помещенных в пары воды № 15/25, 25 и 12 дали глубокие трещины.

Проба же, проведенная на образцах 7-дневного возраста, дала вполне благоприятные результаты: трещин и коробообразования образцов совершенно не наблюдалось, несмотря на то, что стандартную торсионную пробу для материала данного типа нужно считать слишком жесткой (для роман-цемента, например, предусматривается стандартная торсионная проба водным хранением образцов 4-дневного возраста).

Испытание на разрывные свойства золь на кубиках размером 7,07×7,07×7,07 см.; испытание на разрыв — на стандартных кубиках.

НАЧАЛО И КОНЕЦ СХВАТЫВАНИЯ (В ЧАСАХ)



Результаты определения временного сопротивления (таблица № 3), отбавлять к влажному водонепроницаемому в течение одного дня твердения (28 дней). В виду недостатка материала; до той же при-

Таблица №

Вид вяжущего	Норма врем. сопротивл. сжат. через 28 дн. кл. см ²	Условия хранения	Примечание
Известь воздушн. 1:4. слабо гидравт. сильно	6 8 15 15	на воздухе на воздухе на воздухе	Норма обычная ОСТ 2614 ОСТ 2644 ОСТ 2642
Роман-цемент 1:5	15	на воздухе	Норма минимальная
Глинт-цемент 1:3	60	на воздухе	
Портланд-цемент пуц- цолановый 1:3	160	в воде	ОСТ 2640
Портланд-цемент марки О ⁺ (обыкн.) 1:3	160	в воде	ОСТ 1309

Месторождение сланца	Времен. сопротивление сжатию 28 дн. кг/см ²			Условия хранения образцов
	1	0	1	3
	от	до	от	до
Дингиревское	49,7	129,2	6,20	52,0
Веймарское	47	196	52,0	21,8
			9,0	161
			Воздушное	
			Комбинированное	

Образцы механические показатели, полученные для исследуемых золотых цементов, с данными, полученными для выжженных из зол сланцев других месторождений, видно, что прочность последних также колеблется в широких пределах, но максимальное временное сопротивление выше полученного для зол данного месторождения.

Относительно близость химического состава сопоставляемых проб зол (см. табл. 2) позволяет надеяться, что золотый цемент из дингиревских сланцев, при нормальных условиях изготовления, может дать цифры того же порядка.

Для проб № 12 было проведено испытание цемента через 2 месяца воздушного твердения, при чем образцы 2-месячного возраста, сравнительно с 28-ми дневными, дали увеличение временного сопротивления растяжению на 76,0 проц.

Провести испытание цементов, изготовленных методом ускоренного твердения запаркой, не представлялось возможным, но, судя по небольшим образцам 7-дневного возраста, изготовленным в течение 5,5 часов при давлении 8,5 атмосферы, можно предполагать, что прочность цемента была выше, чем у 28-ми образцов в условиях нормального твердения. (Образцы значительно труднее истирались и ломались).

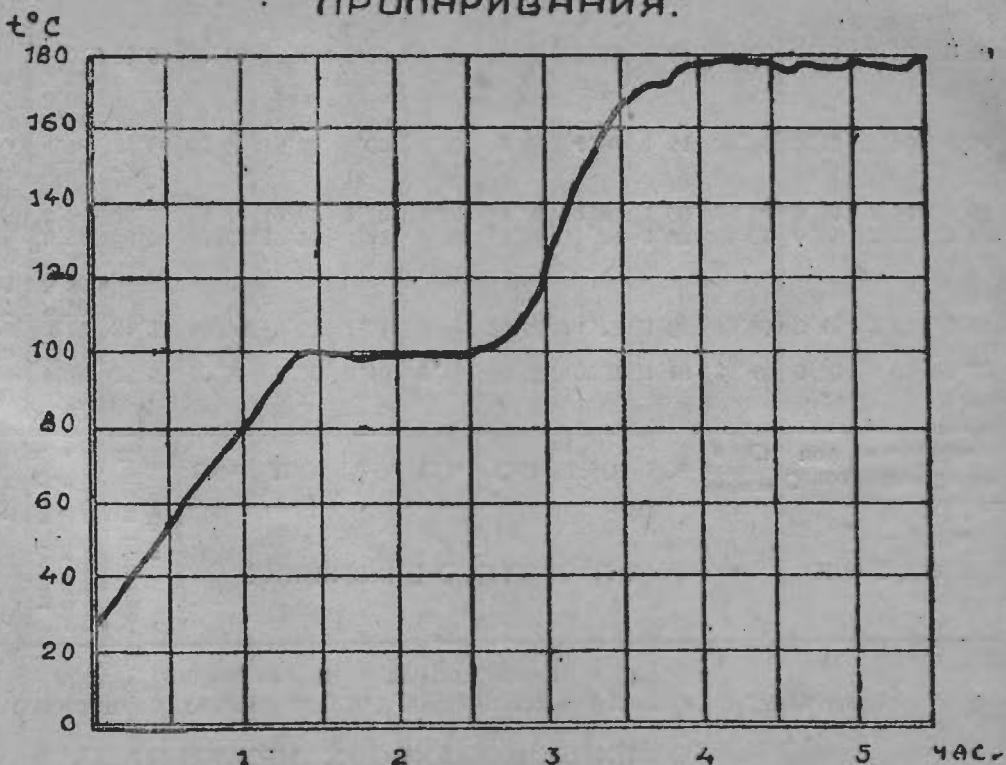
Данные режис пропарки (см. фигуру температур на стр. 29) прижигают и к образцам цемента 2-дневного возраста, при чем и в этом случае часть образцов (№ 7 и № 8) дали хорошее результаты, остальные расстрескались.

Пропаривание 7-ми образцов при нормальном давлении дано также удовлетворительные результаты.

Кроме расколотых проб сланца сжигались № 1, была пропаривалась зола шести выжженных полученных проб сланца из сжигались № 2.

В виду того, что отчеты геолого-разведочной партии прилагано по было, а по паспорту проб (см. табл. 5) нельзя было определить, в какие группы могут быть обобщены образцы сланца для анализа.

КРИВАЯ ТЕМПЕРАТУР
ПРОПАРИВАНИЯ.



пришлось выбрать несколько проб с наибольшими, средними и наименьшими выходами стекла. (Табл. № 5, на стр. 30).

Из расколотых проб сланца № 5-й можно заключить, что химический состав зол сланцев сж. № 2 в среднем мало отличается от сж. № 1. Судя по данным химического анализа, удовлетворительные результаты должны дать золы № 13 и № 17, близкие по составу к золе № 8 и № 12 сж. 1-й, которые при испытании обнаруживают явно выраженные гидратационные свойства.

Остальные пробы сж. № 2, характеризуются пониженным содержанием

Химическая характеристика

зола горючих сланцев из скважины № 2 колонкового бурения в Марьинском
логу (Дмитриевского месторождения).

№ п/п проб (Вариансы)	Глубина отбора в метрах		Длина интервала в метрах	Длина керна в метрах	Выход смолы в % при перегонке по Фишеру*)	Потери при прокаливании	ХИМИЧЕСКИЙ СОСТАВ ЗОЛЫ В %/о/о								М О Д У Л И:			
	От	До					SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO	SO ₂	нераств. остат. в HCl	Основной	Кремнеземист.	Глинист.	
2	31,30	32,86	1,56	1,12	5,30													
13	50,03	51,07	1,04	0,60	9,32	36,65	40,31	6,10	3,76	1,12	35,27	12,25	1,13	34,48	0,70	4,09	1,62	
15	52,10	53,13	1,03	0,60	7,31													
17	55,16	56,19	1,03	0,70	7,31	31,25	43,20	10,87	4,51	1,08	24,04	14,77	1,31	42,96	0,41	2,81	2,41	
18	56,19	57,22	1,03	0,77	3,70													
27	66,71	67,78	1,07	0,95	3,30													
31	71,00	72,07	1,07	0,70	5,83													
32	72,07	73,15	1,08	0,88	6,98	26,99	53,42	12,71	3,42	1,30	12,96	11,48	1,77	65,01	0,19	3,31	3,72	
33	73,15	74,22	1,07	0,85	8,54	29,50	54,21	12,62	2,70	1,08	13,57	12,72	1,20	59,12	0,20	3,54	4,67	
34	74,62	75,81	1,19	0,81	4,66													
35	75,81	77,00	1,19	1,05	4,20													
36	77,00	78,20	1,20	1,20	4,78	21,68	53,04	18,83	4,08	0,89	9,42	4,50	1,64	68,76	0,12	2,53	4,62	
37	78,20	79,40	1,20	1,20	4,54													
38	83,00	85,00	2,00	0,95	3,08													
39	84,00	85,01	1,01	0,95	2,93													
40	85,24	86,18	0,94	0,94	2,22	21,69	32,16	13,44	2,99	1,26	13,59	10,26	1,43	58,23	0,28	1,96	4,49	

*) Данные химика Кочневой лаборатории треста „Углеперегонка“.

нашем опыте наличие и, очевидно, самостоятельные выжиги и свойства не обнаружат.

На основании настоящего предварительного исследования золь горючих сланцев Дмитриевского месторождения можно сделать следующие суммарные выводы:

1. Испытанные золь могут быть отнесены к разряду типичнейших выжигных материалов.

2. При более высокой температуре озоления сланцев и нормальных условиях твердения зольного выжигного, механические показатели последних могут быть значительно увеличены.

3. Пропарка при повышенном и нормальном давлении заметно ускоряет процесс твердения данного выжигного.

На основании вышеизложенного, использование Дмитриевского зольного сланца представляется возможным для производства следующих новых строительных материалов:

1. Теплого строительного раствора взамен обычной и гипсовоцементной известки, романцементы и глинисто-цементы. Зольное выжигное не является сыпучим жирным, поэтому можно предполагать, что в practice добавка зольного песка будет или значительно снижать, или заменить зольного раствора, следовательно с обычными строительными растворами и позволит уменьшать толщину стенов.

II. Стеновых материалов: 1) кирпича и блоков с заваркой при нормальном или повышенном давлении. Зольный кирпич достаточно жаропрочен и может в строительной практике применяться. Этот вид зольного материала при высокой механической прочности и почти нулевой теплопроводности, сравнительно с красными строительными кирпичом, обладает в то же время достаточной устойчивостью по отношению к атмосферным агентам.

2) Эффективных сплошных и пустотелых бетонных камней, изготовленных заливкой или холодным способом. По строительным свойствам указанный материал может стоять не ниже некоторых видов порланд-цементных теплых бетонов).

3) Улитчат-органолитов с различными наполнителями.

III. Строительного - изоляционного материала. Вещество небольшого объема золь (в разном объеме виде толщину от 783 до 860 кг/м³) партии, оказавшиеся нецелесообразными в качестве самостоятельного выжигного и гипсовоцементных кофалов, могут быть использованы для термоизоляционных и звуко-изоляционных систем, превосходящих по качеству некоторые шлаковые засыпки (не говоря уже о известных преимуществах зольных засыпок перед органическими).

3) См. например „Строит. промышлен.“ 1930 г. № 5, страница 404, статья арх. Залкина.

4) См. результаты работы проф. Савука, приведен. в сборнике „Горючие сланцы и их техническое использование“, 1931 г.

Выделение пригодности отдельных партий золы для производства наметочных материалов, как правило, требует проведения соответствующих испытаний в лабораторных условиях, а также опытного строительства.

В числе основных вопросов, подлежащих разрешению при дальнейшем исследовании золы барасских породных сланцев, как сырьевого и как топлива, можно наметить следующие:

- 1) Выделение оптимальных условий сжигания отходов сланцевых породных установок (подушечек) и окисления золы.
- 2) Выделение четких требований, которым должна удовлетворять сырая зола для пригодности ее в качестве самостоятельного вяжущего и химизма процессов, связанных с дожигом и поджигом.
- 3) Более полное выделение механических показателей золы, выжигу, особенно в отношении длительных сроков твердения.
- 4) Установление режима проработки золыных материалов в зависимости от свойств золы.
- 5) Выделение оптимальных режимов катализаторов.
- 6) Выделение влияния многократного увлажнение золыного ценента в период воздушного твердения.

Весьма интересным является то, что при добавке известняка⁹⁾ в золу с невысоким содержанием окиси калия можно получить смесь, полностью удовлетворяющую требованиям, предъявляемым к порланд-цементу.

Принимая, что барасский известняк содержит 93,0 проц. CaO , примерная поправка золы и известняка выразится в следующем виде (без учета преобразования и побочных окислов в известняке, но определенных анализом).

Для золы сланца № 9 скв. 1 на одну часть золы при добавке 2,64 частей известняка можно получить состав клинкера:

SiO_2 — 22,12%	
Al_2O_3 — 6,65	
Fe_2O_3 — 2,24	
CaO — 66,76	Коэффициент насыщения = 0,872
MgO — 1,82	
SO_3 — 0,41	

Основной модуль $n = 2,15$
кремнеземистый $n = 2,49$
глиноземистый $n = 2,97$

Таким образом, химический состав клинкера вполне удовлетворяет нормам для порланд-цемента:

n 1,7 — 2,4	
n 2,3 — 3,0	
n не больше $\frac{1}{2}$ 3,0	
Содержание MgO не больше 5%	
SO_3 2,5	

⁹⁾ Заняты известняки в Барассе по данным геолога Орестова (За Уголь Востока. 1931.—8) — весьма значительны.
⁹⁾ Журнал "Горючие сланцы". 1932.—10. Курьиндин и Лоскутова.

Аналогичные результаты могут дать золы № 5 и № 6 скв. 1-й. Что же касается проб состава подушечек № 36 скв. II-й, то добавка извести (около 3 ч. на одну часть золы) дает состав удовлетворительный во всех отношениях, за исключением повышенного глиноземистого модуля. В этих случаях возможно будет выжигание извести и прироста глиноземистого модуля, путем введения в шихту жидких отходов или руш. использовать золу в качестве туфростроительной добавки. Повышение содержания Al_2O_3 при изготовлении известково-золыных цементов, наоборот, улучшает свойства золы, как туфростроительной добавки.

Установление оптимальных режимов проработки проведения соответствующих опытов. Однако, судя по химическому составу золы можно предполагать, что требования добавки извести не должны превышать 15-25 проц.

Принимая во внимание все вышесказанное, следует считать, что зола сланцев Дунгиревского месторождения заслуживает всестороннего изучения.

При условии достаточных запасов сланцев, дающих золу подобно составу, большое значение сланцевой золы этого месторождения для промышленности Кузбасса можно считать доказанным, т. е. производство новых строительных материалов из отходов сланцевых пород или золыных установок не только окупит себестоимость основной продукции, но и уменьшит дефицит в дешевых строительных материалах.

ХАКАССКИЕ УГЛИСТЫЕ СЛАНЦЫ КАК ГЛИНОЗЕМНОЕ СЫРЬЕ

Пентегов А., Никольская Ю., Анцишев В.

В ХАКАССКОМ каменноугольном бассейне Западной Сибири платины «Великан» и «Литант» какаций выделяют продолговатую углистую сланца, мощностью в 40 см. Толщина пластовых залежей этих сланцев не известна, но по некоторым данным возможно считать их запасами 10-12 млн. тонн.

Технический анализ хакаских сланцев, составленных из руды, уфранделом Черепановских копей, в количестве четырех проб, дал следующие средние результаты в проц.:

Потери при прокаливании	73,12
Печуные	28,15
Влага	5,1
Сера	0,343
Влага	4,12
Углерод	54,08
Водород	3,44
Кислород	9,95
Сера	0,34
Азот	1,19
Зола	26,88

Элементарный анализ сланца № 1 (в проц.)

В пересчете на органическую массу (в проц.):

C	78,37	S	0,50
H	5,00	N	1,71
O	14,42		

Теплотворная способность, вычисленная по уточненной формуле Менделеева, равна 4890 кал.

Зола сланцев содержит окисел алюминия от 32 до 40 проц. Полный химический анализ золь двух образцов сланца дал следующие результаты:

	Образец № 1	Образец № 2
SiO ₂	58,10	58,00
FeO ₂	2,61	4,31
TiO ₂	2,04	1,17
AlPO ₃	25,35	32,34
CaO	0,38	1,23
MgO	1,24	1,75
P ₂ O ₅	0,73	0,60

100,45%

99,40%

Химические углероды сланцы заслуживают серьезного внимания в отношении их коллигатного использования. А именно: подвергая их поджогованию, возможно получить ценные жидкие продукты и пот-кокс. Получение, при сжигании в газогенераторах, дает золу (золь сырью) и тепловую энергию для дальнейшего производства.

Нами исследовалась зола сланцев, взятых из четырех разных точек месторождения. Исследования преследовала цель высветить возможность использования золь для производства глинозема. В виду большого содержания, наряду с окисью алюминия, кремнезема и сравнительно небольшого количества Fe₂O₃, мы остановились при извлечении глинозема на химических методах, а именно: сернокислотном методе и методе спекания с сернокислым аммонием.

Зола готовилась следующим образом: куски сланца пробитые на дисковой мельнице до величины кусков 200 меш. и затем пропел-дизом обжиг в муфельной печи при температуре около 900°C в те-ние 3—4 часов до постоянного веса.

При работе сернокислотным методом изучался лишь процесс эк-стракции глинозема кислотой, и был выявлен процент окисел алюми-ния, переходящий при этом в раствор, в зависимости от количества серной кислоты. Опыты проводились так: нужное количество серной кислоты, примерно 70 проц., разводилось в стеклянном стаканчике до кипения и затем туда постепенно добавлялась небольшими порция-ми навеска золь, равная 4 г.

¹⁾ Журнал „Легкие металлы“, 1932 г., № 7. Пенгетов, Никольская, Ангеленчук. Извлечение окиси алюминия из глины с помощью серно-кислого аммония.

Засыпка велась в течение 40 минут; соответственно же варка — в течение 1,5 час. В течение варки масса беспрерывно и энергично перемешивалась стеклянной палочкой. Во избежание ссыхания силь-ного загустения во время варки добавлялась горячая вода так, что-бы уровень смеси в стакане поддерживался постоянным. За несколь-ко минут до конца варки разбавление водой производилось более энергично. Затем раствор отфильтровывался от нерастворимого остатка, послуживший промывалкой горелки водой, и раствор анализиро-вался на окисел алюминия и окисел железа.

Результаты опытов таковы:

№№ п. п.	Соотношение исходных продуктов $\frac{H_2SO_4}{Al_2O_3}$	В ы х о д Al ₂ O ₃ в %	В ы х о д Fe ₂ O ₃ в %
1	1:1	78,50	89,78
2	1,1:1	86,48	72,65
3	1,5:1	88,45	85,90

Получив удовлетворительные результаты экстракции серной кислотой, мы на этом опыты закончили.

Далее нами производились извлечение глинозема из золь сланцев методом спекания с сернокислым аммонием и обезжелезивание полу-чаемого глинозема.

При спекании золь сланцев с теоретическим количеством серно-кислого аммония (из расчета на перекис всех поджоганных окислов в раствор) выход Al₂O₃ составляет по нашим данным:

№№ п. п.	Название золь	Выход Al ₂ O ₃ в %	Выход Fe ₂ O ₃ в %
1	Зола сланца № 1	82,38	24,00
2	„ № 2	79,60	45,00

Выяснив эти данные, мы занялись вопросом обезжелезивания по-лучаемого глинозема. Согласно патенту № 198707 Д. Р. Р. швейцар-ского патентного ведомства с недостаточным, против теоретического, ко-личеством сернокислого аммония, дает незначительные выходы Fe₂O₃ без уменьшения для этого выхода Al₂O₃. Но проведенные нами опы-

ты не подтвердил данного утверждения, что видно из следующих цифр:

№№ п. п.	Название алюминиевого силиката	Соотношен. между $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ и K_2O_3	Выход Al_2O_3 в %	Выход Fe_2O_3 в %
1	Золы сапун № 2	1 : 1	79,60	45,00
2	№ 2	0,9 : 1	75,52	38,79
3	Старо-Бард, гл.	1 : 1	82,72	48,44
4	№ 2	0,9 : 1	80,39	43,98
5	Глина обн. 16 обр. 15	1 : 1	75,05	23,30
6	Глина обн. 16 обр. 15	0,9 : 1	71,27	23,30

Дальше мы пошли по пути восстановления окисного железа, восстановив в растворе квасцов, перед кристаллизацией полученных в закисное, подобно тому, как это делается при получении глинозема сернокислотным методом. Однако, восстановитель, применяемый при работе упомянутым методом, а именно биосульфит аммония, не может быть применен при работе нашим методом, так как железо изохлится у нас в форме железо-аммонийных квасцов, а в растворе окисных биосульфит аммония дает без наличия свободной кислоты осадок гипрата.

Насонен, мы применили в качестве восстановителя сернистый газ, который мы употребляем в виде сернистой кислоты. Восстановление железа происходит у нас во время выщелачивания глины с сернистым газом аммонием алюминатом и получение глинозема идет у нас по следующей схеме: смесь золы и сернистого аммония окисляется при 400—420°C; затем смесь насыщена водой и обрабатывается то-рической водой, некоторым количеством сернистой кислоты и промывкой выщелачивание при температуре кипения образовавшихся во время спекания квасцов. Благодаря присутствию SO_2 во время выщелачивания происходит восстановление окисного железа в закисное.

После этого раствор квасцов отфильтровывается в горячем состоянии от нерастворимого остатка — силиката и при охлаждении из него выпадает кристаллы квасцов. Процесс восстановления железа в растворе квасцов, с помощью сернистого газа, был нами тщательно изучен и результаты опытов сведены в следующей таблице: (см. табл. на стр. 37).

Данные этой таблицы показывают, что выщелачивание восстановительными окислами железа в глиноземе, и на основании этого можно сделать вывод, что следует употреблять для восстановления железа 10-кратный избыток восстановителя, исходя из сернокислот-

Таблица № 1.

№№ п. п.	Соотношение исходных продуктов $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ и K_2O_3	Продолжительность выщелачивания и восстановления	Избыток воды, взятой для выщелачивания	Избыток воды, взятой для восстановления	Выход Al_2O_3 в %	Содержание Fe_2O_3 в Al_2O_3 в %
1	1 : 1	1,5 ч.	150	12-ти кр.	71,60	0,040
2	1 : 1	1,5	150	10 "	72,42	0,046
3	1 : 1	1,5	150	8 "	70,04	0,07
4	1 : 1	1,5	150	6 "	69,26	0,11

вещей соотношений на основании следующей реакции: $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SO}_2 + \text{H}_2\text{O} = 2\text{FeO} + \text{H}_2\text{SO}_4$.

Таблица № 2.

№№ п. п.	Соотношение в исходном материале $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ и K_2O_3	Избыток воды, взятой для выщелачивания, в %	Избыток воды, взятой для восстановления, в %	Продолжительность выщелачивания и восстановления	Выход Al_2O_3 в %	Содержание Fe_2O_3 в Al_2O_3 в %
1	1 : 1	150	12-ти кр.	1 ч.	69,89	0,046
2	1 : 1	150	то же	1,5 "	71,60	0,040
3	1 : 1	150	то же	2,0 "	72,83	0,035

Таблица характеризует влияние продолжительности выщелачивания, а следовательно, и восстановления на выход глинозема и на заурядность его окисла железа. Как видно из таблицы, наименьшее применение выщелачивания в пределах от одного часа до двух часов отражается на выходе и чистоте глинозема, но следует все-таки отметить, что выщелачивание не менее одного часа, так как иначе силикатный гипс получается истый и плохо отфильтровывается от раствора квасцов.

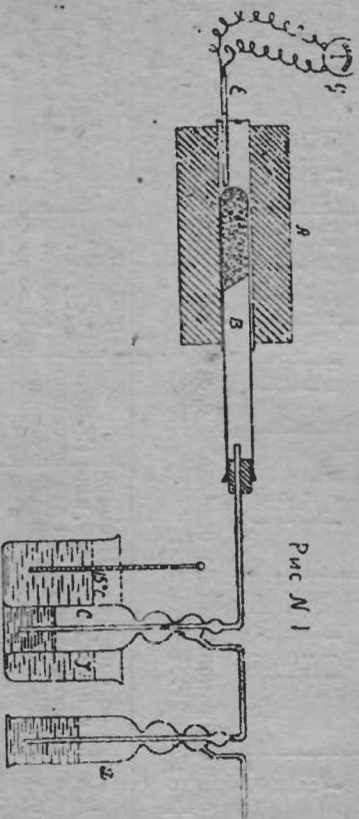
Таблица № 3.

№№ п. п.	Соотношение исходных материалов $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ и K_2O_3	Избыток воды, взятой для выщелачивания	Продолжительность выщелачивания	Избыток воды, взятой для выщелачивания, в %	Выход Al_2O_3 в %	Содержание Fe_2O_3 в Al_2O_3 в %
1	1 : 1	12-ти кр.	1,5 ч.	65	64,71	0,080
2	1 : 1	то же	1,5 "	150	71,60	0,040
3	1 : 1	то же	1,5 "	200	66,24	0,040

Указанные здесь результаты выводят, видимо, избыток воды при выщелачивании на выход окисла алюминия и на заурядность его окисла железа. Отсюда следует, что нужно брать 150-процентный избыток воды против того количества, которое требуется для получения насыщенного при 100°C раствора получаемых квасцов.

Далее мы провели несколько опытов в сравнительно удобном масштабе (навозка сланца 45 г) с отгонкой аммиака и кипячением его водой (с целью получения 20-процентного раствора аммиака) и ренерацией сернокислого аммония.

Схема установки для спекания золь с сернокислым аммонием такова:



«А» — трубка электропечная печь сопротивления, «В» — стеклянная трубка для спекания золь, «С» и «Д» — термометры Дрездена с водой для поглощения выделяющегося при спекании аммиака. «В» — термометр, «Д» — гальванометр, «Е» — водяной термометр.

Спекание производилось при температуре 410°C в течение получаса часов с теоретическим количеством сернокислого аммония. После спекания масса выделялась в течение 1½ часов с 150-процентным избытком воды, с предварительной кипячкой 8-процентной сернистой кислотой, выстой в 10-кратном избытке.

Отфильтровывание от сифонифа производилось с помощью вакуум-насоса через пористый фильтр при окружающей температуре 50°C (воронку Бюхнера и сосуду поместили в сушильный шкаф). Без последнего мероприятия, т.е. при фильтровании при комнатной температуре, оно идет медленно и кристаллы квасцов выпадают из раствора, не успев отфильтроваться и остаются на фильтре вместе с осадком. Последний промывался два раза горячей водой (что, как выяснилось впоследствии, недостаточно).

В отфильтрованном растворе при помешивании выделяются кристаллы квасцов в виде мушкетера. По охлаждению до 15°C квасцы отфильтровывались и промывались раствором сернокислого аммония, причем на каждый грамм квасцов потрачено 0,15 г сернокислого аммония. Отжатые квасцы обрабатывались 20-процентным раствором аммиака, который образует с 10-процентным избытком. Эта операция производилась таким образом: брали нужное количество раствора аммиака и тула небольшим порциями выливали кристаллы квасцов. При этом масса перемешивалась с ложкой ледяной воды.

пашки с чистой обработкой 120—150 в минуту. Мешалка вводилась в решето и вынималась через ртутный гидравлический затвор.

Обработка квасцов раствором аммиака велась в продолжение 2 час. Получался зернистый, легко фильтрующийся и легко отжимаемый гипсат. Отмытая гипсат производилась горячей водой до исчезновения реакции на SO_4 , при чем оказалось, что гипсат задерживает SO_4 в количестве 0,09 г. на 1 г. Al_2O_3 . Гипсат промывался в муфельной печи и превращался таким образом в окись алюминия.

Полученный нами конечный выход глинозема равен 76,31 проц. Анализ полученного глинозема:

Al_2O_3	99,62
Fe_2O_3	0,03
TiO_2	0,20
P_2O_5	0,11

Проводили выделение балласта NH_3 и SO_4 . Выход для опыта 45 г. золь и 95,67 г. сернокислого аммония. Количество сернокислого аммония выстой из раствора на перевод всех подугорных окислов в раствор.

Выход количества сернокислого аммония (95,67 г) содержало аммиака 24,66 г. Этот аммиак распределялся в процессе получения глинозема следующим образом:

1. Отгонка в во время спекания и получено в виде 20-процентного водного раствора аммиака — 14,716 г. или 60 проц. от исходного количества.

2. Собрано с холодных частей реакционной трубки в виде кристаллической аммонийной соли (возгон) — 0,194 г. — 0,79 проц.

3. Выпадение во время спекания в квасцы и возвращено в виде чистого сернокислого аммония — 4,0575 г. — 16,46 проц.

4. Найдено в фильтрате после квасцов и возвращено в виде кристаллической сернокислой аммонии — 3,8126 г. — 15,46 проц.

Всего возвращено аммиака 92,71 проц. от исходного количества. Выход количества сернокислого аммония (95,67 г) содержащего

О — 69,54 г. SO_4 распределяется:

1. Возвращено в виде чистого сернокислого аммония — 44,78 г. — 64,40 проц.

2. Возвращено в виде загрязненного сернокислого аммония — 18,17 г. — 26,13 проц.

3. Задержано гипсатом окиси алюминия — 1,0842 г. — 1,56 проц.

4. В аммонийных солях, полученных в возгоне в виде SO_4 найдено 0,1423 г. — 0,20 проц. и в виде SO_3 найдено 0,7481 г. — 1,07 проц.

5. Найдено в водном растворе отгоняемого при спекании аммиака в виде SO_4 — 0,014 г. — 0,02 проц., SO_3 — 0,1468 г. — 0,21 проц., всего найдено SO_4 и SO_3 — 93,59 проц.

Областное нечетное количество сернистого аммония, около 7 проц. от исходного количества, является потерей и окислительными образом за счет сернистого аммония, задержанного сепаратором, вследствие неадекватности двухфазной промывки.

Увеличив количество промывок на 2—3, т. е. проведя их до 5, эту потерю сернистого аммония возможно значительно снизить, и ее будет незначительной величиной.

В начале не вышел тот сернистый аммоний, который взят для промывки кварцов и возвращается в виде задержанного.

Проведенными опытами установлено, что такая возможность использования зольных хвостов для производства глинозема, а также произведено дальнейшее уточнение сульфат-аммонийного метода, опубликованного нами в журнале «Ленские металлы» № 7—8 за 1932 г.

ЗОЛА КАМЕННЫХ УГЛЕЙ И АРГИЛИТОВ ПРОКОПЬЕВСКА, КАК ГЛИНОЗЕМНОЕ СЫРЬЕ

Пентегер, А. П., Никольская, Ю. П., Анцелевич, В. А.

ПРОКОПЬЕВСКИЕ угли Бузассы, как хорошо констатируется, идут на производство кокса. Перед конвейером угли в дальнейшем представляются подвергать механическому обогащению. При механическом обогащении будут получаться так называемые «хвосты», с содержанием зольности до 60 проц. Количество «хвостов» ориентировочно определяется в 4 проц. от веса обогащаемого угля.

Если обогащение всех констатируется прокопьевских углей будет сороточено в Прокопьевске, то к концу 2-й пятилетки — в начале третьей возможно рассчитывать на получение «хвостов» в количестве 300—500 тыс. тонн в год. «Хвосты» могут быть использованы как энергетического топлива, при чем при сжигании их будет получено большое количество зольности — до 240 т. тонн, которая должна быть рационально использована.

Наиболее рациональное направление использования зольных прокопьевских углей, по нашему мнению, заключается в получении глинозема.

Зола прокопьевских углей, по сравнению с зольными другими углей Бузассы, наиболее богата содержанием глинозема. Она содержит глинозема от 30 до 43 проц.

Содержание окиси железа в золе углей доходит до 8 проц. В золе «хвостов» содержание окиси железа надо ожидать значительно ниже. В этом случае можно нас приводит опыт с основными углями, где при механическом обогащении углей в тяжелых жидкостях состав зольной части углей значительно изменяется.

Проведенные нами анализы зольных различных продуктов обогащения основных углей дали следующие результаты (средние данные из 16 анализов):

	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	CaO	MgO
Концентраты	28,30	13,13	42,10	5,01	2,00
«Хвосты»	21,33	4,87	62,38	3,50	1,56

Оставшаяся рудовая зола занимает среднее место между зольными прокопьевскими и зольными хвостов.

Проведенные анализы продуктов обогащения основных углей дают основание предполагать, что и при обогащении прокопьевских углей в зольной части «хвостов» будет снижено содержание окиси железа и окиси железа, причем снижение содержания окиси железа должно быть более значительным и в результате будет зола с таким содержанием окиси железа (2—3 проц.), которое позволит зольности использовать для производства глинозема одним из известных способов.

В случае, если обогащение зольной части «хвостов» при механическом обогащении не будет достаточным, то возможно применение магнитной сепарации.

Нами были проведены опыты по удачному извлечению железа из зольных прокопьевских углей магнитной сепарацией.

В исходной золе содержится железа, в пересчете на окись железа, 8 проц.; в процессе магнитной сепарации содержание окиси железа до 2,5 проц.

Кроме зольных «хвостов» от обогащения, как глиноземное сырье, представляет интерес зола некоторых углистых аргилитов Прокопьевска. К таким аргилитам могут быть отнесены следующие:

Наименование и месторождение	Потери при прокаливании					
	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	MgO SO ₂
Углистый аргилит — шахта № 2, пл. IV внутри	44,35	61,28	33,85	1,19	—	0,29 0,72 0,15
Углистый аргилит — пл. Бахтигорьевск, шт. 38	83,76	61,23	29,83	0,91	—	2,69 0,40 0,42
Углистый аргилит — шахта Поварнича, III внутри	57,75	60,36	36,30	1,09	0,93	0,27 0,32 0,33

Исучат глиноземе сиреке Западной Сибири и учитывал значительное количество артезианов и в будущем «хлостать» от обогащения промывочных углей, которые могут дать до 50.000 тонн глинозема в год, мы провели предварительную работу по технологическому опробованию золы промывочных углей и артезианов, с целью установления наиболее рационального способа извлечения окиси алюминия из этого вида сырья.

Мы работали с золой указанных выше артезианов и с четырьмя образцами золы углей, кустых из различных пород. Анализ золы углей, проведенный нами, дал следующий результат:

Проба №	430	432	424	425
Al ₂ O ₃ . .	33,51	34,24	35,23	30,56
FeO ₂ . .	4,91	5,33	4,33	2,79
SiO ₂ . .	51,52	54,63	51,34	60,67
CaO . . .	2,01	1,26	3,08	0,42
MgO . . .	0,10	1,10	следы	0,50
P ₂ O ₅ . .	2,24	2,09	2,90	следы
SO ₃ . . .	—	—	—	0,61
ГО ₂ . . .	1,02	0,5	0,8	0,53

Для извлечения окиси алюминия были применены способы: феррохлоридный, азотнокислотный и окисно-стекляни с сернокислым аммонием.

Препятствие всего был проработан сернокислотный метод. Сначала были выделены выходы Al₂O₃ при экстракции золы серной кислотой. Полученные выходы Al₂O₃ колебались у различных образцов золы от 85 до 95 проц., при одновременных выходах FeO₂ от 50 до 80 проц. Имей также высокие выходы глинозема, мы занялись получением Al₂O₃ из подучаемого при экстракции золы Al₂(SO₄)₃ и обезжелезиванием подучаемого глинозема; при этом мы пошли по пути восстановления подучаемого при экстракции золы Fe₂(SO₄)₃ до FeSO₄ перекисью Al₂(S₂O₈)₃ похощью сернокислого аммония в плоху растворе мыс аллюмо-аммиачные квасцы и разложение последних раствором аммиака. Особенностью же нашего метода является то, что мы изменили для восстановления не обычный, известный в литературе би-сульфит аммония, а сернистый газ в виде сернистой кислоты и операцией восстановления Fe₂(SO₄)₃ мы совместили с операцией экстракции золы серной кислотой.

Опыты производились в следующем виде: Пятая, угли обжигались в муфельной печи при температуре 800—900°C, но не до постоянного веса. (определенное количество 70-процентной серной кислоты предварительно доводилось в стеклянные до испарения, а затем в течение 35 мин. небольшими порциями пропускалась заплата золы, навеска которой равнялась 4 гр. Ветка велась в продолжении трех часов, во время которой масса в стеклени-

не значительно поременьшалась отсепленной пачкой. Во время нагревания в стеклени подпалывал порочный вид, для поддержания постоянного уровня осеки в стеклени.

Восстановление окиси железа велось во время варки в течение последнего часа; в качестве восстановителя применялся сернистый газ в виде сернистой кислоты. За несколько минут до окончания варки разбавление водой велось более обильно. Затем раствор в горячем состоянии отфильтровывался от осадка и, после промывки осадка серной водой, раствор сернистого глинозема переносился в кристаллизатор и к нему в 1,5-кратке прибавлялся сернистый аммоний.

При помещении раствора выделенной желене кристаллы выпали. Раствор охлаждался до 1—2°C. Затем квасцы отфильтровывались с похощью вакуум-фильтра и промывались насыщенным раствором сернокислого аммония.

Опыты, проведенные с золой угля № 425, дали следующие результаты:

Таблица № 1.

Содержание исходных продуктов по порядку	Изоыток восстанов-выведа	Выход Al ₂ O ₃	Содержание FeO ₂ в Al ₂ O ₃ в %
1. 1,25:1	10-кратный	81,37	Следы, не поддающиеся определению.
2. 1:1	10	78,67	—
3. 1:1	6	—	—
4. 1:1	3	74,6	0,014
5. 1:1	2	71,27	0,095
6. 1:1	1,25	69,4	0,19

Из таблицы видно, что для восстановления FeO₂ содержится в исходной золе в количестве 2,79 проц., требуется 3-кратный избыток S₂O₈

Далее нами была взята промывочная зола, с содержанием FeO₂ 4,33 проц. Опыт велся аналогично вышеописанному.

При 10-кратном избытке восстановителя мы получили глинозед с содержанием FeO₂—0,0182 проц.

С золой угля № 425 нами был проведен также опыт в несколько упрощенном масштабе. Навеска золы равнялась 30 гр., оставшие условия опыта были те же; избыток восстановителя был взят 3-кратный. Полученные квасцы обрабатывались 20-процентным раствором аммиака; последующий бражки с 10-процентным избытком. В раствор аммиака прибавлялись порциями запужались кристаллы квасцов, при чем масса перемешивалась механической мешалкой. Обработка про-

необходимо в течение двух часов. При этом получается легко фильтрующийся и легко отжимающийся материал.

Гидрат окиси алюминия прокаливался в муфельной печи для получения Al_2O_3 . Анализ полученного глинозема при данном опыте:

Al_2O_3 — 99,4 %
 Fe_2O_3 — 0,021 %
 TiO_2 — 0,067 %
 P_2O_5 — 0,41 %
 SiO_2 — 0,072 %

Далее нами были проведены опыты по извлечению глинозема из сернокислых шриглитов серной и азотной кислотами. Сернокислотный метод дал следующие результаты:

Соотношен.	В ы х о д в %	
H_2SO_4	Al_2O_3	Fe_2O_3
K_2O_2		
1 : 1	84,09	20

Извлечение глинозема азотной кислотой производилось следующим образом:

В реакционную колбичку загружалось 4 гр. шриглита и нужное количество 55-процентной азотной кислоты. Смесь выдерживалась на масляной бане в течение трех часов при температуре 70°C.

Затем постепенно температура была повышалась до 110—120°C и при этой последней температуре была велась в течение 2½ часов. Во все время варки масса перемешивалась механической мешалкой, которая выводилась в колбичку посредством масляного пистолетного затвора.

Результат опытов таков:

по порядку	Соотношен.		В ы х о д в %	
	HNO_3	K_2O_2	Al_2O_3	Fe_2O_3
1	1 : 1		72,2	33
2	1,5 : 1		97,5	42

Выход в 72 проц. надо полагать несколько уменьшенным, так как пары HNO_3 возможно несколько терялись вследствие неоконченного масляного затвора.

Наконец, нами был применен для извлечения глинозема из золь углей метод спекания с сернокислым аммонием.

1) Журн. "Легкие металлы", 1932 г. № 7. — Пентегов, Николайская, Анцелевич. — Извлечение окиси алюминия из глин с помощью сульфата аммония.

Выхода Al_2O_3 после спекания золь и выщелачивания спеком на масле колебались у различных образцов золь от 55 до 68 проц. с определенными выходами Fe_2O_3 от 20 до 45 проц. Результаты обезжелезивания глинозема, полученного этим методом, видны из следующей таблицы:

по порядку	Содержание	Избыток	Содержание
	Fe_2O_3 в зоне	восстановит.	Fe_2O_3 в % в Al_2O_3
1	5,33	10-кратный	0,237
2			0,198
3	4,33		0,138
4	2,79		0,095

Из продолженной работы можно сделать вывод, что вполне удовлетворительно выходы при извлечении глинозема из золь каменных углей и шриглитов. Промывежка дает сернокислотный и азотнокислотный методы.

Метод спекания с сернокислым аммонием не дал хороших результатов ни в отношении выходов глинозема, ни в отношении обезжелезивания его.

ПОЛУЧЕНИЕ ГЛИНОЗЕМА ИЗ САЛАИРСКИХ БОКСИТОВ ЗАПАДНОЙ СИБИРИ

Пентегов, А. П., Николайская, Ю. П., Анцелевич, В. А.

БОКСИТЫ в Западной (Сибирь) были открыты всего лишь три года тому назад — в 1931 году.

Геолого-поисковые работы 1931 г. наметались бокситоносная площадь, прилегающая главным образом к югу и юго-западу к Салаирскому курью. В 1932 г. были найдены бокситы в западной и северной части Прикалгарья. Обнаружены бокситы и к востоку от Салаира.

Наиболее детально, к данному времени, освещено разведочными работами Тогтинское месторождение бокситов¹⁾. Рудные залежи располо-

1) Чуиков, П. Т. Бокситы Западно-Сибирского края. Западно-Сибирск. геолог. разв. трест.

имели место в правом склоне замкнутой с трех сторон долины р. Тух-
тыки. На Тухтыке обнаружены два участка бокситовых образований,
разобщенных между собой выходами кварцитов.
Наиболее развиты участки № 1, который по данным инж. Чулю-
па имеет следующие запасы бокситовых руд:

Таблица № 1.
(водная таблица запасов бокситовых руд уч. № 1 Тухтинского
месторождения).

С о р т	Запасы в тоннах по категориям. По степени разведан. колич. руды				
	А ₁	А ₂	В ₁	В ₂	С
Каменный боксит					
а) в массиве рудной Залежи	3410	550	1260	—	—
б) в разбортной руде	—	7490	—	—	—
в) в бокситосодерж. красно-цветной гли- не	—	—	—	35107	270000
Бокситовая мелочь	33680	1740	—	7740	—
Леопардовый боксит	64500	3340	—	14680	8700
Бокситовый делювий					
а) злов. бокситосо- держашая глина	—	4680	—	—	—
б) пестроцветный бок- ситосодержаш. де- лювий	—	—	—	27200	—
в) красноцветная бок- ситосодержашая гли- на (отмученная)	—	—	450000	400000	—
Всего запасов	101590	17530	451260	485120	278700

А + В 1053500 т.
С 278700 т.

ПРИМЕЧАНИЕ. При подсчете запасов отмученной красно-
цветной глины принимались в расчет лишь твердые включения в
количестве 30 проц. по весу от всей глины.

Литературные данные разнородных видов тухтинских бокситовых руд
проведенный анализ, дал следующие результаты:

Наименование бокситов	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	CaO	MgO	P ₂ O ₅	TiO ₂	Mn ₂ O ₃	Влага	Потери при прок.
1. Каменный б. (шурф № 1, гл. бина 17 мет.)	9,55	39,97	25,6	0,708	0,38	0,95	1,98	нет	1,64	не опр
2. Леопардо- вый (ш. № 1, гл. 7— 10 м, образец № 16)	39,01	32,05	13,55	0,6	0,20	3,51	0,58	1,3	12,92	
3. Бокситовая мелочь (ш. № 1, гл. 7— 10 м.)	15,53	32,89	25,7	не опр	0,7	4,0	нет	не опр	не опр	
4. Боксито со- держ. глина. 39,84 26,02 17,93 (ш. № 32, гл. 7—10 м.)	39,84	26,02	17,93	.	0,35	0,3	.	.	.	
5. Леопардо- вый (ш. № 2, гл. 6, 7—10 м, обр. № 13)	37,15	26,04	22,70	.	нет	2,14	.	1,62	.	

Учитывая, что основные запасы составляют боксито содержащая
глина и так называемый «леопардовый боксит», который по химиче-
скому составу весьма близок к бокситосодержашей глине, а также,
что известные по сего времени бокситовые руды других месторожде-
ний (Алабуга, в большинстве, наряду со значительными содержаниям
железа, имеют и большое содержание кремния, мы поставили себе
целью для этого вида руд выработать способ получения глинозема,
для чего объектом своего изучения взяли тухтинский «леопардовый
боксит».

Пакетивнесен у нас в работе образцы леонардового боксита име-
ли следующий химический состав:

	№ 16	№ 17	№ 18	№ 19
Шурф № 1	Шурф № 1	Шурф № 1	Шурф № 1	Шурф № 1
глуб. 7—10 м	глуб. 7—10 м	глуб. 7—10 м	глуб. 7—10 м	глуб. 7—10 м
SiO ₂	39,01 проц.	38,8 проц.	37,38 проц.	38,0 проц.
Al ₂ O ₃	32,05	36,69	33,43	36,97
Fe ₂ O ₃	13,55	14,31	14,38	14,53
CaO	0,6	не опред.	не опред.	не опред.
MgO	0,2	не опред.	не опред.	не опред.
P ₂ O ₅	0,35	не опред.	не опред.	не опред.
TiO ₂	1,05	1,8 проц.	1,80	не опред.
MnO ₂	1,58	нет	нет	нет
Влага	1,3	не опред.	не опред.	не опред.
Потери при прокал.	12,92	—	—	—

Леонардовый боксит имеет настолько высокое содержание кремне-
зема, что нет смысла прилагать к нему для извлечения глинозема
щелочные методы, потому мы остановились на сернокислотном мето-
де и методе спекания с сернокислым аммонием. Основная трудность,
которую мы должны были преодолеть при проведении работы—это ло-
дучить глинозем, свободный от железа из сырья, имеющего содержа-
ние Fe₂O₃ 13—14 проц.

Начав с сернокислотного метода, мы прежде всего обратили вни-
мание на то, что непрореагировавший боксит и прокаленный при темпера-
туре 700—800°, ведут себя совершенно различно, как в отношении
выхода Al₂O₃, так и в отношении выхода Fe₂O₃.

Так, начав работать с образцом боксита № 16, мы получили такие
результаты:

	Не прок л. бокс.	Прокален бокс.
Выход		
Al ₂ O ₃	33,26 проц.	81,52 проц.
Fe ₂ O ₃	81,48	16,71
Проц. извлеченного Fe ₂ O ₃		2,6

Прокалка боксита изменяет его поведение при извлечении глино-
зема в благоприятную для нас сторону, т. е. в смысле повышения
выхода глинозема и уменьшения выхода Fe₂O₃. Проводя с этим образ-
цом, наряду с извлечением глинозема, обезжелезивание обычным ме-
тодом с помощью SO₂, мы получили такие результаты:

	12-кратный изв. SO ₂	15-кратный изв. SO ₂
Выход Al ₂ O ₃	72,76 проц.	71,44 проц.
Содерж. Fe ₂ O ₃ в глиноземе . 0,061 проц.		0,04 проц.

Затем мы приступили к проверке полученных результатов на дру-
гих образцах леонардового боксита и получили следующее:

	№ 17	№ 18	№ 19			
	Непр. б. Прок. б.	Непр. б. Прок. б.	Непр. б. Прок. б.			
Выход Al_2O_3	23,06%	42,46%	33,61%	68,77%	18,42%	78,16%
Fe_2O_3	79,52	57,49	89,50	53,12	83,28	45,47
% извл. Fe_2O_3	—	9,52	—	8,76	—	7,58

Как видно из этих данных, прокалика не влияет на выход Al₂O₃ и
Fe₂O₃ в такой степени, как в образце № 16, и базироваться на ней, с
целью получить безжелезистый глинозем вообще из леонардового бок-
сита, нельзя.

Далее мы провели отбор железа из боксита с помощью магнита.
Осуществив это в лабораторных условиях, мы получили образцы боксита
следующего состава:

	№ 16	№ 17	№ 18	№ 19
SiO ₂	40,50	41,01	40,96	40,97
Al ₂ O ₃	36,92	36,01	36,64	37,44
Fe ₂ O ₃	9,29	8,6	9,95	9,64
P ₂ O ₅	нет	0,42	нет	нет
TiO ₂	неопред.	1,0	1,80	1,3

Проведя после этого экстракцию глинозема серной кислотой, мы
получили такой результат:

	Обр. № 18 непрок. б.	№ 16 Прок. б.	№ 17 Прок. б.	№ 19 Прок. б.
Выход Al_2O_3	22,27%	74,8%	95,19%	95,57%
Fe_2O_3	81,41	29,67	19,88	37,82
% извл. Fe_2O_3	—	8,4	2,14	3,79
				5,85

Далнейшее обезжелезивание с помощью SO₂ также не даю
благотворительных данных:

образцы № 19 (обезжелезивание с помощью SO₂ после предвари-
тельного отбора железа магнитом).

Выход Al ₂ O ₃	92,59 проц.
Содерж. Fe ₂ O ₃ в Al ₂ O ₃	2,79

Не удовлетворившись результатами отбора железа с помощью маг-
нита ручным лабораторным способом, мы дали поручение Механобру
произвести магнитную сепарацию боксита с помощью сепараторов
«Болд-Нортон» (сухая сепарация) и «Болд-Нортон» (мокрая сепара-
ция).

Был дан образец деонарированного боксита, взятый из шурфа № 2 за № 13 следующего состава:

SiO ₂	37,15 проц.	P ₂ O ₅	нет
Al ₂ O ₃	26,04	SO ₂	следы
Fe ₂ O ₃	22,7	Влага	1,62 проц.
TiO ₂	2,14		

Результаты произведенной сепарации таковы:

Сепарация из «Болл-Нортон» (крупность частиц 3 мм.).

Таблица № 1

№№ фракций	Ампер	Выход в проц.	Суммарн.
1	0,5	—	—
2	1,0	3,06	3,05
3	1,5	1,91	5,02
4	2,0	1,71	6,73
5	2,5	93,27	100,0
6	не магн.	100,0	

Таблица № 2.

Результаты обработки отдельной пробы на скобе «Дэвиса» (крупность частиц 1 мм.).

№№ фракций	Выход в проц.	Суммарн.
1 магн.	3,06	3,06
2 не магн.	96,94	100,0

Таблица № 3.

Результаты обработки отдельной пробы от некажнитной части (см. табл. 1, фр. № 6 на скобе «Дэвиса», крупность частиц 1 мм.).

№№ фракций	Выход в проц.	Суммарн.
1 магн.	0,80	0,80
2 не магн.	99,20	100,0

Анализ фракции № 6 (табл. № 1) для такие результаты:

Al ₂ O ₃	27,67 проц.	TiO ₂	2,36
Fe ₂ O ₃	21,38	P ₂ O ₅	нет
SiO ₂	38,40		

Анализ фракции № 2 (таблица № 3)

Al ₂ O ₃	27,29	TiO ₂	1,92
Fe ₂ O ₃	19,97	P ₂ O ₅	нет
SiO ₂	38,92		

Рассмотрев все вышеприведенные данные по извлечению глинозема из деонарированного боксита с помощью серной кислоты, можно сделать вывод, что этот метод для получения из боксита безжелезистого глинозема не применим; все усилия освободиться полностью от железа не дали положительных результатов. Не дает в этом отношении удовлетворительных результатов и магнитная сепарация.

Затем перешли к работе по получению глинозема из боксита методом спекания с сернокислым аммонием. Обычный метод спекания для такие результаты: (опыты производились с образцами боксита после предварительного отбора железа магнитом, их анализы даны на стр. 49).

Образ. № 18	№ 16	№ 19
Выход Al ₂ O ₃	99,0 проц.	95,50 проц.
Fe ₂ O ₃	34,17	51,02
Fe ₂ O ₃	3,4	4,74

Все эти опыты проводились с образцами воздушно-сухого непрокаленного боксита. Прокалка в данном случае почти не влияет на выхода Al₂O₃ и Fe₂O₃, что видно из следующих цифр:

Образец № 16		
Нормок. бокс. Прокал. бокс.		
Выход Al_2O_3 .	95,50 проц.	96,8 проц.
Выход Fe_2O_3 .	51,02	49,62

Как видно из приведенных данных, метод спекания с сернокислым аммонием дает очень хорошие выходы Al₂O₃, но вместе с тем извлекается и железо в таком количестве, что освобождаться от него, разве с помощью SO₂ не представляется возможным.

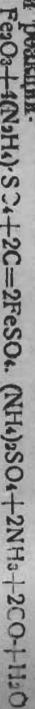
Наконец, мы решили производить спекание боксита с сернокислым аммонием, но на ряду с последним вводить в шихту мелкорасеянный угль. Это мероприятие резко улучшило результаты и разрешило нашу задачу: получить безжелезистый глинозем при удовлетворительном выходе последнего.

1) Журнал «Легкие металлы» № 7—1932 г., «Извлечение окиси алюминия из глины с помощью сернокислого аммония». А. П. Петегов, Ю. П. Никольская и В. А. Анисимов, и журнал «Легкие металлы» № 1 1933 г., «Характерные углеродные сланцы, как глинозёмное сырьё». А. П. Петегов, Ю. П. Никольская, В. А. Анисимов.

Полученные результаты таковы:

№ п.	Содерж. Fe ₂ O ₃ в исп. б.	Темп. спекан.	Продол. спекан.	Продол. выпел.	Изб. введ. угля ²⁾	Изб. SO ₂ ³⁾	Выход Al ₂ O ₃	Содерж. Fe ₂ O ₃ в Al ₂ O ₃ в %
1	9,29	400°	2 ч	20 м.	3-я кр. 3-я кр.		68,3	0,04
2	13,55	"	"	"	"	"	70,0	0,04
3	19,97	"	"	"	"	"	74,0	0,03
4	22,70	"	"	"	"	"	73,46	0,03

Из приведенной таблицы видно, насколько большое значение имеет введение в шихту угля. Прежде всего, этим упрощается значительно весь ход процесса, т. е. устраняется необходимость большого количества железа во время выплавлявания, благодаря чему мы смогли сократить время выплавлявания до 20 минут, и затем сокращается количество вводимого SO₂. Легче в данном процессе получения глинозема берет себя следующий образок: во время спекания оно так же, как и окись Al, вступает в реакцию с сернистым аммонием, но, благодаря присутствию угля, оно дает не железно-аммонийные квасцы, а, в главной своей массе, двойную соль, известную сернокислотного железа и сернистого аммония—соль Мора, по следующей реакции:



Исходя из этой реакции и из реакции образования алюмо-аммонийных квасцов, мы и рассчитывали количество сернистого аммония, вводимое в шихту для спекания, берет его без избытка.

Теперь очень незначительная часть железа переходит в растворимое состояние при спекании в окисной форме.

При выплавлявании железно переходит в раствор с выходом 80—90 проц. от исходного количества. Вводимый при выплавлянии раствор SO₂ восстанавливает ту часть железа, которая перешла в раствор в окисной форме и препятствует окислению закисного железа кислородом воздуха. При кристаллизации квасцов железно надлежит остаться в растворе, а водные квасцы после их окисления и трехкратной промывки раствором сернистого аммония содержат лишь следы закисного сернистого железа и совершенно не содержат окисного железа.

Весь процесс обводится теперь в общих чертах к следующему: смесь взятых в определенных соотношениях и мелко-измельченных боксита, сернистого аммония и угля тщательно перемешивается и

²⁾ Избыток угля берется по отношению к теоретически необходимому по реакции: $\text{Fe}_2\text{O}_3 + 4(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + 2\text{C} = 2\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 + 2\text{NH}_3 + 2\text{CO} + \text{H}_2\text{O}$

³⁾ Избыток SO₂ берется исходя из реакции: $\text{Fe}_2\text{O}_3 + \text{SO}_2 + \text{H}_2\text{O} = 2\text{FeO} + \text{H}_2\text{SO}_4$

выплавляется при температуре 400° С в течение двух часов. Затем смесь обрабатывается водой, количество которой равно в 2½ раза больше того, которое теоретически требуется для растворения окисного выхода квасцов из расчета их растворимости в воде при 100°С. Вся эта масса тщательно перемешивается в течение 20 минут при температуре 100° С с целью растворения образовавшихся при спекании квасцов, при чем во время этой операции вводится, необходимыми порциями указанное в таблице количество восьмипроцентного раствора SO₂ таким образом, что от выплавляемой смеси все время слышен слабый запах SO₂.

После выплавлявания смесь фильтруется и промывается 2 раз горячей водой. При чем в опытах с углем фильтрование происходит быстрее, чем без угля. Отфильтрованный раствор квасцов охлаждается при перемешивании до 0°С; выпавшие квасцы отфильтровываются, промываются три раза раствором сернистого аммония и образуются двадцатипроцентным раствором NH₃ для получения гидрата окиси алюминия, который затем прокаливается.

Анализ шихты, т. е. нерастворимого остатка, оставшегося после отфильтрования раствора квасцов, дал следующие результаты:

SiO ₂	73,85 проц.	Fe ₂ O ₃	2,37 проц.
Al ₂ O ₃	20,40 "	CaO	1,99 "
TiO ₂	1,23 "	MgO	0,43 "

ПРИМЕЧАНИЕ. Шихта перед анализом была прокалена до постоянного веса.

С целью выведения и уточнения условий получения глинозема с наибольшим выходом и наименьшим содержанием железа, мы провели ряд опытов, результаты которых сведены в нижеследующую таблицу.

Опыты проведены с бокситом № 16, содержащим 36,9 проц. Al₂O₃ и 9,29 проц. Fe₂O₃ (см. табл. на стр. 54).

Из приведенных цифр можно сделать вывод, что для получения наибольшего выхода глинозема следует придерживаться следующих условий: температура спекания—400°С, продолжительность спекания два часа и продолжительность выплавлявания—20 минут.

Для получения глинозема, наиболее свободного от железа, следует для данного боксита вводить в шихту шестикратный избыток угля и при выплавлявании давать трех или пятикратный избыток SO₂; в первом случае трехкратный избыток SO₂ (получается глинозем с содержанием 0,013 проц. Fe₂O₃ во втором (пятикратный избыток SO₂) с содержанием—0,009 проц. Fe₂O₃.

Следует заметить, что при соблюдении вышеуказанных условий, повышение содержания Fe₂O₃ в исходном боксите до испытанного нами предела 22,7 проц. не влияет на качество Al₂O₃ ов смысле его чистоты и незначительности содержания железа. Наблюдается даже такое явление, что чем выше

Таблица № 2.

Спекание с коксом (животным углем), полученным из шерстяных отходов лимонатного производства.

№№ по порядку	С м е с ь	Нагреватель	Время нагревания	Вес смеси после сплавления	Выход NaCN к коксу в процент.	% NaCN к теоретическому выходу в коксе
1	Кокса I — 5 гр. Соли — 10 гр. Угля — 15 гр.	Плавильная горелка		0,43	1,5	
2	Кокса I — 3 гр. Соли — 5 гр. Угля — 8 гр.	2 баретеля . . .	1 ч.	5 гр	1,7	6,0
3	• • •	Баретель и плавильная горелка	2 ч.		следы	
4	Кокса I — 3 гр. Соли — 7 гр. Угля — 10 гр.	2 баретеля . . .	30 м	7 гр	2,05	7,3
5	То же	• • • • •	2 ч.	6,7 гр	1,06	3,8
6	Кокса I — 3 гр. Соли — 7 гр. Угля — 1 гр.	• • • • •	25 м.	8,5 гр	3,40	12,1
7	Кокса I — 3 гр. Соли — 6 гр. Угля — 1 гр.	Баретель и плавильная горелка	40 м.	6,7 гр	2,82	10,0
8	Кокса I — 3 гр. Соли — 6 гр. Угля — 9,5 гр.	Плавильная горелка сильное пламя . .	10 м.	6,4 гр	4,20	14,9
9	Кокса I — 4 гр. Соли — 8 гр. Угля — 0,5 гр.	• • • • •	1 ч.	7,9 гр	2,30	8,2
10	Кокса I — 4 гр. Соли — 8 гр. Угля — 0,5 гр. Железа — 0,25 гр.	• • • • •	40 м.	8,7 гр	2,57	9,1

Таблица № 3.

Спекание кокса (животного угля), полученного из шерстяных отходов сукиного производства.

№№ по порядку	С м е с ь	Нагреватель	Время нагревания	Вес смеси после сплавления	Выход NaCN к коксу в процент.	% NaCN к теоретическому выходу в коксе
1	Кокс II, III — 4 гр. Соли — 8 гр. Угля — 1 гр. Железа — 0,2 гр.	Баретель и плавильная горелка . . .	1 ч.	9,9 гр	24	55
2	Кокс II, III — 4 гр. Соли — 5 гр. Угля — 2 гр.	На двух баретелях под асбестовым копаном	10 м.	7,1 гр	14,9	34,2
3	Кокс II, III — 2 гр. Соли — 5 гр. Угля — 2 гр.	• • • • •	20 м.	6,5 гр	21,9	50,3
4	Кокс II, III — 4 гр. Соли — 5 гр. Угля — 2 гр. Железа — 0,25 гр.	• • • • •	15 м.	7,15 гр	31	71,0
5	Кокс II, III — 10 гр. Соли — 10 гр. Угля — 4 гр. Железа — 0,5 гр.	• • • • •	30 м.	16,7 гр	17,2	39,7
6	Кокс III, IV — 15 гр. Соли — 20 гр. Угля — 10 гр. Железа — 1 гр.	На двух баретелях под асбестовым копаном	30 м.	33,9 гр	21,4	49,2
7	Кокс II, III, IV — 20 гр. Соли — 25 гр. Угля — 10 гр. Железа — 1,25 гр.	В печи с дутьем на коксе	Около часа	37,8 гр	17	39,2

Таблица № 4.

Спекание кокса, полученного из смеси шерстяных отходов стального и лимонного производств.

№№ по порядку	С м е с ь	Нагреватели	Время нагревания	Вес смеси после сплавления	Выход NaCN к коксу в процент.	% NaCN к теоретическому выходу в коксе
1	Кокс V — 25 гр. Соли — 25 : Угля — 5 : Железа — 1 : — 56 .	На двух бартелях	20 м.	41 гр.	7,9	38,4

Приведенные данные количества NaCN в т. II получены из исходного продукта с малым содержанием азота (5 проц.), в т. III и IV — с большим содержанием азота (14 проц.).

Как видно в таблицах III и IV, выход цианистого натрия по отношению к теоретическому составляет около 50 проц. (Теоретическое количество его должно равняться количеству азота в коксе, умноженному на 3,5).

В шерошесте на азот, который был определен в исходном продукте, т. е. шерошесте до обугливания, выход цианистого натрия к теоретическому составляет от 15 до 20 проц.

Отношения между компонентами в смеси для спекания на основе вышн табели можно принять следующие: 100 в. ч. кокса (с содержанием азота около 10 проц.), 75 в. ч. соли, 30 в. ч. древесного угля и 15 в. ч. железных опилок. При этом расход соли составляет около 15 проц. от взятого количества и 85 проц. остается без изменения.

III. Извлечение Для выделения NaCN из сплава, последний обрабатывался водой (требует около 300 в. ч. цианистого натрия на вышеуказанные отношения взятых компонентов в смеси). Во избежание реакции между железом и цианистым натрием, растворение производилось быстро.

Таким путем в раствор превратился весь цианистый натрий и сода, а в остатке находились уголь, шерошесте железное и землистое примеси. Для отделения остатка раствор фильтровался через быстро фильтрующийся фильтр и промывался три раза водой.

Полученные цианистого натрия из раствора может быть произведено путем действия разбавленной кислоты, но при этом теряется и сода, которую можно извлечь, если применить другие методы.

В лаборатории были поставлены два способа извлечения цианистого натрия с сохранением соды:

1) выделение едким натрием кислоты бикарбонатом натрия и

2) выделение карбонатов цианистого натрия дробной едким щелочью.

1. Основан на том, что едкий натрий кислота, по сравнению с углекислотой является более стабильной и выделяется из растворов цианидов. Поэтому кислотный углекислый натрий на раствор цианида будет действовать как кислота, вытесняя свободную едкую кислоту по следующему равенству:



Для проверки способа было произведено разложение цианидов бикарбонатом натрия из искусственной смеси чистых препаратов цианистого натрия и соды. Производилось это следующим образом: в оттопленную стеклянную колбу вносили указанный раствор, затем склянку прибавляли бикарбонат натрия (достаточно в тройном количестве по отношению к взятому количеству цианистого натрия) и производилась перегонка жидкости при кипении с хорошо охлажденным холодильником.

Синильная жидкость отгонялась вместе с водой и улавливалась в приемнике едким натрием титрата окиси кальция, при чем в растворе получался цианистый кальций.

Результаты этих опытов приведены в таблице № 5.

Таблица № 5

№№ по порядку	Состав смеси	Отгонялось цианида (в процент.)	Осталось не отогнанного цианида в %	Примечание
1	Сода — не определ. NaCN — 0,962 гр. NaHCO ₃ — 10 гр. Вода — 400 к. см.	21,9	78,1	Отгонено около 100 к. см. жидкости.
2	Сода — 3 гр. NaCN — 0,46 гр. NaHCO ₃ — 6 гр. Вода — 50 к. см.	87,0	13,0	В остатке около 10 к. см. жидкости из взятых 50 к. с.
3	Сода — 10 гр. NaCN — 0,6 гр. NaHCO ₃ — 5 гр. Вода — 50 к. см.	86,15	13,85	

Переведение цианистого кальция в цианистый натрий может быть произведено по методу, предлагаемому в патенте № 427156, основанном на реакции обмена между цианистым кальцием и сульфатом по следующему равенству:



2. Способ кристаллизации цианистого натрия из раствора дает менее чистый продукт, чем по способу отгонки синильной кислоты, но этот способ много проще и поэтому заслуживает внимания. Опыты по кристаллизации производились с чистыми солями в термостате с постоянной температурой с точностью до 0,5°. Смесь солей с водой перемешивалась от 4 до 8 часов на электрической мешалке, с частотой перемешивания изыскания твердых солей после насыщения раствора. Затем определялся состав раствора и выражался в весовых процентах.

Были поставлены опыты при 0°, 30°C и 60°C, со смесью солей: цианистого натрия, соды и сернистого натрия.

Данные опытов по кристаллизации приведены в таблице № 6.

Таблица № 6.

№№ по порядку	Температ. °С опыты	Удельный вес	Состав насыщенного раствора в весовых %			
			NaCN	Na ₂ CO ₃	Na ₂ S	Сумма солей
1	0°	1,1681 при 25,5° С	29,5	—	—	29,5
2	0°	1,1884 при 26,6° С	28,2	3,7	—	31,9
3	30°	1,2114 при 25,6° С	24,6	3,7	3,9	32,2
4	30°	не определен	31,0	4,9	—	35,9
5	60°	—	45,4	—	—	45,4
6	60°	1,3374 при 60° С	43,9	2,6	—	46,5

Насыщенный при 60°C раствор цианистого натрия после охлаждения кристаллизуетея с двумя молекулами воды.

При выпаривании раствора цианистого натрия и соды при 100° будет слезага выделяться одновременно сода. После того, как раствор достигнет 44 проц. содержания цианистого натрия — сливается с кристаллов соды. При этом, на основании приведенной таблицы первоначальный раствор будет содержать 44 проц NaCN, 2,6 проц соды и 53,4 проц. воды. После охлаждения раствора до 30° в осадок выделится из 44 проц. цианистого натрия — 27,1 проц. воды из 53,4 проц. — 19,8 проц.

Маточный раствор будет следующего состава: 31 проц. цианистого натрия, 4,8 проц. соды и 64,2 проц. воды, т.е. отвечающий составу насыщенного раствора при 30°. Выкристаллизованный таким образом цианистый натрий будет загрязнен небольшим количеством соды и сернистого натрия, которые можно удалить путем переведения снова в раствор кристаллов цианистого натрия и осажением указанных солей известью; после чего в растворе будет цианистый натрий и едкий натрий в небольшом количестве, не влияющем вредной примесью. Осажденное вещество промывается выпариванием воды и получением чистого цианистого натрия в виде безводной соды.

Последние приведенные расчеты сделаны на основании таблицы растворимостей солей цианистого натрия и соды в воде.

На основании проведенной работы можно сделать следующие выводы:

- 1) Приготовление животного клея происходит одновременно с процессом получения масла олеяного рода поэтому на основании проведенной работы можно только считать, что отщелка при сыбом напревании более выгодна, чем при сильном напревании.
- 2) Для спекания лучше употреблять коке с содержанием азота не ниже 8 проц., иначе выход цианистого натрия будет незначителен.
- 3) При спекании глинозем и кремнезем вредно влияют, уменьшая выход цианида, поэтому не следует брать очень зольный древесный уголь (рекомендуется зольность не выше 2—3 проц.). То же самое необходимо отметить об остальных составных частях смеси, которые не должны быть загрязнены землей.
- 4) Спекание при составлении шихты надо производить возможно тщательнее при полном обратном пропускании на шаровой мельнице. Для достижения большого контакта между частями требуется надавливание смеси при затрубке, а если возможно, то и прессование.
- 5) Спекание следует производить в железных вертикальных ретортах, герметически прикрыв крышками, которые не должны открываться вплоть до охлаждения содержимого.
- 6) Процесс спекания следует проводить в два приема. Сначала, при медленном нагревании удаляются все летучие компоненты. Затем, температуру надо повышать до 1100—1200°C и производить спекание при этой температуре.
- 7) Выделение цианистого натрия по способу отгонки синильной кислоты должно производиться из осевидной внутри железной посуды с дефлегматором.
- 8) Выделение цианистого натрия путем выпаривания должно производиться в желатинной посуде, покрытой синилом.

Концентрированный раствор сливается в джаровые кристаллизаторы.

Произведенная лабораторная разработка метода должна быть еще проверена в опытной доулавывающей установке и после этого будет возможно ее рекомендовать уже в законченном виде для заводского производства.

ЧАСТЬ ВТОРАЯ

ОБЕЗВОЖИВАНИЕ И ОСВЕТЛЕНИЕ КАНИФОЛЬНОГО МЫЛА

Пенегов, А. И., и Мардавич, Я. М.

Одним из наиболее крупных недостатков, если не единственным, в способе извлечения смолистых веществ из пневого оскода водным раствором щелочи, по сравнению со способом экстракции смолистых растворителями, — является большая влажность получаемого продукта — канифоляного мыла, обычно составляющая 50 проц. от веса мыла, и деустойчивость цвета такого канифоляного мыла. Водное канифоляное мыло при хранении довольно быстро темнеет и из светлого превращается в темнокоричневое.

Большая влажность мыла весьма существенно влияет на стоимость перевозки канифоляного мыла и требует более большой объем тары.

Выстраив осветленность канифоляного мыла способствует, кроме товарного вида и является также весьма недостаточным фактором канифоляно-мыльного производства.

При извлечении смолистых веществ из пневого оскода растворителем (бензином), т.-е. при способе экстракционным, — этот недостаток отсутствует, конечным продуктом является твердая канифоль, правда низкой маркой и с пониженной температурой размягчения, тем не менее — продукт вполне трансформированный.

Этот довод обычно выдвигается противниками щелочного метода, как основной аргумент против канифоляно-мыльного производства.

Но щелочной способ извлечения смолистых из оскода имеет очень много положительных сторон и преимуществ по сравнению с экстракционным способом и, несмотря на вышеуказанный недостаток канифоляного мыла, все больше и больше становится основным методом извлечения смолы переработки пневого оскода.

Улучшение качественной выработки канифоляного мыла и придание мылу светлого устойчивого цвета, что бы еще больше перевес в пользу щелочного способа перед экстракционным.

Нам было известно большое количество опытов как по осветлению канифоляного мыла, так и по его обезвоживанию.

В целях направления изучения выше указанных методов пенин, которые могут быть использованы, говорить о переносе производственного нами способа в заводские условия.

7. Осветление канифоляного мыла. Темная окраска канифоляного мыла, получаемого в производстве о 50 проц. влаги, зависит от присутствия в сырьевых веществах, извлекающихся щелочью из древесины. При растворении мыла в воде (1:2) и второй отсепке мыла из полученного мыльного раствора получается светлое мыло. Перехватывая отсепку еще больше осветляет его. Для выявления результатов повторной отсепки и определения

или тот этот процент потерь, были поставлены работы следующие образцы, некоторые из которых мыла растворялись приблизительно в равном или несколько меньшем объеме воды. В полученном кале определяли процент смолистых.

Важно отметить, что отсадка мыла с проверкой на полную отсадку. Мыло отсаживалось от надмыльного щелока, последний выливался и в нем определялось невысылившееся мыло в виде смолистых, которое и составляло процент потерь при первой отсадке.

Мыло от первой отсадки слова растворялось в таком же количестве воды, отсаживалось, определялось от надмыльного щелока, в последнем определялось невысылившееся мыло, т.е. потери при второй отсадке.

В результате этих опытов имеют:

№ опытов по порядку	Количество мыла в пересчете на безводное	Канифоль в исход. мыле в гр.	Канифоль в I надмыльном щелоке в гр.	Процент потерь к исходн. без водн. мылу после I отсадки	Колич. канифоли во II мыльном клее в гр.	Колич. канифоли во II надмыльн. щелоке в грамм.	Колич. канифоли во II надмыльн. щелоке в процент. к исходн. безводн. мылу (процент потерь)	Общие потери канифоли в гр.	Процент общих потерь каниф. к исходн. безв. мылу
1	36,18	32,05	0,47	1,3	31,59	0,34	0,94	0,81	2,24
2	34,11	29,84	0,43	1,26	29,41	0,29	0,85	0,72	2,11

В первом опыте в исходном кале 36,18 грамм безводного мыла и 32,05 грамма канифоли. После первой отсадки в надмыльном щелоке осталось канифоль 0,47 грамм, которые являются потерей по отношению к исходному безводному мылу (36,18 грамм) — 1,3 проц. Второй мыльный клей содержит 31,59 грамм канифоли; надмыльный щелок после его отсадки 0,34 грамм, или 0,94 проц. к исходному безводному мылу. Таким образом, двухкратная отсадка вывела потерю 2,24 проц. к безводному мылу.

Во втором опыте потери равны 2,11 проц. канифоли к (безводному) исходному канифольному мылу.

Кроме опытов с первой отсадкой по осветлению канифольного мыла, были произведены опыты осветления мыла путем дробной отсадки.

В данном случае мы руководствовались тем же предположениями, что и в первом опыте, мыла меньше увеличивает красных, нежели желтых. Но здесь принцип встречившись с некоторым неудобством: того в том, что при частной отсадке получается не надмыльный щелок, а мыльный клей, но с меньшим содержанием мыла и отсечение уже от него канифольного мыла происходит очень медленно, а при некоторых случаях и невозможно.

Для подробного указания и концентрации осветляемого мыльного клея и количества осветлителя. Только при известных их со-

отношениях происходит полное и скорое выделение и отделение выделенного мыла.

Поскольку подпорки отсадки дает тот же эффект, что и пробка, но выделение первой пробы, второе с дробной отсадкой канифольного мыла в желтых не разрабатывалось.

Для исследования хода процесса сушки канифольного мыла в лабораторных условиях в первую очередь представлялось необходимым установить влияние основных факторов:

- 1) температуры,
- 2) продолжительности сушки и
- 3) толщины слоя высушиваемого канифольного мыла на процессе сушки мыла и на качество последнего.

К этой цели были проведены серии опытов сушки мыла в разных лабораторных условиях:

1. Сушка мыла в термостате при разных температурах (от 110° — 140°) при различной толщине слоя мыла для следующего результата:

Продолжительность процесса сушки.

Температура в сушильном шкафу во время сушки	При высоте слоя канифольного мыла			
	0,5 сантимет.	1 сантимет.	1,5 сантимет.	2 сантимет.
110°	1 ч. 45 м.	3 ч. 30 м.	4 ч. 35 м.	6 ч. 05 м.
120°	1 ч. 30 м.	2 ч. 40 м.	3 ч. 30 м.	5 ч. 15 м.
130°	1 ч. 20 м.	2 ч. 40 м.	3 ч. 20 м.	5 ч. 05 м.
140°	1 ч. 05 м.	2 ч. —	2 ч. 15 м.	2 ч. 55 м.

Канифольное мыло было взято одно и то же для всех случаев сушки после очистки его дробной канифольной отсадкой солей и содержания в нем влаги 85 проц. и смолистых веществ 44,53 проц.

В результате, полученное сухое канифольное мыло содержало около 50,4 проц. влаги (исходя из всех случаев уменьшения влаги около 54,5 — 54,6 проц.).

Цвет его был не темнее исходного мыла.

Из полученных данных следует сделать вывод о наиболее целесообразных условиях сушки при температуре 140 градусов.

Наиболее рациональной с эконоимической стороны является сушка мыла толщиной слоя не менее 2 см.

Продолжение опыта с сушкой канифольного мыла позволяют прийти к следующим выводам:

- 1) Качество канифольного мыла, при процессе сушки его при различных температурах (также при температуре в термостате в 150° С) настолько же улучшается и в нем же завершен процесс раз-

2) При увеличении выработки елов мандрельного мига — при сдвиге в 2 см. и более, прореже сушки нисколько не затрудняется и является более рациональным, нежели при меньшей его толщине, т. е. при этом достигается экономия во времени, затрачиваемом на сушку.

В дальнейшем были поставлены опыты с применением фольгированного мыла в 50-мее укупориванием мажущее при толщине вакуумизованного фольгированного мыла в 5—8 мм.

При этом выливался долив возможность и целесообразность существования мига с упавшей долиной слод.

Машинное масло подвергать сушке в азотном одноклассовом протыте (жарение — длиной 85 см, шириной 10 см, высотой — 12 см), установленном на тонком слое песка на эвеной толще при естественной тяге паров через вытяжную трубу.

Полученные результаты:

1. Капифолозное мыло было взято высотой слон в 3 см. Продолжительность процесса сушки составляла 4 ч. 15 минут. Вес мыла до сушки составлял 1370 гр.; вес мыла после сушки составлял 645 гр.; температура во время сушки в слое была составляла около 200° C. Температура капифолозного мыла была в пределах 75—85° C.

Содержание влаги в кастильском мыле составило в разную периодов сушки следующее количество:

При начале сушки (в исходном канфольном масле) 55,2 проц. влаги.

№	Время, мин.	Средняя температура, °C
1	15	24,2
2	15	5,4
3	15	0,39

Была проведена при регулярном пережевывании мяса. Данные этих опытов можно представить в следующих цифрах:

Вещ	Прол.	Коллич.	Температура
Каниф. мыла	влаги	сухого вещества	тупа сушки (в ммдв)
Канифольное мыло до сушки	1370 гр.	55,2	613,4 гр.
Канифольное мыло после сушки	615,8 гр.	0,39	613,4 гр.

Последующие многократные опыты, проведенные с чистой гальванической массой без повторной его отгонки, т.е. сушка канифольного мыла, получаемого при обычных заводских условиях работы канифольных заводов, дали результаты, значительно полученные при предыдущих опытах (с осевшимым повторной отгонкой мылом).

Из ряда проведенных опытов при тех же температурных и прочих условиях сущих с несомненным малом, содержанию 46,2 проц. влаги получены следующие результаты:

Продолжительность сушки мыла (высотой слоя в 8 см, 4 часа 20 мин.

Температура	Средним 07.4
сушки	4 г. 80 м.
в мунд	Проп. Вес мунд
	К-во суш. в. в. в.

Канифольное	много до сушки . . .	} 80-85°C	46.2	1327 гр.	715 гр.
Канифольное	много после сушки . .		1.65	725 гр.	713.2 гр.

В результате всех опытов по оценке мыла, изготовленного из цветочного и туалетного мыла, представлялось собой продукт высшего качества, который можно было использовать для мытья.

Плот была произведена исследованием сухого климатического фактора при его хранении. Данные, полученные при хранении сухого климатического фактора, показывают, что плотность фактора, полученного при хранении, увеличивается во влажном состоянии, так как плотность фактора увеличивается с увеличением количества влаги в нем.

Измельчаем в порошок.

Вкусная

В первоначальном сухом канифе.		В первоначальном сухом канифе.	
Мглы	0,39 проц. влаги	Мглы	0,39 проц. влаги
Через 2 суток	1,7	Через 2 недели	5,7
Через 3 недели	2,19	Через 6 месяцев	6,11
Через 2 года	8,1	после сжигания	6,11

При протекании во впадинном месте сухое казифольное мыло при

На основе результатов опытов по сушке лакированного мыла можно сделать следующие выводы:

1. Генифольное мыло в 100% состоит из мыла высшего без примесей цвета

2. В процессе сушки температура капронового волокна не должна превышать 80—85°C.

3. Высушенное мясо можно использовать в пищу и в качестве хранения в нестерильном месте).

4. Сухота мыла в заводском воздухе может приводить к различным противным (переносам), связанным из легкого и обильного дыхания человека. Производство из жиропротравки при температуре 200-250°С. в течение суток 200-300 кг сухого мыла. Выходного или около 110 кг сухого мыла. (невозможно, для подвешивания в течение суток одной тонны сухого мыла, необходимо производить в 9 кв. метрах.

Такой способ
защитно-обмрещен.

Расход тепла для сушки кастильного мыла в заводских условиях в сушильных типа противней может быть определен по следующему примерному расчету.

На кастильно-мыльном заводе, с производительностью в 2,4 тонны мыла в сутки (при содержании влаги в мыле 50 проц.), т. е. на заводе типа «Ларинус», при условии беспрерывной его работы и двойной загрузки 4 эстакадиров в сутки — необходимо повернуть сушилку не менее 100 кг. мыла в час.

Принимаем до влияния, что продолжительность процесса сушки мыла на основании данных лабораторных опытов составляет 6 часов (с разгрузкой и загрузкой сушилки мылом), необходимо одновременное высушивание мыла производить в количестве 600 кг.

Линия толщиной слоя высушиваемого мыльного куска в 0,05 м., вес кастильного мыла, повернутого сушилке, составляет около 0,05 тонны (при влажности мыла в 50 проц.) на 1 м² сушилки.

Следовательно, для 600 кг мыла требуется общая площадь сушилки в размере $0,6 \text{ т.} : 0,05 = 12 \text{ м}^2$.

Если образцы при установке сушилки площадью каждой в 4 м² потребуют 3 сушки. Производительность каждой такой сушилки (продолжительности) составит 0,2 тонны мыла за один оборот, т. е. за 6 часов, потребных для высушивания мыла (или производительность сушилки в час составит 33 кг. кастильного мыла).

Расход тепла на сушку кастильного мыла.

1) Q_1 — расход тепла на нагревание воды в первоначальном кастильном мыле.

Для загрузки для сушки в сушилку 0,2 т. кастильного мыла с влажностью его в 50 проц. необходимо для нагревания с 20° до 100° (заключенных) в кастильном мыле 0,1 тонны воды загрузить, следовательно количество тепла:

$$Q_1 = 100 \text{ кг} \times 1 \times 80^\circ = 8000 \text{ калорий.}$$

2) Q_2 — расход тепла на испарение воды из кастильного мыла, да может быть определен по следующему расчету:

$$Q_2 = (A - B) \cdot 537, \text{ где}$$

Q_2 — расход тепла на испарение воды из кастильного мыла;

A — количество воды, заключенной в первоначальном кастильном мыле, подвергнутой сушке;

B — количество воды, оставшейся в кастильном мыле после сушки.

Согласно нашим данным: A = 100 кг. (при влажности мыла в 50 проц.).

B — 3 кг. (на основании полученных результатов, во сушилке кастильного мыла, — по данным анализа сухого кастильного мыла, произведенного в его кусках по истечении двухнедельного срока его.

хранения. Влага в этом мыле составляет 3,7 проц., следовательно, примерное количество влаги, допускаемое при сушке, может быть ориентировочно исчислено в размере около 3 проц. в весу сухого кастильного мыла).

В соответствии с этим, Q_2 составляет:

$$Q_2 = (100 - 3) \cdot 537 = 51015 \text{ калорий.}$$

3) Q_3 — расход тепла на подогрев сухой воды кастильного мыла от его первоначальной температуры (20°) до 100° C составляет:

$$Q_3 = A \cdot B \cdot C, \text{ где}$$

A — кол. высушенного кастильного мыла,

B — теплоемкость кастильного мыла,

C — количество градусов по C° (100 - 20 = 80°).

В данном случае: A = 105 кг., B = 0,47 (принимая условно теплоемкость кастильного мыла равной теплоемкости кастилола), C = 80; таким образом $Q_3 = 105 \cdot 0,47 \cdot 80 = 3948 \text{ калорий.}$

4) Q_4 — расход тепла для нагрева облицованного противня, определенного по следующей формуле:

$$Q_4 = W \cdot C \cdot (t_1 - t_2), \text{ где}$$

W — вес противня

C — теплоемкость облицованного железа

t₁ — конечная температура нагрева стенок

t₂ — начальная температура стенок противня.

В облицованных условиях сушилки кастильного мыла мы будем иметь:

W — вес противня = 488 кг. (при указан. выше размерах противня и при толщине его стенок и дна в 5 мм).

C — теплоемкость железа = 0,1338.

t₁ — конечная температура нагрева стенок, может быть принята на основании данных опыта сушки в песчаной ванне = 185° C.

t₂ — начальная температура стенок противня = 20° C.

Следоват. было $Q_4 = 488 \cdot 0,1338 \cdot 165 = 10774,5 \text{ кал.}$

5) Q_5 — потеря тепла посредством лучеиспускания и конвекции может быть исчислена в размере 10 проц. от всего вычисленного расхода тепла, т. е. составит:

$$(Q_1 + Q_2 + Q_3 + Q_4) \cdot \frac{1}{10} = (8000 + 51015 + 3948 + 10774,5) \cdot \frac{1}{10} = 7373,7 \text{ калорий.}$$

Общий расход тепла при процессе сушки 0,2 тонны кастильного мыла в противне, установленном на слое песка при высушивании процесса сушки с естественной тягой, за весь процесс сушки мыла (продолжительности в 6 часов) составит, таким образом, следующее количество:

$$Q = 73737,5 + Q_5 = 81111,2 \text{ калорий.}$$

Перевести это количество тепла на условное топливо, можно определить расход его, теоретический для сжигания в этих условиях:
 $81111 : 7000 = 11,58$, или $11,6$ кг условного топлива на 200 кг высушиваемого мыла, что составит на 1 тонну высушиваемого мыла 58 кг условного топлива.

На калифорнийо-мыльном заводе топливом для сжигания мыла будут служить дрова.

Принимаем во внимание:

1) Показую термическую работу топливной плавильной печи на 30 проц., теплопроизводительность топлива за 6 часов должна составлять не менее

$$81111 \cdot 100 = 370400 \text{ ккал/час.}$$

2) Тепловорную способность высушенно-сухих дров, равную 3000 ккал/кг. — Расход древесного топлива составит:

$$270,4 = 90 \text{ кг дров на } 0,2 \text{ тонны высуш. мыла в теч. 6 час.}$$

Среднеглаголю, средний расход дров на сушку 1 тонны калифорнийо-ного мыла при указанных выше условиях составит $0,45$ тонны, или $1,25$ м³ дров.

Расход топлива (дров) на 1 тонну сухого калифорнийо-ного мыла составит $0,857$ тонны, или $2,16$ куб. м.

Расход рабочей силы, считая по 2 человека на смену, будет составлять на одну тонну сухого мыла

$$1,260 = 4,76 \text{ трудоед.}$$

Это при сжигании в противнях и в количестве, указанном выше, т.е. применительно к заводу «Гарпигус» в Западной Сиббири.

На более крупных заводах возможно сушку калифорнийо-ного мыла производить на ленточных сушилках с искусственным обменом воздуха при подаче на ленту слоя мыла в $3-4$ см.

Примеч., при ленточных сушилках при переходе с одного яруса в другой, т.е. при перепадах ленты, необходимо предусмотреть холм, сходящий мыло с ленточного полотна, так как калифорнийо-ное мыло сильно прилипает к полотну (работая с противнем при окончании сущия, мыло в нижних слоях представляет сплошную корку, против прилипания к ленте шпатель).

На ленточных сушилках с искусственным обменом воздуха сгорание сущия может быть значительно ускорено.

Далее, нам мыслится возможность соорудить сушилку мыла в барабанах вращающихся сушилках, где на внутренней обшивке можно иметь поверхность цилиндра в точном слое прохода для сущия мыла, а через полую ось цилиндра происходит обмен воздуха в сушилке.

Производительность такой сушилки при устройстве соответствующей конструкции скребков для снятия мыла, приращенного к поверхности цилиндра, по нашему мнению, будет также значительной.

II. Наконец, наиболее рациональной конструкцией сушилки для калифорнийо-ного мыла, дающей быструю сушку и большую производительность, нам мыслится, должна быть сушилка, основанная на принципе сущия вещества в жестко раздробленном виде, т.е. сущия калифорнийо-ного мыла в особой камере, куда поперек мыло в смеси с соответствующим количеством воздуха поступает через особые пудлеваторы.

Отработанный воздух будет отходить в верхней части камеры, а выходящие мельчайшие капли мыла будут в виде пыли садиться на дно камеры, откуда мыло может быть периодически выгружено.

Намн проверена лить. возможность сущия мыла на противнях, но не в литейных основаниях претопката, нетолусетность других типов сушилки. Напротив, сущия непрерывно действующим, с искусственным обменом воздуха, специально сконструированные, дадут, без условия, лучший эффект, чем противни.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ОТРАБОТАННОГО ДНЕВНОГО ОСМОЛА ДЛЯ ЦЕЛЕЙ ПОЛУЧЕНИЯ КРАФТ-ЦЕЛЛЮЛОЗЫ

Ев. М. Пудкинская

ОСНОВНЫМ типичный осмол, богатый содержанием смолистых веществ, является сырьем в производстве калифорнийо-ного экстракционного метода или калифорнийо-ного мыла шлощичных методов.

Отсутствие калифорнийо-мыльного производства из осевого осмола, осмола салицилатов в следуюющем: осмол пробит в щелу, при чем, осмол меньше и равномернее дробление, тем больше идет извощение смолистых веществ в последующих стадиях производства.

Дробленый осмол загружается в экстракторы, снабженные устройством для отвода паров воды и скимидра. В экстракторах водным раствором углекислой или едкой щелочи идет окисление смолистых веществ осмола. Окисление обычно производят при температурах кипения раствора. На полученного щелочного раствора калифорнийо-ного мыла последнее выжимается коваренной солью: отщепается и в виде густой мажоранной массы идет как готовый продукт. Щелок, после извлечения смолистых, идет в оборот и используется, в лучшем случае, как топливо.

Из отной тошны осмола - сырья в отход идет $60-65$ проц. щелочи и топлива $15-18$ проц. используется в виде мыла и скимидра. Выход первого $12,5-15$ проц., выход второго — $3,0-3,5$ проц.

Чрезвычайно высокий процент отхода свидетельствует о нецелесообразности сырья, во-первых, и, во-вторых, о том, что отработанный осмол

Для выяснения необходимости и степени разрабатки вопроса об использовании стального и легированного железа в виде того или иного продукта берется территория 60—65 проц. сырья в промышленности-лигатурного металла.

Вышеперечисленные способности способствовали выбору именно этого пути к повышению отработавшего оседа.

Налаживание работы велось с оседаком, достигшем конструктивной предельной артефакту «1, мал» из с. «Большое казари», Бирингского района Битанго-сибирского края.

Ввиду того, что человек для людей работы является свирепым охотником, а не отработанным, его приходится еще прекарнее, чем доводить до предела в лабораторных условиях.

В производстве капрофильного мата излучение «жидкого» азота из озола производится охлаждением поступающего излучения. Слой или пленка из озола. Первый берет 8 проц. от веса излучения-сухого озола, второго 6 проц. Для получения капрофильного производятся, например с озолом, охлажденным до обильного выпадения осадка, в том же того, в пленку работы входящего производящего аналогов сданы отрубливание озола и полученных результатов.

методом определения приращений обычных, принятая в стандартном анализе превешенная; линия определялась по методу Нелсона; центральная — по методу Толмачева и Курбова; диагональ — методом Кресса и Вильца. Суммарные вещества катетизались экстрагированным спиртом-бензолом, при чем в превешенные связки выделялись вода и суммарные вещества, а остаточные определения велись в обесмоленной превешенке, с последующим перевешивом на исходный образец.

Смолистых веществ	32,85 проц.
Золь	0,23
Вязкогольного янтарина	28,16
Пентозан	11,81
Беззольной целлюлозы	53,84
Пентозан в целлюлозе	8,61
Чистый целлюлозы	51,03
Золь	0,62
Зольность пентина в средн.	0,45
Целлюлозы	0,42

Данные на абсолютно сухом исходный осмок

Данные на абсолютно сухую древесину, освобожденную от смолистых веществ.

Смолистых веществ	37,85 проц.
Золы	6,28
Безазольного диглина	18,91
Чистой целлюлозы	34,27
Лентозан	7,98

используемых для на добывания сырую исходную превращению.

Цена сырья по основанию, влиянию ее на стоимость, А Роль и с учетом, влиянию, отсрочиваемости и в лабораторных условиях подтверждается опытным. Подтверждается, в следующих условиях:

дизайнерская заплата, шеевом, соединении с пром. кожей. Носок изобилует сухой шнур, отпавшие от себя шнурки и вост. лопы 5:1, изобилует властью, отпавшие 4 часа на слабый зиду с пром. кожей. Трехконтинент. промывке горючей, сухой, сущидать и пина на пинду.

Показ в свое время при оледенении в среднем составлял в 31,3 проц. В оледенении озоле войной, достигавшей иногда 60 проц. шлогодности, количество который в среднем 0,62 проц. до-
сод, или 0,36 проц. при термостате на оленей надрыв. В виду необходи-
мой оледенитой шлогодности, последний во тем же магне-
при расчете ядерных шлогод.

Анализ ищущий после омыления дал следующие результаты:

Смолистых веществ	6,50 проц.
Золь	0,83
Беззольного лигнина	27,79
Целлюлозы	59,17
Гезозан в целлюлозе	7,91
Чистый целлюлозы	54,48
Целлюлоза	10,29
Золь	0,80
Зольность лигнина в средн.	0,51
целлюлозы	0,65

Данные пересчитаны на абсолютно-сухой омыленный осадок

Данные на беззольный сухой древесину после извлечения смолистых веществ.

При пересчете результатов анализа на исходный омывленный су-
хой осадок получаем следующие цифры:

Смолистых веществ . . .	6,50 проц.
Золы	0,83
Безазольного лигнина . .	25,18
Чистого целлюлозы . . .	50,94
Пентозан	9,62

Итак уже упоминалось выше, окыление озоном обогащает древесину пестицидами, содержание которых повышается на 16—17 проц.

Окислительный озоном, представляющий собой O_3 используется для дезинфекции культур-источников, на основании данных анализа окислительное окыление повышает иммунитет растений к болезням. Это обстоятельство образует благоприятный выбор озоном на пестициды.

Высокий процент содержания смол исключает кислотный (сульфатный) способ варки, как не дающий удовлетворительных результатов при переработке смолистых пород, поэтому для осмола был выбран щелочной метод, при чем шеро был испытан чистого катрон-ные варки.

Последняя проводилась с 14 проц. сухой натра от веса воздушной сухой щепы: отношение веса щепы к 66 сму щелока 1:5, режим варки: пропитка при 80-90° в течение двух часов и варка 3 часа при 160°.

Пробная варка не дала сколько-нибудь удовлетворительных результатов, в силу чего были поставлены варки сульфатным способом, оказавшимся более пригодным для переработки осмола.

Варки проводились в автоклавах небольшой емкости при различных давлениях. Щепы, загруженные в металлургические станки, снабженные крышковой и сепараторной емкостью, приращивающей осколотки, извлекались в автоклавы, заливались холодной щелочью и помещались в автоклав. Качество автоклава достигаем загрузка только одного станка.

После окончания варки и охлаждения автоклава до 80-85°, доведенный газификатор и полученная масса отливается на листы. Отделение от нефтепара путем обжигов делового проводилось по естественной подте, формовалась в делении и после сушки шла на исследование. Во всех случаях тары осмола загружалось по 40 гр. воздушной сухой щепы, состав щелока: 70 проц. сухой натра и 30 проц. сернистого натра от всего количества щелока, взятого на варку; отношение щепы к щелоку 1:5, т.е. на 40 гр. щепы заливается 200 см³ варочного щелока.

Режим варки: пропитка при 85-90° в течение 2-х часов и варка, продолжительность которой варьировалась от 1 часа до 2, при 170°.

Введение пропитки вызвало тем обострением, что невозможность длительного и постепенного повышения температуры до 170° вызвала плохую пропитывание щепы щелоком, а отсюда — неравномерное ее проваривание. Мелкощепность допущена температурой, продолжительность и пропорция от 2-4 часов, замочена в лабораторных условиях двукратной пропиткой при 85-90°.

Оригинальное влияние на результаты лабораторных опытных варок оказывали следующие обстоятельства, которые выразились в представлении результатов.

- 1) неравномерное мельчение щепы и неравномерная влажность ее, вследствие чего видится и неравномерность варки;
 - 2) отсутствие у аппаратов приспособления для выгрузки массы и сухих газов;
 - 3) отсутствие аппаратов для механического растирания массы.
- Эти перечисленные обстоятельства заставляли проводить варки в каждой варке минимум по 2 раза, чтобы иметь возможность дать более точные цифровые результаты.

С другой стороны, наличие этих обстоятельств дает возможность утверждать, что данные проведенной работы по количественным и качественным цифровым показателям не являются преувеличенными.

Наоборот, при правильном ведении процесса с соблюдением всех нормальных условий при переработке древесины, проведенные варканы варки дадут несомненно более высокие показатели.

Всего проведено 15 сульфатных варок с включением повторных. В каждой варке определены процент выхода и процент неваровара. Подложка почти всех варок анализировалась, при чем в ней определялись: лигнин, пентозаны и золы.

Результаты варок для сравнения двух опытов сведены в следующей таблице:

№ варки	ПРОПИТКА	Продолжит. варки при 170°	% щелока от воздушной сухой щепы	% неваровара	Небеленная целлюлоза			
					% выхода	% беззольн. лигнина	% пентозана	% золы
1	В течение 2-х час. при 85-90° С	2	12	4,82	40,29	9,10	9,88	1,08
2		3	14,0	3,91	39,42	8,75	9,58	0,93
3		4	16,0	2,43	40,29	7,00	9,77	0,95
4		14	16,0	1,80	42,64	7,25	9,33	0,92
5		1	18,0	1,98	40,0	5,51	8,76	0,90
6		1	19,0	1,71	40,23	4,92	8,28	0,92
7		1	20,0	1,08	40,23	4,92	8,28	0,92
8		1	25,0	0,1	39,53	4,21	7,83	1,01

ПРИМЕЧАНИЕ. Цифровые данные пересчитаны на абсолютную сухую вес.

Из таблицы видно, что изменение процента щелока и продолжительности варки мало отражается на выходе; это объясняется тем, что при малом проценте щелока больше неваровара, но меньше разрушение самой целлюлозы, при более высоком проценте щелока наблюдается обратное явление — большее неваровара уменьшается, но с другой стороны увеличивается разрушение целлюлозы.

Химический состав целлюлозы, по мере увеличения процента щелока, несколько меняется в сторону снижения процента лигнина и более медленного снижения проц. пентозан, золы, а также целлюлозы ка-леблется в этих пределах от 0,92 до 1,08 проц.

Для получения хороших сортов оборотной бумаги надо признать наиболее благоприятными варки 4 и 5; с 6-й варки идет переход уже к белым целлюлозам. Из-за отсутствия специальных приборов не представляется возможным провести пробные выжимки для выявления механических свойств подчасной бумаги, которые более правильно определить бы приемыли условия варки.

Для выяснения достоверности отбелки и примерного расхода активного хлора была проведена пробная отбелка 3-х образцов целлюлозных варок № 5.

Отбелка велась на холодом хлорной известью, содержащей 4,52 проц. активного хлора, отбеливаемой масса имела концентрацию в 6 проц. сухой массы. Отбеленная целлюлоза анализировалась.

Результаты этих опытов выданы из следующей таблицы:

№ варки	Выход целлюлозы от загрузки шпены	Выход целлюлозы от целлюлозы взятой на отбелку	Потери при отбелке в % от целлюлозы взятой на отбелку	Расход активного Cl на отбел. в %	Количество альфа-целлюлозы	Мелное число	% пентозан	% зольности
5-1	33,48	91,68	8,32	13,74	85,99	2,60	7,58	0,53
5-2	33,15	90,23	9,77	13,10	86,88	2,37	7,81	0,47
Средн.	33,32	90,96	9,04	13,42	86,19	2,49	7,69	0,50

ПРИМЕЧАНИЕ. Цифры даны на абсолютно сухой в.с.

Рассчитываясь большой расход активного хлора на отбелку обесцвеченной целлюлозы, содержащей 7,25 проц. лигнина, достаточноный же расход активного хлора, выражающийся в 1,7 проц. на каждый один процент лигнина, можно применить нормальным. Несмотря на длительность отбелки вытх проб, в среднем 15—16 часов, анализ обесцвеченной целлюлозы дал хорошие результаты: высокий процент содержания альфа-целлюлозы, низкое мелное число и малую зольность.

Несомненно беление целлюлозы не входит в план промышленной работы и каждый опыт был поставлен с целью выяснения примерного расхода хлора и качества полученной беленой целлюлозы.

Прочие чисто технологические способы варки, проводились опыты с моносульфитом натрием, который выюмился в шедок, или как третий компонент, или взамен сернистого натра. Количество загружаемой шеды, отношение объема шедока к весу шены, условия пропитки и максимальная температура варки оставались те же, что и при сульфитных варках.

Шедока составлялись в следующем процентном соотношении от общего количества взятой на варку шеды:

1. 80 проц. единого натра, 20 проц. моносульфита натрия.
 2. 60 проц. единого натра, 20 проц. сернистого натра и 20 проц. моносульфита натра.
- Всего проведено 17 варок при 10 вариантах.

Средние цифровые результаты, полученные на абсолютном сухом вес, приведены в следующей таблице:

№ варки	Пропитка	Продолж. варки при 170°	% щелочей от веса возд. сух. шпены	Состав шедоков	% непровара	Небеленная целлюл.				
						% выхода	% лигн. без зольн.	% пентозана	% зольн.	
1	При 85—90° в течение 2-х час.	2	14,0	60% NaOH 20% Na ₂ S 20% Na ₂ SO ₃	100	1,82	43,43	9,23	9,98	0,79
2		2	18,0	" " Na ₂ SO ₃	1,33	41,98	6,97	9,26	0,84	
3		2	20,0	" " " "	2,54	42,02	10,64	7,98	1,11	
4		30 м.	25,0	" " " "	0,13	38,47	3,63	7,69	0,77	
5		2	14,0	70% NaOH 30% Na ₂ SO ₃	100					
6		2	20,0	80% NaOH 20% Na ₂ SO ₃	45,84	19,53	12,67	—	—	
7		2	22,0	" " " "	30,37	21,97	7,36	6,62	0,95	
8		2	23,0	" " " "	2,67	43,52	7,20	6,70	0,70	
9		2	30,0	" " " "	0,51	40,18				
10		2		" " " "						

Из моносульфитных варок наиболее благоприятные результаты дают варки 2 и 9, т.е. с более длительными периодами варки и с более высоким процентом шеды (9 варка), сравнительно с сульфитными варками.

Выходы

Сульфитные варки при содержании шеды больше 18 проц. дают целлюлозу слишком проваренную для получения браф-целлюлозы.

Наиболее благоприятными условиями для получения хорошей оборотной бумаги надо считать 4 и 5 варки.

При нормальном режиме процесса, по этим вариантам можно ожидать выход не менее 45 проц., а при некотором смещении режима варки и до 50 проц.

Введение моносульфита натрия в варочный шедок повышает выход целлюлозы, давая целлюлозу не худшего качества, чем получают при сульфитном методе.

Замена сернистого натрия моносульфитом натрия вылет за собой повышенный расход щелочи при варках и дает целлюлозу с меньшим процентом пентозан, что объясняется гипотетическим действием образующейся во время варки сернистой кислоты.

Цвет полученных целлюлоз светло-коричневый. Целлюлоза, полученная при варке с моносульфитом натрия, несколько напоминает закладную шерсть, что, очевидно, объясняется недостаточным удалением смол, благодаря чему при пресовывании она не дает плотного картона, как сульфитная целлюлоза.

6. Труда.

Б. Работа с осколом. При омылении оскода едким натром послед-
омиленным раствором не брось 6 проц. от веса мылушно-сухой
ром едкого натра щелк. Отношение соды к оскоду 1:1. Омыление продолжается в тех же условиях, как и при работе с
содой, т.-е. 4 часа на слабом кипении с последующей трехкратной
дропкой.

Потери в весе при омылении выразилась в среднем
36,37 проц., т.-е. на 5 проц. больше, чем при омылении содой. Боль-
шие потери при омылении едким натром объясняются тем, что при омыле-
нии едким натром во время омыления частично освобождается
целлюлоза от шпуров.

Остаточная щелочность выразилась в 0,063 проц. на едкий натр
или 0,10 проц. и всего омыль.

Анализ омыленного едким натром оскода дал следующие цифры,
расчитанные на абсолютного сухого веса:

Щелочность	9,72 проц.	Данные, пересчитанные на абсо- лутного сухого омыль.
Смолистых веществ	6,97	
Безолиного лигнина	26,61 проц.	
Пентозан в целлюлозе	56,32	Данные на абсолютного сухого омыленного оскода после извлече- ния смолистых веществ.
Чистой целлюлозы	6,04	
Пентозан	52,91	
Щелочность	12,06	
	0,42	

При пересчете результатов анализа на кожный омыленный
оскод имеем:

Щелочность	0,72 проц.
Смоли. веществ.	6,97
Безолино. лигнин	23,82
Чистой целлюлозы	49,22
Пентозан	11,22
Всего	91,95 проц.

Для наглядной картины изменения химического состава оскода, в
зависимости от омылителя, в последующую таблицу занесены резуль-
таты анализа едкого оскода и оскода, омыленного содой и едким
натром. Цифры даны на абсолютного сухого веса:

№	Образец	Щелоч- ность в %	Смоли- стых в %	Безоли- ного лиг- нина в %	Пентоза- ны в %	Чистой целлю- лозы в %
1	Свежий оскод	0,23	32,85	18,91	7,93	34,27
2	Оскод, омылен. 8 проц. соды	0,83	6,50	28,98	9,62	50,94
3	Оскод, омылен. 6 проц. едкого натра	0,72	6,97	23,82	11,22	49,22

Анализ тех же образцов после извлечения смол:

№	Образец	% зола	% лигнин	% целлюлоза	% чистой целлю- лозы
1	Свежий оскод	0,62	28,16	11,81	51,03
2	Оскод, омылен. Na_2SO_3	0,80	27,79	10,29	54,48
3	Оскод, омылен. NaOH	0,42	25,61	12,06	52,91

Из данных анализа видно, что при омылении едким натром идет
частичное разрушение целлюлозы и лигнина, количество целлюлозы
почти не уменьшается.

С омыленным едким натром осколом было проведено 6 варов по
3-м вариантам:

Судя из табл. № 5, 6 и 7. Результаты этих
варов с анализом полученных целлюлоз видны в следующей таблице:

№ варок	Про- цента питка	Продол. варки при 170°	% щелочей от веса возд. сух. щепы	Состав щелоков	% не- прояв- ра	Необходимая пентоза	% целлю- лозы	% зола
---------	------------------------	---------------------------	---	-------------------	-----------------------	------------------------	---------------------	-----------

5	При 85-90°	1	18	$\text{NaOH } 70\%$ $\text{Na}_2\text{S } 30\%$	0,81	50,44	6,56	8,60	0,51
2	в течен. 2-х часов	2	18	$60\% \text{ NaOH}$ $20\% \text{ Na}_2\text{S}$ $20\% \text{ Na}_2\text{SO}_3$	0,09	48,74	4,45	7,72	0,99
9		2	25	$80\% \text{ NaOH}$ $20\% \text{ Na}_2\text{SO}_3$	0,84	45,22	7,64	7,34	0,82

Для наглядного сравнения в следующую таблицу включены вары
5, 2 и 9 осколом, омыленным содой и едким натром.

№ варок	Омылитель, при- менявшийся при омылении оскода	°/о не- прояв- ра	Необходимая целлюлоза			
			°/о вы- хода	°/о лиг- нина	°/о пентозы	°/о зола
5	Сода	1,98	42,64	7,25	9,33	0,92
2	Едкий натр. . . .	0,81	50,44	6,56	8,60	0,51
9	Сода	1,82	48,43	9,23	9,83	0,79
	Едкий натр. . . .	0,09	48,74	4,45	7,72	0,99
	Сода	2,67	43,52	7,36	6,62	0,95
	Едкий натр. . . .	0,84	45,12	7,64	7,34	0,82

При сравнении вырок осмола, омыленного по 2-м способам, бро- сается в глаза значительное увеличение выходов целлюлозы из осмо- ла после омыления едким натром с повышенными качественными по- казателями. Очевидно, в этом случае сматывание условий выво- дят дополнительное повышение выходов, давая вполне приходящую целлюлозу для производства оборотных сортов бумаги.

Проведение наиболее благоприятных вариантов вырок в условиях- ных масштабах с проверкой механических свойств полученных цел- люлоз даст бы вполне надежные сравнительные показатели, но и на основании проведенной работы совершенно определенно можно сде- лать заключение о целесообразности утилизации отработавшего осмо- ла именно по пути переработки его на крафт-целлюлозу.

На основании результатов проведенной работы надо ожидать вы- ход целлюлозы из осолового осмола не ниже 45—50 проц. и из осмо- ла, омыленного едким натром, не ниже 50—55 проц. Если взять ми- нимальный выход целлюлозы 45 проц., то при переработке всех 60—65 проц. отходов каппфольно-мыльных заводов в одной тонне сырья осмола можно получить около 125—150 кгт. мыла и 30—35 кгт. скипидара, еще дополнительно 270—300 кгт. целлюлозы.

Целесообразность включения в каппфольно-мыльные заводы цел- люлозного цеха—очевидна сама по себе.

Комбинирование производства дает возможность повысить ис- пользование сырья, во-первых, и, во-вторых, повысить производствен- ный эффект каппфольно-мыльных заводов ввиду эконом дефицитного продукта—целлюлозы, которая по проценту выхода, очевидно, долж- на будет занять место основного продукта производства.

ПОЛУЧЕНИЕ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ, ПРИГОДНОЙ ДЛЯ ВЫРАБОТКИ ИСКУССТВЕННОГО ШЕЛКА, ИЗ ОТРАБОТАННОГО ПНЕВОВО ОСМОЛА

Е. М. Дудинская

ПРОИЗВОДСТВО древесной целлюлозы в настоящее время явил- ось важнейшей отраслью химической технологии древесины.

Применение целлюлозы, как полуфабриката, в бумажном производ- стве далеко не исчерпывает ее использования.

Развивающийся новый отрасль промышленности—искусственного шёлка по способу «вискозы»—должна также базироваться на дре- весной целлюлозе, как полуфабрикате, при чем для этой цели выра- батываются специальные сорта отработавшей древесной целлюлозы.

Общий интерес представляет производство древесной целлюлозы при комбинировании ее с другими отраслями промышленности, где по- дается большое количество не могущих быть использоваными дре- весных отходов. Утилизация их для получения целлюлозы вполне воз-

можна и является одним из наиболее рациональных и экономиче- ских способов.

Одним из таких видов производства, комбинируемое с которым вы- работка древесной целлюлозы дает положительный производственный эффект, является каппфольно-мыльное.

Получение в качестве сырья, богатой содержанием смолистых ве- ществ, основной шпелый осмола, каппфольно-мыльные заводы выбра- сывают в отход отработавшую основную древесину в количестве 60—65 проц. от веса сырья осмола.

Производство, использующее сырье только на 40—35 проц., не мо- жет считаться рентабельным, поэтому разрешение вопроса о рациональ- ном использовании отходов каппфольно-мыльных заводов является со- вершенно необходимым.

Наиболее целесообразным путем использования этого вида отходов является выработка из него древесной целлюлозы, т. е. отработавшего шпела будет уже подготовленным для такого рода переработки.

Итак, работа проводится с целью выяснения возможности получения целлюлозы, пригодной для производства искусственных шёлка из отработавшей шпелы каппфольно-мыльных заводов.

Из древесной целлюлозы вырабатывается только вискозный искус- ственный шёлк, шёлк тем сырее для этой промышленности является превращая целлюлозу, получаемая по сульфитному способу из дре- весной ели.

Основа, как содержащая сравнительно много смолистых веществ, дает целлюлозу более худшего качества, чем ель, и до сих пор практи- ческого значения в производстве вискозного шёлка не имеет.

Отработавший основный осмол представляет сырье несколько от- личное от свежей основной древесины. Повергается ли каппфольно- мыльном производстве действию щелочей, осмол теряет часть крася- щих и дубильных веществ, освобождается от смолистых и за счет этого теряет обогатиться наиболее ценной составной частью—целлюлозой.

Таким образом, отработавший осмол является более полноценным сырьем в производстве целлюлозы, нежели основная древесина, пра- блялась по своему химическому составу к древесине ели.

Таблица № 1

П о р о д а	Приращение			
	Целлюлоза, свободная от пентозан	Лигнин	Пентозаны	Смолы
Основа	41.93	29.52	10.80	3.71
Ель	53.31	27.00	9.00	1.87
Основа, с которой про- водилась работа . . .	51.35	27.30	8.25	2.73

По литера- турным дан- ным

Проведенные искусственного шелка представляют особую строгую требования к качеству целлюлозы, которая, безусловно, считается первичной, если не отвечает следующему составу:

Содержание альфа-целлюлозы 85—90 проц.
Золь 0.15—0.30
Смолы и жиров 0.6—0.9
Менее число не выше 3

Эти цифровые показатели служат критерием для оценки прочности текстильного, податливой из отработанного оскода, в производстве искусственного шелка.

Надлежащая работа проводилась с пивным оскодом, состоявшимся из Мочинского бора, расположенного около г. Новосибирска.

Взяв этот оскод, наиболее богатый смолистыми веществами. Свежий оскод, содержащий в среднем 41,11 проц. смолистых веществ, подвергся двукратному омылению содой в количестве 8 проц. от веса оскода, при тем содержание смолистых после первого омыления снизилось до 16,83 проц. и после второго омыления—до 2,73 проц.

Целью омыления был достигнут двойного омыления на химический состав оскода, были проведены анализы образцов как свежего оскода, так и оскода после первого и второго омыления.

Результаты этих анализов приведены в следующей таблице:

Таблица № 2

Образец	Золь	Смола	Пентозаны	Беззольн. лигнин	В целлюлозе	
					Золь	Пентозаны
Свежий оскод	0,59	41,11	6,21	16,69	0,23	5,77
Оскод после первого омыления	0,90	16,83	7,62	23,64	0,31	4,80
Оскод после второго омыления	1,03	2,73	8,25	27,80	0,22	5,48
						51,55

Анализ тех же образцов после извлечения смолы.

Таблица № 3

Образец	Золь	Пентозаны	Беззольный лигнин	Чистая целлюлоза
1 Свежий оскод	0,81	10,55	28,35	58,25
2 Оскод после первого омыления	1,08	9,16	28,42	53,42
3 Оскод после второго омыления	1,12	8,50	28,13	53,11

При рассмотрении приведенных таблиц видно, что двукратное омыление не оказывает отрицательного влияния на состав превращенного оскода.

Как омылитель, сода взята из тех соотношений, что она действует значительно мягче едкого натра и в условиях омыления не влияет разрушающим образом на целлюлозу.

который остается почти одинаковым для всех образцов; с другой же стороны повторное омыление как бы уменьшает цену целлюлозы, содержание которой с 29,60 проц. в свежем оскоде повышается до 51,55 проц. в оскоде, подвергнутом двукратному омылению содой.

Омыленный оскод, предназначенный для экспериментальной части работы, содержит еще до 3 проц. смолистых, поэтому выбор способа варки на целлюлозу определяется сам собой.

Удифицированный способ варки, как не обеспечивающий превращению оскода, в силу своего кислотного характера, не мог быть использован в реальных результатах и поэтому для варки оскода был выбран щелочной способ, именно: удифицированный, как наиболее пригодный для переработки оскода.

Отсортированный щелочной не мешался в металлической емкости, заливался холодным щелочом и загружался в автоклав.

Для всех варок брались по 40 гр. высушенного сухой щелы, отпущенного веса щелы в объеме щелы оставалось постоянным, а именно: 1:5. Состав щелы брали из расчета 70 проц. едкого натра и 30 проц. сернистого натра от общего количества щелы. Ватой из варки.

Режим варки вытекал из сути предварительную обработку при 85—90° в течение двух часов, для обеспечения лучшего проварки целлюлозы, сама варка проводилась при температуре 170°, продолжительность которой варьировалась от 1,5 до 2,5 часов.

Кроме удифицированных варок, были проведены опыты с моносульфидом натра, который вытеснял в состав варочной жидкости или взамен сернистого натра, или как третий компонент. Количество удифицированной щелы, условия протекания и температура варки оставались те же, что и при удифицированных варках.

Щелочи составлялись в следующей пропорции соотношения от общего количества ватки на варку щелы:

1. 80 проц. едкого натра, 20 проц. моносульфиды натра.

2. 60 проц. едкого натра, 20 проц. сернистого натра и 20 проц. моносульфиды натра.

После окончания варки, проводимой по тому или другому способу, и остывания автоклава до 80—85°, полученный разгружался и подвешивался на весы для определения на весах.

Отделенная от испарения, путем отбавки, целлюлоза промывалась до светлой воды, формовалась и после сушки шла на исследование и последующую обработку.

Проведения в нашей лаборатории работа по получению удифицированной целлюлозы из отработанного оскода в значительной степени облегчалась извлечением работы, т. е. на основании ее данных выбор режима варки не представлял затруднений.

Всего проведено 18 варок по 8-ми вариантам. Приведенная таблица дает своему по всем вариантам, как средние повторных опытов, о значении полученных целлюлоз.

Таблица № 4

№ гарок	Состав щелока	% щелочи, взятой на варку от влажд.-сух. массы	Режим варки		% невод. щепы	Необеденая		Целлюлоза			Примечание
			Пропитка	Продолжит. варки при 101°		после варки	Золы	Смола	Беззолы	Пепла	
1	70 % едкого натрия . . . 30 % сернист.	25	васев двух тепел в 606-58	1.5 ч.	0.14	39.7	1.74	0.40	4.47	5.93	Проведено 2 опыта 7 опытов
2	То же	30		1.0	—	44.05	1.75	0.32	3.62	5.44	
3	То же	30		2.0	—	39.68	1.00	0.15	1.18	4.27	
4	То же	30		2.5	—	37.78	1.44	0.29	3.06	4.90	
5	То же	35		1.5	—	41.10	1.47	0.26	1.69	4.59	
6	80 % едкого натрия . . . 20 % моносulfита . . .	30	Пропитка при 606-58	2.0	—	45.97	1.51	0.75	7.08	5.56	3 опыта
7	60 % едкого натрия . . . 20 % сернистого . . . 20 % моносulfита . . .	25		2.0	—	43.24	1.28	0.97	4.08	6.64	
8	То же	35		2.5	—	41.17	1.44	0.57	3.36	4.65	

Из таблицы видно, что наиболее хорошие результаты дают варки 3-й и 5-й, целлюлоза которых содержит наибольшее количество лигнина и смолы.

Опыт № 2 и 4 с сокращенным и угливым временем варки по сравнению с опытом № 3 дают целлюлозу несколько нестелую, в содержании лигнина 3.62 и 3.06 проц., при чем варка № 2 дает целлюлозу нестелую, а в варке № 4, очевидно, идет разрушение целлюлозы, о чем говорит значительное оплывание выхода.

Опыт варки с моносulfитом натрия, как видно из табл. 4, дает целлюлозу при высоком процентном расходе химикатов и лигнина, варка, был отброшена, т. е. дальнейшее увеличение процента химикатов и удлинение времени варки нельзя считать целесообразным.

Прежде чем пустить на отбелку целлюлозы варок № 5 и 3, в промышленности, как наиболее хорошие результаты, были определены среднее число, характеризующее содержание смолы целлюлозы, в альфа-целлюлозе.

Таблица № 5

№ варки	№ проб	Медное число	% альфа-целлюлозы
3	1	0.25	90.22
	2	0.38	89.76
Среднее		0.31	89.99

Дополнительные исследования опыта № 3 дают возможность судить относительно о высоком качестве получаемой целлюлозы, расхода активного хлора и качества получаемых белых целлюлоз, были оставлены опыты по отбелке целлюлозы варок 3-й и 5-й.

Отбелка проводилась на холоду раствором хлорной известью, содержащей 3.64 проц. активного хлора, отбелываемая масса имела концентратив в 6 проц. сухого вещества.

Отбеленная целлюлоза тщательно промывалась водой, формовалась и после сушки шла на исследование.

По отбелке было поставлено шесть опытов для варки № 3 и 5-й опыта варки № 5.

Результаты исследований бегенных целлюлоз обеих видов приведены в следующих таблицах:

Таблица № 6

№ варок	№ проб	Выход бегенной целлюлозы от загрузочной шпечи	Выход бегенной целлюлозы, взвешенной на отсылку	Потери при отбелке в % к выходу для отсылки целлюлозы	Расход активного хлора при отбелке
3	1	38.30	96.53	3.47	2.87
	2	38.03	96.25	3.75	2.98
	1	30.42	94.25	5.76	6.64
5	2	29.70	93.67	6.33	6.82
Среднее по 3-й парке		38.16	96.39	3.61	2.92
Среднее по 5-й парке		30.06	93.96	6.04	6.73

На основании цифр выходов, потерь при отбелке и расхода активного хлора, опыт № 3 надо признать вполне удовлетворительным. В то время как опыт № 5 показывает значительное снижение выхода бегенной целлюлозы, в отбелке и высокие потери.

В отношении расхода активного хлора опыт № 3 дает вполне приемлемые результаты, 2,92 проц. от веса отбегенной целлюлозы и 2,47 проц. на 1 проц. содержащегося в ней лигнина.

Приведенные цифры расхода хлора в опыте № 3 являются максимальными, т. е. они значительно могут быть снижены путем проведения мелких обработок перед хлорированием, слабым раствором едкого натра и содовой кислотой.

Что касается опыта № 5, то расход хлора при отбелке, выражающийся в 6,73 проц. от отбегенной целлюлозы и в 4 проц. на каждый процент содержащегося в ней лигнина, надо признать очень высоким.

Анализ бегенных целлюлоз как следующие результаты:

Таблица № 7

№ опыта	№ проб	Зола	Смола	Пентозаны	Беззольный лигнин	Альфа-целлюлоза	Медное число
3	1	0.22	0.28	4.83	Следы	88.77	1.08
	2	0.17	0.42	5.40	.	88.52	1.16
	3	0.32	0.58	4.40	.	87.84	1.50
5	1	0.44	0.37	5.96	0.65	80.84	5.86
	2	0.42	0.48	5.81	0.53	81.40	5.37
	3	0.24	0.43	4.87	Следы	88.37	1.25
Средние опыта № 3		0.43	0.43	5.88	0.59	81.12	5.62

Данные анализа дают полную картину о качестве полученных целлюлоз. В опыте 5-м получается целлюлоза среднего качества, в то время как целлюлоза опыта № 3 дает высокие качественные показатели. Клубовки в содержании зольных веществ от 1,17 до 0,32 обильно содержат минеральных примесей в воде, употребленной при отбелке целлюлозы.

Применяя воду определенного качества при выработке обогранных сортов целлюлозы, что и имеет место в производстве, зольность, безусловно, не даст таких положительных результатов.

Качество целлюлозы, полученной по опыту № 3 без дополнительных обработок, свидетельствует полностью все цифровые показатели, приравненные к целлюлозе промышленностью высшего качества.

Для сравнения этих показателей приведена следующая таблица:

Таблица № 8

Стандартные показатели для обдирочек целлюлозы	Показатели качества целлюлозы, полученной из отработанных осколов
Альфа-целлюлоза	88-90 %
Зола	0.15-0.30
Смол и жиров	0.6-0.9 %
растворимых в эфире	0.43
Медное число не выше	1.25
3	

По литературным данным выход высокозольного шпика в 150-дневный составляет 15 проц. от выходу для переработки бегенной целлюлозы, т. е. при выходе бегенной целлюлозы из шпика осколов в количестве 38,16 проц., выход шпика составит от переработанной шпечи 28,62 проц.

Как уже указывалось, при переработке 1 тонны осколов сырья в отход идет 600-650 кг. отработанный шпек, который, будучи использован в целлюлозной промышленности, может дать 229-248 кг. пригодной для выработки шпечи целлюлозы, или 172-186 кг шпика в 150-дневный.

На основании проведенной работы видно, что из отработанных осколов калифорнийских заводов можно получить целлюлозу, отвечающую по аналитическим показателям требованиям промышленности целлюлозного водонитра. Однако, вполне достоверно известно, что целлюлозы, удовлетворяющие всем аналитическим требованиям, не дают полную картину пригодности их для производства хорошего качества целлюлозного шпика.

Причина, очевидно, кроется в структурном и морфологическом строении самой альфа-целлюлозы. Поэтому, в последнее время ведущая

усиленные работы в том направлении, чтобы заранее предупредить и устранить целлюлозные и игольные ее для приготовления хорошего каучука из натурального шпала с хорошим выходом.

Кинетическими верными контрольным испытанием для целлюлозных остатков пока приготовление из нее каучука и тщательное исследование не послужило. Для этого целлюлоза подвергается в условиях, аналогичных производственным, ферментации, созреванию, сульфидированию, припосажению и исследованию вискозиметром.

Такого рода контрольные испытания с целлюлозой, полученной из «обрабатываемого» омежа, по техническим условиям провести не представлялось возможным. Поэтому по проведению указанного контрольного испытания, которое нами нечетко проведено в специальной лаборатории, нельзя дать окончательного заключения о том, что подученная целлюлоза дает хорошую шпаловую шпаль.

ВЛИЯНИЕ ДРОБЛЕНИЯ ПИХТОВОЙ ЛАПКИ НА ВЫХОД ПИХТОВОГО МАСЛА

А. П. Пентегов, Л. А. Гончарова

Ввиду возрастающего значения производства пихтового масла, дешелого пихтный продукт, употребляемый в ряде областей нашей промышленности,—Западно-Сибирской Краевой лабораторией в текущем году был выдвинут и проработан вопрос о рационализации пихтового производства. В настоящее время технически весьма отсталого и малоценного выхода продукта.

Промышленное пихтового масла в Западно-Сибирском крае ведется на небольших, кустарного типа заводах, расположенных вблизи пихтовых насаждений. Заводы эти обычно имеют 1-2 паровых чана, для получения пихтового масла паром из лапки.

Чаны, в которых производится отгонку пихтового масла, нагреваются из тяжелых соснов, ели, дубовых или кедров, толщиной 70 мм. Размеры чана в среднем следующие: высота—2,4 м, верхний диаметр—2,25 м, нижний диаметр—2 м.

Пихтовая лапка загружается в чан сверху второго сечистого дна, под которое из паровых по трубе, заканчивающейся барботером, подводится пар. Пары масла и воды сверху чана отводятся по трубе в холодильник, чаще всего змеевиковый или трубчатый.

Разделение масла от воды после холодильника, основанное на разнице удельных весов, происходит в особом «флорентинском» соотце.

Выход пихтового масла на таких заводах, по данным Западно-Сибирского промысла, в настоящее время колеблется в среднем в 1,4 проц. в течение времени—в 1,8 проц. от веса лапки. Лапка пихты заготавливается путем среза концев ветвей особыми ножницами, а чаще топором.

Обычно лапка имеет размер до 40 сантиметров и толщину ветви до 10 мм, а иногда и больше. В таком виде лапка и загружается в чан, при чем, иногда, для большей вместимости лапки, ее загружают в два приема. Загруженную лапку пропускают паром, утапливают в чану, затем догружают свежей лапкой.

С целью рационализации пихтового производства, Западно-Сибирской Краевой химической лабораторией, считала в лабораторных условиях, а затем и в заводских, был проработан вопрос о дроблении лапкой и переработку пихтовой лапки.

В лабораторных условиях для отгонки масла паром из лапки применялись удерживающей лабораторной, установкой емкостью на 5 килограмм. Работа при этом велась таким образом, что при разливной сепарации дробления лапки проверялись как количественные выходы пихтового масла, так и его качество.

Результаты опытов, проведенных в лабораторных условиях, сведены в таблицу № 1.

Таблица № 1

Пихтовая лапка	Выход пихтового масла в % от всей исходной лапки	Выход масла к абсол. сух. лапке в %	Удельный вес масла	Коэффициент рефракции	Кислот. числ.	% борнил-ацетата в масле	% борнеола в масле	Вых. борн. ацетата к весу исход. лапки в %	Выход борнил-ацетата к весу абсол. сухой лапки в %
1 опытный 1932 г.									
Пихтов. лапка Томского рай. промысла, сосна, обработанная в конце февраля, доведена в мешках									
1. Лапка недроблен. Загружена 2,92 кг.	1,45	2,39	0,9069	1,4693	0,44	30,88	3,24	0,52	0,86
2. Лапка дробл. Степень дробл. 2-3 см. Загружена 4 кг.	1,81	2,98	0,9047	1,4698	0,35	33,11	2,60	0,60	0,88
3. Лапка дробл. Степень дробл. 3-5 мм. Загружена 5 кг.	1,98	3,26	0,9035	1,4690	0,31	31,81	3,53	0,63	1,04

Увеличение выхода пихтового масла при дроблении к выходу с недробленной лапки на 36,35 проц.

Абсолютный выход борнй-ацетата из пробной ланки на 21,15 проц. выше, чем из непродуктивной.

Таблица № 2

Пихтовая ланка	Выход пихтового масла в % к весу исходной ланки	Выход масла к абсолют. сух. ланке в %	Удельный вес масла	Коэффициент рефракции	Кислотное число	% борнй-ацетата в масле	% борнй-ацетата к весу исход. ланки в %	Выход борнй-ацетата к весу абсол. сухой ланки в %
Пихт.-ланка Ачинск. район. Лесопромхоза, т-во "Лесоруб". Ланка заготовлена с 2-х пил, произрастающих на глинистой почве возвышенности местности Возраст пихт 1-29 л., 2-34 л. Диаметр на высоте груди 1-7,3 см., 2-9,5 см.								
1. Ланка недробенная	+55	0,899						
2. Ланка дробенная	2,37	0,903						

Увеличение выхода масла на 49,03 проц.

3-й опыт—август 1932 г.								
Работа производилась с ланкой Ачинского район. Лесопромхоза т-ва "Лесоруб".								
1. Ланка недробенная	2,10	0,902						
2. Ланка дробенная	3,09	0,9045						

Увеличение выхода масла на 47,14 проц.

Пихтовая ланка

4-й опыт—ноябрь 1932 г.	Выход пихтового масла в %	Выход масла к абсол. сух. ланке в %	Удельный вес масла	Коэффициент рефракции	Кислот. числ.	% борнй-ацетата в масле	% борнй-ацетата к весу исход. ланки в %	Выход борнй-ацетата к весу абсол. сухой ланки в %
Пихтовая ланка Ачинского район. Лесопромхоза, т-во "Лесоруб". Ланка собрана в секторе. Пихты возрастом 15 л. Масло прессовано на косяке. Почва сухинная.								
1. Ланка недробенная	2,33	4,10	0,9025	1,4705	0,29	29,24	8,27	0,68
2. Ланка дробенная	2,70	4,74	0,9023	1,4705	0,28	30,24	7,0	0,82
3. Ланка дробенная	2,87	5,04	0,9007	1,4702	0,27	33,83	2,72	0,97

Увеличение выхода масла на 23,18 проц.
Увеличение выхода борнй-ацетата на 42,65 проц.

На основании приведенных данных, выход масла из ланки, при ее проделке в лабораторных условиях, выработается в среднем по 140 проц. от выхода масла из непродуктивной ланки. Из таблицы видно, что при проделке опытов о ланкой легкого сбора выход масла при проделке увеличивается на 49,03 проц. и на 47,14 проц. В то время как ланки и опыты ланки дают увеличение выхода масла всего лишь на 36,55 проц. и на 23,18 проц.

К сожалению, из-за отсутствия сырья не удалось поставить больше количество опытов о ланкой легкого сбора.

Что касается выделки пробной ланки на качество пихтового масла, то тут при проделке первого из указанных в таблице опытов хотя и имелись поправки процентного содержания борнй-ацетата в масле, полученном из пробной ланки, тем не менее абсолютное количество

борнил-ацетата, полученное из дробленой латки. Выше, чем из непрод-

ленной латки.
Так мы имеем выход борнил-ацетата от веса дробленой латки 0,53 проц., а от веса дробленой — 0,63 проц., что дает увеличение его выхода на 21,15 проц.

При сравнении последнего, из опытов с латкой осеннего сбора мы видим, что содержание борнил-ацетата в масле, полученном из дробленой латки, выше, чем в масле, полученном из непродленной латки. Это дает право рассчитывать, что дробление латки не только освобождает отщепляемого вещества на состав пихтового масла, а также необходимо, есть основание предполагать, что содержание борнил-ацетата в масле, полученном из дробленой латки, будет выше, чем из непродленной.

Положительной стороной дробления латки является также и то обстоятельство, что при загрузке ее парильного чана мы имеем возможность увеличивать количество загружаемого сырья. В лабораторных условиях при загрузке аппарата дробленой латкой мы можем увеличить его полезной емкости на 33 проц.

Такое же явление имеет место и при работе на заводе, но точнее учета увеличения загрузки дробленой латки на заводе не проводилось.

По постижению положительных результатов в лабораторных условиях, то нашей индустрии вопрос о дроблении латки был передан в виде опытных тонок на пихтовое заводы.

Научным сотрудником Краевой химической лаборатории проведение этих опытных тонок: одна из них была поставлена на заводе «Сирой Кантес», токового лесхозского в марте, другая — на пихтовом заводе лесхозского лесхозского в июне 1932 года.

При проведении первой из них, кроме количественного учета выходов Краевой лабораторией были произведены образцы полученного в результате тонок пихтового масла.

Результаты указанных двух тонок приведены в таблице № 3 (см. стр. 97).

Дробление латки в обоих случаях опытных тонок на заводе производилось самым примитивным способом — в ручную, топором. В результате этого извлечение латки было весьма неоднородное и, кроме того, на дробление затрачивалось большое количество времени. Окажем обстоятельство отрицательно влияли на качество выходов и качество масла.

Из предыдущего в таблице материала видно, что наибольший эффект от дробления получается как и в лабораторных условиях с латкой осеннего сбора.

Опытные тонки на заводе «Сирой Кантес» были поставлены в марте месяце, при чем в переработку шла латка зимнего сбора с размерами и состоявшейся наиболее пенной частью латки — хвоей.

В виду того, что, как в лабораторных условиях, так и в условиях опытных тонок на заводе, ценовых условий сотрудничества лабораторий

Результаты опытной тонки, проведенной 12 июня 1932 года на заводе «Сирой Кантес». Томского райпромлесхоза, с данными анализа, проведенными в Краевой химической лаборатории.

Таблица № 3.

Условия тонок									
Вид загрузки	Всего сырья в кг	Продолж. процесса тонки	Выход масла в кг	% выхода масла	Удельный вес	Коэф. рефракции	Кислотное число	Борн.-ацетат	Борн.-ацетат к исходной латке в %
I. Гонка в обычных условиях работы завода с непродленной латкой	2110	16 ³⁰	29,6	1,40	0,904	1,4682	0,24	32,18	2,62
	1000	8 ⁴⁵	15,1	1,51	0,9042	1,4689	0,19	31,13	1,15
II. Гонка с мелкой латкой 1-2,5 см без пропарки	1320	14 ⁴⁵	24,52	1,86	0,9025	1,4691	0,24	31,89	2,61
	1200	14 ⁴⁵	24,52	1,86	0,9025	1,4691	0,24	31,89	2,61
Увеличение выходов масла при мелком дроблении на 32,88 проц. Увеличение выхода борнил-ацетата из латки при мелком дроблении 31,11 проц.									
Результаты тонок, проведенной 27 июня 1932 г. на пихтовом заводе Ачинского лесхозского.									
I. Гонка в обычных условиях работы завода с непродленной латкой	1312	24 ⁴⁵	17,9	1,0					
	1004	20 ⁴⁵	15,9	1,58					
Увеличение выхода масла при дроблении на 49,05 проц.									

Было получено увеличение выхода масла от дробления латки в среднем на 40 проц., то имеется полная возможность считать дробление латки весьма rentabelным для пихтовых заводов.

Нам был поставлен вопрос перед Зап.-сибирским лесхозом о привлечении в жизнь этого мероприятия, при чем рекомендовалось привлечь для дробления латки дисковидный соломодробил. Задачно-описательным. Несмотря на то задание по описанию дисковидной организации о поставке опытных тонок на целом ряде пихтовых заводов.

В результате, в настоящее время мы располагаем двумя латками

те материалов по проведению опытных тонов на заводах Ачинского и Туйского райпромокозов.

Результаты опытных тонов с дробленой лапкой, проведенных на заводах Ачинского и Бийского лесохозяйств.

Таблица № 4.

Наименование заводов и время проведения тонов	Условия тонов	Вес загрузки, кг	Продолж. процесса, тонов	Выход масла, кг	% выхода масла	Удельный вес
I Завод в дер. Кара-чагове, Ачинского райпромокоза Тонки проводились 17 августа 1932 г.	1. Тонка в обычных условиях работы за вода с недробленой лапкой.	1300	16 ⁰⁰	18	1,38	0,905
	2. Тонка в обычных условиях. Лапка дроблен. размером 1-3 см.	1500	17 ⁰⁰	25	1,66	0,905
II Увеличение выхода масла при дроблении на 20,29 проц.						
Завод промкохоза за 2-я пятилетка, Туйского р-на, Бийского райпромокоза. Тонки проводились 23-25 августа 1932 г.	1. Тонка в обычных условиях работы с недробленой лапкой	107	15	17,65	1,65	0,905
	2. Тонка с дробленой лапкой. Дробление неравномерное	504	13 ⁰⁰	15,43	1,71	0,910
III Увеличение выхода масла при дроблении на 4,31 проц.						
Завод промкохоза Красный оред, Туйского р-на, Бийского райпромокоза. Тонки проводились 16-19 августа 1932 г.	1. Тонка в обычных условиях работы с недробленой лапкой	1120	11,61	1,04		
	2. Тонка с дробленой лапкой	912	14,86	1,63		0,910
IV Увеличение выхода масла при дроблении на 57,14 проц.						
Завод промкохоза Старо-Бардинского района, Бийского райпромокоза. Тонки проводились 3 апр. и 8 сент. 1932 г.	1. Тонка в обычных условиях работы за вода с недробленой лапкой	1200	21 ⁰⁰	19,6	1,63	
	2. Тонка в обычных условиях с дроблен. лапкой	1200	18 ⁰⁰	20,8	1,73	

Увеличение выхода масла при дроблении на 6,13 проц.

Наименование заводов и время проведения тонов	Условия тонов	Вес загрузки, кг	Продолж. процесса, тонов	Выход масла, кг	% выхода масла	Удельный вес
---	---------------	------------------	--------------------------	-----------------	----------------	--------------

V. Тонки проводились на том же заводе, что и предыдущие с 3-8 вентя 1932 г.	1. Тонка в обычных условиях работы за вода с недробленой лапкой.	1200	22 ⁰⁰	24,5	2,04	
	2. Тонка в обычных условиях работы за вода с дроблен. лапкой	1000	18 ⁰⁰	21,7	2,17	

Увеличение выхода масла при дроблении на 6,37 проц.

ПРИМЕЧАНИЕ. Опытные тонки были проведены таким образом, что из первоначально загруженной в куб лапки не полностью отгонилось масло, а на нее снова загружалась свежая лапка. В силу этого обстоятельства, выход масла при вторичной тонке с дробленной свежей лапкой получился не-колько повышенным. При составлении таблицы нами брались средние данные выходов масла, полученные в результате пересчета общего выхода масла от всей тонки к общему количеству загруженной с добавкой лапки.

Из приводимых данных заводских тонов видно, что дробление лапки хотя и не дало того эффекта, который был получен при проведени тонов с труднее лаботории, тем не менее увеличение выходов также имеет место во всех случаях.

Вывести же более точное заключение о повышении выхода масла в заводских условиях не представляется возможным, так как на ряду с увеличением выхода масла на 57,14 проц., мы имеем данные другой тонки, проведенной в том же месяце и в том же районе, но уже дающие увеличение выхода на 4,81 проц.

По другим тонкам и заводам мы имеем также колеблющиеся результаты. Причиной отсутствия закономерности в данных, полученных заводами, по-видимому, является с одной стороны, недостаточное насыщение лапки, а с другой — слабое усвоение заводами техники проведения опытных тонов.

При проведении опытных тонов Ачинского райпромокозном дробление лапки проводилось с помощью лесковой соломорезки среднего размера. Пропавительность такой соломорезки, согласно заводского акта, при работе ручную равна 250 кг. лапки в час. При работе же с приводом, получающ сядой дощат, пропавительность соломорезки увеличивается до 750 кг. лапки в час.

В виду большого сокращения времени при дроблении латки соломо-редей, а также в силу дешевизны и простоты такой установки, внедрение соломорезки на пихтовых заводах является вполне рациональным, хотя, возможно, дальнейшие испытания покажут большую приемлемость для этой цели соломорезной машины.

Выводы

1. Дробление пихтовой латки увеличивает выход пихтового масла. При освоении техники дробления и ведения работы масла из дробленной латки возможно рассчитывать увеличить выходы на 40 проц. т. е. вместо современного среднего выхода масла в 1,6 проц. от веса латки, будем иметь, средний выход масла 2,25 проц.
2. Дробленной латки вносится в чан на 33 проц. больше, чем недробленной.
3. Дешевизна работы масла из дробленной латки не более чем из недробленной.
4. Перейти на работу с дробленной латкой и использовать полностью емкость чанов, возможно из тех же затрат затрат, с тем же оборудованием, какое имеется в данное время, добавив лишь соломорезку для соломорезки с конным приводом — увеличить выработку пихтового масла на 87 проц. за счет увеличения выходов из дробленной латки и большей загрузки дробленной латки в чаны.

ПРИЕМЛЕМОСТЬ ПЕРЕГРЕТОГО ПАРА ДЛЯ ОТТОНКИ ЭФИРНОГО МАСЛА ИЗ ПИХОВОЙ ЛАТКИ

С. В. Негускин

Целью настоящей работы было установление в лабораторных условиях влияния перегрева пара на выходы и качество пихтового масла. Работа ставилась с латкой майского и июньского сбора, собранной в районе тор. Томска и доставленной в Новосибирск в лесохимический сектор Западно-Сибирской Брусовой межмуниципальной комплексной химической лаборатории.

Для опыта пихтовую латку резали величиной в 2 см. и загрузили в большую круглодонную колбу.

Пар, полученный в паропроводящем, пропускался через пароперегреватель, снабженный термометром, и через стеклянную трубку вводился в колбу.

Для сопоставления влияния перегретого пара на количество и качество полученного пихтового масла, по сравнению с паром непосредственно, в чанном случае ставилась контрольная отгонка пихтового масла из латки паром без перегрева.

На каждую группу опытов латка дробилась одновременно, тщательно переминалась и хранилась при высокой температуре в банках с притертыми пробками, откуда и брались навески для отгонных опытов.

100

Влияние перегретого пара на выходы пихтового масла видно из нижеследующих таблиц:

Табл. № 1.

№ опытов	Температура пара	% п/масла к исходн. латке	% п/масла к сухой латке	Примечание	№ опытов	% п/масла к исходн. латке	% п/масла к сухой латке	Примечание
1	100°	2,56	3,33	Майская латка с влажностью 23,5 процента	1а	2,47	3,74	Июньская латка с влажностью 31 процента
2	115°	2,77	3,62		2а	2,67	4,05	
3	130°	2,78	3,63		3а	2,80	4,21	
4	150°	2,68	3,03		4а	2,76	4,18	

Кроме того, влияние перегрева пара на выходы масла проверялось на латке мелко издробленной до величины 0,3 см., результаты получены следующие:

Таблица 2.

№ опытов	Температура пара	% п/масла к исходн. латке	% п/масла к сухой латке	Примечание	Температура пара	% п/масла к исходн. латке	% п/масла к сухой латке	Примечание
1	100°	2,67	3,49	Процент увел. 18,5	100°	2,44	3,55	Процент увел. 17,3
2	130°	3,17	4,14		115°	2,73	4,13	

Видно из таблиц, при приращении перегретого пара мы получаем некоторое увеличение выходов пихтового масла.

При крупном дроблении увеличение выходов составляет от 8 до 13 проц., при мелком дроблении выходы увеличиваются при 115° на 17,3 проц., при 130° на 18,6 проц.

Из таблиц также видно, что из взятых температур перегрева оптимальной температурой пара является 130°.

При температуре пара в 150° выходы пихтового масла падают. В масле, полученном из майской латки, определяются физические константы и кислотное число, при последующих опытах применялся тот же метод.

№ опытов	Температура пара	Удельный вес	Коэфф. рефракции	Кислотное число	Проц. содерж. борн. азетата	Процент содерж. борнеола	Сумма
1	100°	0,9115	1,4696	0,74	—	—	—
2	115°	0,9103	1,4698	0,80	—	—	—
3	130°	0,9096	1,4705	1,06	—	—	—
4	150°	0,9082	1,4708	1,69	—	—	—

ММ опытов	Температура пара	Удельный вес	Коэффиц. рефракции	Кислотное число	Процент, содержащий борн-алетата	Процент, содержащий борнеола	Сумма процентов 6 ан. в борнеола
--------------	------------------	--------------	--------------------	-----------------	----------------------------------	------------------------------	----------------------------------

И О Н Ы С К А Я Л А П К А	1	2	3	4	5	6	7	8
1а	100°	0,9126	1,4691	0,82	42,33	2,74	45,06	
2а	115°	0,9087	1,4692	0,86	37,83	7,09	44,92	
3а	130°	0,9092	1,4694	1,43	37,80	7,01	44,81	
4а	150°	0,9093	1,4704	1,97	26,00	8,00	44,00	

Д Р О В Л Е Н А Я Л А П К А

Анализ показывает, что при промывании перепретого пара, выходящего из пиктового масла несколько увеличивается, а именно: 1) наблюдается увеличение борнеола за счет уменьшения процента содержащего борн-алетата, который под влиянием перепретого пара окисляется в борнеол, отсюда свободную уксусную кислоту.

2) С повышением температуры перепретого пара увеличивается кислотное число за счет частичного окисления борн-алетата и вала, разложившихся летучих хвой и древесных смол.

3) Также наблюдается постепенное изменение удельного веса масла в сторону его уменьшения с повышением температуры перепретого пара.

4) Высокое содержание борнеола в пиктовом масле, подсчитанное из пробы масла, объясняется тем, что пробы масла хранятся в отгонке масла около двух недель, а нами замешено и в этом направлении ведется в настоящее время специальное исследование, что при хранении масла в летнее время идет увеличение содержания борнеола за счет уменьшения борн-алетата.

В целом качество масла не ухудшается, но оптимальной температурой необходимо считать температуру 115—120°, т. е. при 130 и тем более при 150° масло идет желтого цвета и с неприятным запахом прокуров сухой перегонки дерева.

Влияние перепретости гонки увеличивается, особенно увеличение гонки на скорость идет при работе с мелкопробитой гонкой, что видно из следующей таблицы.

Отгонка при температур.	Процент выхода пиктового масла по часам	1 ч.	2 ч.	3 ч.	4 ч.	5 ч.
-------------------------	---	------	------	------	------	------

100°	57,0	70,6	89,1	98,5	100%
115°	58,7	71,5	89,8	98,0	100%
130°	61,7	82,8	97,5	100%	
150°	65,7	84,1	93,3	100%	

ЛАПКА МЕЛКОГО ДРОВЛЕНИЯ

100°	71,2	84,0	97,0	98,0	100%
115°	81,8	93,6	98,7	100%	
130°	87,7	95,5	99,0	100%	

В заключение необходимо сказать, что на основе проведенных лабораторных опытов, сделанные веревчатые для отгонки пиктового масла из лапки мелкого дровления, что дает в процентном отношении выход масла и некоторое ускорение процесса отгонки, причем оптимальная температура перегрева пара лежит в пределах 115—120°, т. е. в пределах температур, когда не наблюдается значительного термического разложения хвой и древесных смол.

ОТГОНКА ПИКТОВОГО МАСЛА ИЗ ПИКТОВОЙ ЛАПКИ В ПРИСУТСТВИИ ЩЕЛОЧИ.

С. И. РИМЛАН.

ПРАКТИКА заводов по выработке пиктового масла показывает, что извлечение его из лапки довольно несовершенно: большой процент масла обычно остается неизвлеченным и тервится вместе с отработанной лапкой.

По нашим наблюдениям, около одной трети, а иногда и больше, пиктового масла, находящегося в исходной лапке, не извлекается и безвозвратно теряется.

С целью более полного извлечения пиктового масла на лапке были, заготовлено-опытной кривой химической лабораторией в 1932 году был предложен способ пробы лапки перед отгонкой масла (Центров и Гончарова — «Влияние пробы лапки на выход пиктового масла»).

Этот способ дает увеличение выхода масла до 40 проц.

В 1933 году планом работ лаборатории предусмотрено проведение других факторов, могущих оказать влияние на увеличение выхода пиктового масла, а именно: 1) влияние перепретости пара и 2) влияние щелочи.

Последний фактор и является объектом изучения настоящей работы.

При изучении влияния щелочи на выход пиктового масла мы исходили из предположения, что щелочь должна разрушать действие на жетунгеловое вещество, а отсюда и на обоченный элемент хвой и тем самым облегчить действие пара на масловосприимчивую хвой и, как следствие, привести к увеличению выхода пиктового масла.

С другой стороны, приотщелочь, мы должны были рассчитывать и на повышение состава пиктового масла.

Липка пихты содержит значительное количество боринг-агента, который под действием щелочи неизбежно будет частично окисляться, а следовательно, в пиктовом масле будет относительно увеличиваться содержание боринга и уменьшаться содержание боринг-агента.

Наше предположение об увеличении выходов пиктового масла при действии щелочи отчасти подтвердилось работой Ершовского — в журнале «Лесохимическая промышленность» № 5-6 за 1932 год и № 2 за 1933 г.

В этой работе Ершовский приводит результаты его опытов по отщелачиванию пиктового масла в присутствии щелочи из липки сосны, ели и можжевельника. Во всех случаях он получил увеличение выходов эфирного масла.

Для лучшего сопоставления результатов отщелачивания пиктового масла в присутствии щелочи и без таковой, опытные работы были быты проведены в следующем виде:

Липка загружалась в круглодонную колбу емкостью на 800 гр. пиктовой липки, заливалась водой или соответствующим раствором щелочи с расчетом покрытия всей липки и перся отгонка масла на том же огне.

Для возмещения потерь воды, уходившей в конденсат, в колбу вводили пар из парогенератора с таким расчетом, чтобы обмен жидкостей, находящейся в колбе, был во все время тонки на одном уровне.

Щелочь брали в количестве 1, 2 и 3 проц. от веса раствора. Опыты проводились с NaOH и Na₂CO₃.

Продолжительность отгонки масла во всех опытах была равна шести часам.

Окислитель отгонки во всех опытах по возможности тщательно соблюдалась одинаковой.

Для опытов пользовались липкой, полученной из района г. Токмаса. Проведены опыты с липкой эфирного сбора (март месяц), майского сбора и сбора в начале июня месяца.

Влияние щелочи на выход пиктового масла видно из следующей таблицы № 1.

Наименование липки	Условия отгонки пиктового масла	Количество загружен.	Влажность липки в %	Получено масла в гр.	Выход масла в % к исходн. лип.	Выход масла в проц. к абс. сухой липке	Процентное увеличение выхода масла
1. Липка эфирного сбора	Без щелочи	700	49,84	9,45	1,35	2,69	100
2.	C 1% раствором NaOH	700	.	9,50	1,357	2,70	100,4
3.	C 2% раствором NaOH	700	.	9,55	1,36	2,71	100,7
4.	C 3% раствором NaOH	700	.	11,29	1,61	3,21	119,2
5. Липка майского сбора	Без щелочи	700	3,1	16,32	2,33	3,6	100
6.	C 1% раствором NaOH	800	.	21,44	2,68	4,13	115
7.	C 2% раствором NaOH	750	.	21,13	2,82	4,35	121
8.	C 3% раствором NaOH	700	.	20,43	2,92	4,50	125,3
9.	C 1% раствором Na ₂ CO ₃	700	.	18,10	2,63	4,05	121,8
10.	C 2% раствором Na ₂ CO ₃	700	.	20,54	2,93	4,51	125,7
11. Липка июньского сбора	Без щелочи	500	34	11,7	2,31	3,54	100
12.	C 3% раствором NaOH	500	.	13,87	2,77	4,20	118,6

Из таблицы видно, что в присутствии щелочи выход пиктового масла увеличивается, при чем, чем выше концентрация раствора щелочи, тем выше выход масла.

Полученные результаты сопоставлены с липкой эфирного сбора с одним и тем же процентным раствором щелочи, что, возможно, выявило неосновательность липки, так как при всех исследуемых опытах выход масла значительно повышается выходов от увеличения концентрации щелочи.

Увеличивая и сдвигая щелочь в наших опытах дан, примерно, одинаковые результаты.

Для проверки влияния щелочи на размер выхода масла был проведен контрольный опыт иным способом, а именно: тщательно отогнав масло из липки паром, мы отработали липку в той же рабей колбе залили 3-процентным раствором едкого натра и продолжали отгонку масла. В результате дополнительно было получено масло в количестве 12,3 проц. от веса масла, отогнанного паром.

Влияние щелочи на качество пиктового масла приведено в таблице № 2.

Таблица № 2

Наименование исходной лапки	Условия отгонки пиктового масла	Вых. масла в % к абс. сухой лапке	Анализ полученного пиктового масла				
			Уд. вес при 20°	Коэф. преломл. n_D^{20}	Кисл. числ.	Содер. борнил-ацетата в проц.	Содер. борнеола в проц.
1. Лапка зингера сбора	Без щелочи	2,69	0,9022	—	0,59	21,35	12,58
2.	С 1% раствором NaOH	2,70	0,9041	1,4790	0,63	24,78	9,98
3.	С 3% раствором NaOH	2,71	0,8989	1,4769	0,56	15,99	15,63
4.	С 3% раствором NaOH	3,21	0,8967	1,4786	0,47	11,23	17,27
5. Лапка майского сбора	Без щелочи	3,6	0,9104	1,4713	0,82	30,20	10,84
6.	С 1% раствором NaOH	4,13	0,9085	1,4708	0,20	34,9	5,75
7.	С 2% раствором NaOH	4,35	0,9048	1,4780	0,18	22,94	14,86
8.	С 3% раствором NaOH	4,50	0,9071	1,4731	0,15	25,25	13,05
9. Лапка майского сбора	С 1% раствором Na ₂ CO ₃	4,05	0,9093	1,4716	0,23	29,67	12,80
10.	С 2% раствором Na ₂ CO ₃	4,51	0,9091	6,4720	0,16	29,56	12,50
11. Лапка майского сбора	Без щелочи	3,54	0,9122	1,4719	0,87	26,83	16,71
12.	С 3% раствором NaOH	4,20	0,9096	1,4719	0,89	24,75	26,3

Из таблицы № 2 видно, что масло, полученное в присутствии щелочной щелочи, более богато борнеолом и беднее борнил-ацетатом. Но сравнение с маслом, полученным без щелочи. Угнетая щелочь, т.е. кою действии щелочи не производится.

Угнетение борнил-ацетата объясняется процессом омыления щелочного, с образованием борнеола и уксусно-капсового натрия.

В этом отношении представляется исключение в обоих имеющихся в таблице случаях масла, полученное при отгонке в присутствии 1 проц. едкого натра.

Здесь мы наблюдаем наоборот увеличение содержания борнил-ацетата. Причину такой аномальности объяснить нам не удалось.

Общее повышенное содержание борнеола объясняется тем, что лапка для отгонки не только промывалась и в промывном виде обычно хранится 2—3 дня.

При хранении промывной лапки могут усиленные ферментативные процессы, в результате которых происходит омыление бор-

нил-ацетата. Это явление составляет объект нашего специального исследования и в результатах этого исследования будет сообщено в будущей работе.

Влияние щелочи на скорость отгонки пиктового масла, приведенного в таблице № 3.

Таблица № 3

Условия отгонки масла из лапки	Температура кипения в градусах Цельсия	Выход масла в см ³ и в % по часам отгонки											
		1 час		2 час		3 час		4 час		5 час		6 час	
		см ³	%	см ³	%	см ³	%	см ³	%	см ³	%	см ³	%
1. Отгонка паром без щелочи	500	9,4	71,21	11,1	84,09	12,8	96,96	12,9	97,73	13,2	100	13,2	100
2. Отгонка паром с 3% NaOH	500	13	82,27	15,2	96,2	15,8	100	15,8	100	15,8	100	15,8	100

Из таблицы № 3 видно зависимость скорости тонки масла от присутствия шестой. Е шестую полностью замещается тонка в три часа, без шестой — в 5 часов, причем выход масла при тонке шестую на 18 проц. выше выхода масла при тонке без шестой. Ресход шестой составляет при 1 проц. растворе — 2 проц. от веса сухой жмыховой массы.

При 2 проц. растворе 4 проц. от веса загруженной ланки. При 3 проц. растворе 6 проц. от веса загруженной ланки.

1. ИПРАВЛЕНИЕ НАПРАВЛЕНИЯ
ПРЕХОДА ТИХОГО МОЩА.

2. Получаемое масло более богато борнеолом и меньше содержит эфиром.

ВЫЯСНЕНИЕ ПРОДОЛЖИТЕЛЬНОСТИ ОТОПКИ МАСЛА ИЗ
ПЫЛОВОЙ ЛАПКИ НА ВЫХОДА И КАЧЕСТВО ЕГО

Я. М. МАРКОВИЧ

Для исследования вопроса влияния процентной доли отгонки изливов масла из шпатовой дилки на выход и качество его запакованного масла — вращательной дилки лабораторной дилки проведены исследования опытно-исследовательские работы в заводских условиях.

Работы проводились на шахтовом участке, расположенном в Гайинском районе, Шемонахинского округа, в двух км от д. Орловых (расположенной в восточную от ст. Вильно, Томской ж. д., в границах-ти к.з.м.), принадлежащем промышленной «Ударник» (Томского района-Промышлен).

Кирье для этого завода — шиховый лес — заготовляется в местностях, расположенной вокруг завода, по радиусу около 2—3 км, с шиховым лесостепью. Наибольшая часть в шиховых лесах, с дубняком (белоберезовый) покров, местами переходящий в березняк, с более сухим (суглинистым) почвой.

Пустых насчитали 1штковой ланки вверху завода не имеется. И
ланка расположена отрезными скользящим средн осянками и едн.
Разраст ланки с которой ланка заготовляется, 15--25 лет.

Принимая во внимание, что продолжительность годовых испытаний масла в лабораторных условиях не соответствует условиям эксплуатации масла в двигателях,

1. При среднем-нормальной продолжительности оттоков пикетового

Те. При более формованных условиях оттопыривается масть.

11. При более длительной продолжительности процесса оттока излучения излучательности интубовых выводов.

масла, чем принято считать работы линейных выводов.

Полное отсутствие масла, — следовательно, как указывалось, от пяти до десяти литров тонны, прочие условия тонны во всех случаях были соблюдены, один и тот же. Проблемат тоннов, являясь при всех тоннах закупаемых в одинаковом количестве (как по объему, так и по цене) при одинаковой средней влажности закупки и равномерно одинаково степени подсыхания.

Дат обеспокоенней усмешкой, интензивной тониз расветя переносит
завс три успешней толщине шара в чай и три погасе дождя и вичи
парового колда в едвинуты время, например, на падать ирониче
бароде нем шип конче в обычных, порядковых условиях.

При выделении гониме осушаются, сливаясь, воды на дне и в толще воды, в то же время, чем при обычной среднелетней деятельности гоним. Расход дара при гониме извержения сопоставлен с расходом воды в шаровом гониме, через катанье тр

По количеству закупленной дани, проценту выработки масла и от остатков топлива, расхода дара и топлива в выход елиходного масла и от годового до всем трех елихотных елихот привезены в таблице № 1.

Таблица № 1

Таблица № 1

	ОПЛАТНЫЕ ГОРКИ		
	I	II	III
Количество загруженной лапки Продолжительность погрузки ла ки (от начала загрузки до начала выхода дестиллята) Продолжительность отгона де- стилята Общая продолжительность гонки	1151 кг. 6 ч. 60 м. 22 ч. 20 м. 29 ч. 10 м.	1183 кг 6 час. 12 ч. 20 м. 18 ч. 20 м.	1163 кг 10 ч. 30 м. 36 час. 46 ч. 30 м.
Расход пара			
На подогрев. пиковой лапки. На отгон дестиллята Общий расход пара Средний расход пара на 1 час гонки Расход пара на 1 кгр. пикт. масла	270 кг 600 кр 870 кг 30 кг 68,7 кг	264 кг 389 кр 653 кг 25,2 кг 46,34	240 кг 680 кг 920 кг 19,8 кг 78,23 кг
Расход топлива (дров) За первый подогрев Отски дестиллята	0,331 м³ 1,196 м³	0,24 м³ 1,36 м³	0,492 м³ 1,786 м³

Общие тонки

Общий расход топлива . . .	1,527 м ³	1,60 м ³	2,278 м ³
На 1 кр. пикт. масла . . .	0,112 м ³	0,113 м ³	0,19 м ³
Выход пиктового масла по весу . . .	13,65 кг	14,03 кг	11,73 кг
Подмешенной воды . . .	320 литр	288 л.	232 л.
Пиктового экстракта (конденсат) . . .	80 л.	120 л.	276 л.

В каждой опытной тонке при загрузке латки отбиралась средняя проба латки для проверки в лабораторных условиях выходов и качества пиктового масла.

Результаты отгонки пиктового масла в лаборатории приведены в табл. № 2 той же стр. После каждой опытной тонки отбиралась средняя проба отработавшей латки для проверки в лабораторных условиях ее качества оставшегося в латке пиктового масла. Данные о выходах и анализе пиктового масла приведены в табл. № 2.

Таблица № 2.

№ п/п	Выход пиктового масла в проц. к весу исходной латки	Остаток пиктов. масла в отработавшей латке в % к весу пикт. латки	Анализ пиктового масла				
			Удельный вес	Кислотное число	Блацетата в проц.	Борнеол в проц.	Сумма блацетата и борнеола в %
I	1,185	0,363	0,9074	0,9	32,14	5,7	37,84
II-a	1,91	—	0,9098	0,33	36,27	4,37	40,64
II	1,181	0,367	0,9021	0,63	29,01	6,48	35,49
II-a	1,66	—	0,9050	0,55	35,21	4,85	40,06
III	1,011	0,392	0,9043	1,0	4,12	11,6	37,72
III-a	1,684	—	0,9104	0,6	37,71	2,76	40,47

В ы в о д ы
Результаты опытных гонок пиктового масла та же пиктовой латки в заводских условиях, представленных с целью выявления пригодности процесса на выходы и качество пиктового масла, дают возможность сделать ряд конкретных выводов.

1) Отгонка пиктового масла (пиктальт) при интенсивных условиях заканчивается во времени на 44,8 проц. быстрее средней тонки, а отгонка пиктового масла при замедленных условиях продлевается на 61,4 проц. больше, чем средняя нормальная отгонка масла. В

общем, та замедленная тонка пиктового масла из латки затрачивает от времени в три раза больше, чем при тонке ускоренной.

2) Продолжительность парильного часа, в зависимости от продолжительности процесса тонки, выразится в пересчете на пиктовое масло в килограммах на час:

а) при интенсивной тонке . . .	0,763 кг
б) — средней . . .	0,468
в) — замедленной . . .	0,253

3) Сравнительная величина производительности завода, лет не прерывной работы, в зависимости от продолжительности тонки, отставит (при условии, аналогичных проведенным, опытным тонкам):

а) при интенсивной тонке . . .	553,4 кг пикт. масла
б) — средней . . .	387
в) — замедленной . . .	182

4) Выход пиктового масла при ускоренной ферментативной тонке остается тем же, как и при средней, а замедленной тонке дает снижение выхода пиктового масла, по сравнению со средней тонкой.

5) При длительной отгонке пиктового масла наблюдается увеличение борнеола в масле за счет отгонки борнил-алканола.

6) На основе данных опытных гонок возможно установить, что наилучшие результаты получаются при интенсивном ведении отгонки пиктового масла.

ВЛИЯНИЕ ПЛОТНОСТИ УПАКОВКИ ПИКТОВОЙ ЛАТКИ В ПАРИЛЬНОМ ЧАНУ НА ВЫХОД И КАЧЕСТВО МАСЛА И НА ВРЕМЯ ОТГОНКИ В УСЛОВИЯХ СУЩЕСТВУЮЩИХ ЗАВОДОВ.

Я. М. Маринович

Для выявления выходов, качества и продолжительности отгонки пиктового масла, в зависимости от плотности упаковки латки в парильном чану, Краевой химической лабораторией были проведены опытно-исследовательские работы в заводских условиях.

Работы проводились на пиктовом заводе, указанном в предыдущей работе на тему «Влияние продолжительности отгонки пиктового масла на его выхода и качество».

Для проведения опытных гонок на заводе возникла необходимость осуществлять отгонку пиктового масла при трех разных условиях упаковки латки в парильный чан:

- 1) при средней (обычной) плотности упаковки латки;
- 2) при слабой, неплотной упаковке латки в чан;
- 3) при более плотной упаковке латки.

Отгонка пиктового масла во всех случаях проводилась при обычной средней интенсивности тонки с соблюдением только плотности упаковки всех пробных латок.

Упаковка пробной латки в чан проводилась в следующем порядке:

Опыт первый. Было загружено лопки вначале $\frac{1}{2}$ чаша, но обему 1,4 м³, весом 320 кг. После равномерной и полной пропарки этой порции лопки и ее легкой утрамбовки, в чаше загружалась вторая порция лопки, весом 493 кг, но обему 1,8 м³, после равномерной и полной пропарки и легкой утрамбовки второй порции, загружалась третья порция пихтовой лопки весом 338 кг, но обему 1,4 м³. Всего загружено лопки 1151 кг.

При таком способе достигалась средняя плотность укладок, обычно принятая на пихтовых заводах.

Опыт второй. Было загружено лопкой две трети чаши, после чего она равномерно утрамбовывалась и легкая утрамбовывалась, затем была загружена оставшаяся лопка. Первая порция лопки имела вес 480 кг, вторая — 338 кг. Всего загружено 818 кг.

Таким способом загрузки достигалась равномерная и менее плотная укладка лопки, чем это принято на заводах.

Опыт третий. Загружалась лопка проиходила в десять пихомов. После равномерной и легкой пропарки лопки и плотной ее утрамбовки, загружалась следующая порция лопки. Таким способом загрузки достигалась наиболее плотная и вместе с тем равномерная укладка лопки. Всего было загружено 1686 кг. пихтовой лопки.

Длительность процесса, расход пара и топлива, выхода, протечки и отхолов по всем трем опытам тонким приведены в таблице № 1.

Таблица № 1.

	О п ы т ы		
	I	II	III
Загружено недробленой лопки по весу в кг.	1151	818	1686
Продолжительность загрузки прогрева лопки (от начала загрузки до начала выхода лопки)	1 ч. 40 м.	1 час	1 ч. 05 м.
Продолжительность отгона де-стиллята	6 ч. 50 м.	4 ч. 30 м.	7 ч. 05 м.
Общая продолжительность процесса	22 ч. 20 м.	11 ч. 10 м.	26 ч. 40 м.
Расход пар. на подогрев лопки.	29 ч. 10 м.	15 ч. 40 м.	33 ч. 45 м.
на отгон пихтв.	20 кг	200	260
Общий расход пар.	600 кг	360	940
Расход пар. на 1 кг. пихтв.	470 кг	560	1200
Расход топлива (дров) на 1 кг. пихтв.	63,7 кг	56,3	63,1
Копич. полученного пихтового масла	0,112 м ³	0,099 м ³	0,096 м ³
Копич. полученной подмаслен. воды	13,65 кг	8,95 кг	16,01 кг
Копич. полученного экстракта.	320 лит.	272 л.	396 л.
	80 литр	70 л.	180 л.

Опытные отходы масла определялись, как обычно, по почти полному прекращению выделения пихтового масла из дистиллята.

При каждой опытной попытке во время загрузки лопки отбирались средние пробы лопки для проверки в лабораторных условиях выходов и качества пихтового масла. Данные отгонки пихтового масла в лабораториях и анализа этого масла приведены в табл. № 2 по 1 деп. «а».

После каждой опытной попытки отбиралась средняя проба отработанной лопки для определения количества оставшегося в лопке масла.

Таблица № 2.

№№ гонок	Выход пихтового масла в % к весу исходной лопки	Остаток пихт. тов. масла в отработанной лопке в % к весу исп. лопки.	Анализ пихтового масла				
			Уд. вес	Кислотн. число	Блацетата в %	Борнеола в %	Сумма блацетата и борнеола в %
I	1,185	0,36	0,9074	0,9	32,14	5,7	37,84
I-a	1,91	—	0,9098	0,35	36,17	4,37	40,54
II	1,216	0,365	0,9011	0,69	31,47	6,08	37,55
II-a	1,735	—	0,9015	0,58	36,44	3,72	40,16
III	1,127	0,40	0,9054	0,82	32,46	4,94	37,4
III-a	1,8	—	0,9079	—	34,74	8,36	38,10

В ы в о д ы Из полученных результатов возможно сделать ряд следующих выводов:

1. При увеличении плотности укладки лопки в чашу несколько уменьшаются процент выхода пихтового масла.
2. Плотность укладки заметного влияния на качество получаемого пихтового масла не оказывает.
3. Плотность укладки оказывает большое влияние как на производительность загрузки лопки в чашу, так и на длительность процесса отгона пихтового масла из лопки.
4. Производительность парильного чана в зависимости от плотности укладки лопки составляет в пересчете на пихтовое масло в кг. за час.

При плотной укладке 0,563 кг.
При средней укладке 0,468 кг.
При слабой укладке 0,635 кг.

Из цифр производительности парильного чана, при различной плотности загрузки пихтовой лопки, можно сделать вывод, что наиболее производительную слабую укладку лопки в чашу, чем будет достигнута бо́льшая производительность пихтовых заводов.

К ВОПРОСУ УТИЛИЗАЦИИ ОТХОДОВ ПРОИЗВОДСТВА ПИХТОВОГО МАСЛА

Я. М. Марнович, Л. А. Гончарова, Е. Ш. Дуаминская.

При переработке пихтовой дестиляции паром для получения пихтового масла отходами в процессе производства являются: пихтовый экстракт, подтеченная вода и отработанная дестилляция.

При переработке одной тонны свежей пихтовой дестиляции на существующих пихтовых заводах в среднем получается: подтеченной воды — около 250—300 литров, пихтового экстракта — около 150—200 литров и отработанной пихтовой дестиляции — 700—900 мтр.

Надо сказать, что эти цифры значительно колеблются в большую или меньшую сторону, в зависимости от времени ведения процесса, от состояния сырья — пихтовой дестиляции (главным образом от ее влажности), от порядка ведения процесса отгонки пихтового масла и от аппаратуры завода.

Вопрос о возможности использования отходов пихтового производства выдвигается уже не один раз заинтересованными организациями. Однако, до сих пор он оставался неразрешенным как в части принципиальной установки о возможности использования отходов, так и в части определения методов рациональной переработки их.

Для всестороннего изучения этого вопроса Зап.-но-сибирской краевой химлабораторией проведен ряд специальных опытно-исследовательских работ, часть которых была проведена в условиях лабораторного исследования, а часть — непосредственно в заводских условиях.

Опытно-исследовательские работы в основном свелись к разработке следующих вопросов:

1) Исследование возможности извлечения пихтового масла из подтеченной воды;

2) Изучение и исследование пихтового экстракта с целью извлечения из него смолистых веществ и масел.

Использование углеводородов этого экстракта в процессе брожения и применение экстракта, как дубителя.

3) Исследование возможности использования отработанной пихтовой дестиляции в процессе сухой перегонки для целей получения метилового спирта, уксусной кислоты, ацетона и смол, а также применения отработанной дестиляции, как сырья для волокон.

Этот комплекс работ дает достаточно полный ответ на вопрос об использовании отходов пихтового производства.

Из применяемых методов извлечения эфирных масел из отходных дестилляционных вод различных производств, в литературе есть указания на два способа.

Первый способ кохобации, т. е. отгонки эфирного масла паром из отходных вод.

Второй: новый метод потапливания эфирных масел минеральными маслами с вывозом температурой кипения и обратным их разведением путем разгона паром.

Последний метод применяется в настоящее время на ряде производств «Лазе».

В виду большого количества подтеченной воды, получаемой в пихтовом производстве (в среднем 300 мтр. от одной тонны пихтовой дестиляции) и низкого содержания в ней пихтового масла, применение первого из указанных методов потребовало бы больших затрат топлива и пара, связанных с подогревом и разведением от пихтового масла большого количества подтеченной воды.

В силу этого, метод кохобации совершенно не разрабатывался и мы остановились на разработке второго метода.

Подтеченная вода, о которой мы работали, по вышнему виду не содержала плавающего верхнего слоя пихтового масла.

При применении нами механического разделения масла от воды, также не удалось извлечь пихтовое масло, которое повидному, содержится в воде в виде эмульсии.

Для определения содержания находящегося в воде в виде эмульсии пихтового масла, мы производили экстрагирование масла из водных эфиром.

Получены следующие данные:

1. Экстрагирование петролейным эфиром (фракция эфира до 50°) дает извлечение пихтового масла в проц. от воды 0,0257 проц.

2. Экстрагирование серным эфиром дает масла 0,0208 проц.

В дальнейшем мы перешли к разработке метода извлечения пихтового масла из водных минеральными маслами.

Для этой цели нами было взято турбинное масло. Одним из требований, предъявляемых к минеральному маслу, употребляемому для извлечения эфирного масла, должно быть отсутствие в нем летучих компонентов, могущих в дальнейшем сильно загрязнить извлеченное пихтовое масло и давать продукт низкого качества. Поэтому, предварительно, из взятого нами для работы турбинного масла, длительной отгонкой паром удалили все летучие компоненты.

Содержание летучих в турбинном масле 1,4 проц.

Удельный вес летучих 0,8847 проц.

Экстрагирование пихтового масла из подтеченной воды турбинными производилось при взбалтывании в делительной воронке.

Отделение пихтового масла от турбинного производилось отгонкой паром.

Данные экстрагирования турбинным маслом

Количество подмасл. воды	Количество турбинного масла	% извлеч. пикетового масла к весу воды
1 кт.	0,1 кт.	0,108%
2 " "	" "	0,117 "
3 кт.	0,1 кт.	0,063 "
4 " "	" "	0,049 "

Считая, что наиболее полное извлечение пикетового масла из воды у нас происходит при экстрагировании эфиром, и зная, что при этом извлечение масла равно 0,02 проц., можно думать, что более высокий процент извлечения, полученный при работе с турбинным маслом, происходит за счет летучих паров турбинного масла при отгонке паром вместе с пикетовым маслом.

При разгонке паром у нас происходит явление крекинга турбинного масла у стенок нагреваемого прибора, за счет чего вместе с пикетовым маслом отгоняются летучие части минерального масла.

Это предположение подтверждается характерным запахом минерального масла у полученного после разгонки продукта, а также данными анализа.

Анализ отогнанного из турбинного масла продукта

Удельный вес	0,8995
Коэффициент рефракции	1,4913
Кислотное число	1,01
Борниг-ацетат	4,8 проц.
Борнеол	0,65 "

Для извлечения пикетового масла из подмасленной воды в условиях завода нами был сконструирован и предварительно проверен в лаборатории аппарат.

Принцип его действия заключается в пропуске подмасленной воды через слой турбинного масла.

Опыты по извлечению пикетового масла из подмасленной воды были произведены сотрудниками Бразовой лаборатории на пикетовом заводе.

Подмасленная вода в количестве 312 кт., полученная при отгоне пикетового масла из 1151 кт. загруженной лавы, частично пропущенная через аппарат и частично через дежигательную воронку. Через аппарат было пропущено 120 кт. воды, при этом турбинное масло в количестве 1 кт. было залито слоем 9 см. толщиной.

Через воронку с 0,5 кт. турбинного масла пропущено 20 кт. подмасленной воды.

Данные извлечения пикетового масла аппаратом и в дежигательной воронке получены следующие:

1. Аппарат дает извлечение пикетового масла к весу воды . 0,0056 проц.
2. При всасывании в дежигательной воронке извлечено . 0,041 проц.

пикетового масла.

Все извлеченное пикетовое масло было смешано и определен его удельный вес, равный 0,8922.

Боже мой! анализ его не производился, т. е. полученного количества масла хватило только на проведение дальнейшей работы по выщелачиванию его качества. С этой целью полученный при отгоне с паром из турбинного масла продукт подвергали вторичной разгонке с паром. При этом отогналось 47 проц. от взятого для разгонки количества масла. Отгон в колбе составил 53 проц. Все полученные фракции масла анализировались.

Анализ отогнанной фракции 47 проц.

Удельный вес	0,8932
Кислотное число	0,42
Борниг-ацетат	25,04 проц.
Борнеол	15,7 "

Анализ остатка 53 проц.

Удельный вес	0,8912
Кислотное число	0,32
Борниг-ацетат	3,15 проц.
Борнеол	0,6 "

Анализ полученного масла указывает на то, что разгонка с паром дает довольно полное разделение пикетового масла от летучих паров минерального масла, что основано на значительно большей летучести пикетового масла по сравнению с минеральным.

Высокий процент борнеола в отогнанном пикетовом масле в значительном объеме борниг-ацетата. На основании полученных данных при проведении работы в лаборатории и на пикетовом заводе можно сделать заключение, что более полное извлечение пикетового масла из подмасленной воды достигается при всасывании воды с минеральным маслом.

И также этим способом выход пикетового масла из подмасленной воды может быть получен лишь в 0,019 проц., что в пересчете на 0,005 проц.

При таких низких выходах пикетового масла из подмасленной воды, безусловно, целесообразно ставить извлечение масла из подмасленной воды растворителями.

С другой стороны, часто наблюдается, что подмасленная вода, которую при длительном стоянии всасывает на поверхность подмасленной воды и может быть отогнана от подмасленной. Это явление наблюдается в тех случаях, когда маслостойкость недостаточно высокая и в них масло не успевает выделиться из воды. Для избежания такой потери масла необходима установка более мощных маслоотделителей (флорентин).

Один из полученных нами заводских образцов пихтового экстракта был подвергнут ряду испытаний в разрезе качественного и количественного выделения составных частей, а также в дальнейшем с ним проводилась работа по определению количества в природном сырье пихты в нем углеводов.

Со вторым образцом заводского экстракта работа проводилась в плоскости изучения содержащихся в нем дубителей, с целью применения экстракта как дубящего раствора в кожевенной промышленности.

Первый образец экстракта был получен с пихтового завода «Промлесхим» и по внешнему виду представлял жидкость темно-бурого цвета, содержащую большое количество мелкой мути во взвешенном состоянии, при стоянии осадка не давал.

При нагревании осветления раствора не происходило.

1. С солями железа экстракт дает качественную реакцию на дубители.

2. На крахмал качественной реакции не дает.

3. Кислотное число экстракта 4,44.

4. Сухого остатка в экстракте 11 проц.

Определение смолистых в экстракте производилось путем обработки его серным эфиром и ацетоном.

Эфирная вытяжка. Часть экстракта несколько раз обрабатывалась эфиром, при этом в эфирном слое образовался аморфный осадок, который отфильтровывался.

Осадок пересылаю Мора качественную реакцию на дубители.

Из эфирной вытяжки отгонялся эфир и определялось содержание смолистых.

Смолистых в экстракте 0,33 проц.

Ацетоновая вытяжка. При обработке экстракта несколько раз ацетоном полного растворения не происходило. Часть нерастворимая в ацетоне в виде осадка отфильтровывалась.

Осадок качественной реакции на дубители не дает, но дает ярко выраженную реакцию с фенилтоновой жидкостью на углеводы. Из жидкой части отгонялся ацетон и дальше с паром отгонялись кислоты. Количество кислот в пересчете на уксусную 0,1 проц. Остаток в кобде после отгонки паром обрабатывался эфиром и из эфирной вытяжки определялись смолистые. Смолистых 0,38 проц. от веса экстракта.

Полученный в обоих случаях процент смолистых в экстракте настолько незначителен, что вопрос о практическом их использовании совершенно отпадает.

Определение углеводов в экстракте. Превращением углеводного экстракта, с целью разложения полисахаров, подвергались инверсии созданной кислотой в течение четырех часов. Дальше углеводы определялись по методу Вертмана. Количество углеводов

в экстракте в пересчете на глюкозу 4,45 проц. С целью определения обрабатываемых углеводов, нами проведено определение, которое велось пресловутыми дробками.

1. В первом случае обрабатывание углеводов производилось непосредственно в экстракте, при чем предварительно углеводы подвергались инверсии с целью получения моносахаров, способных к окислению. Количество образующихся углеводов определялось по методу Мейсера, учитывая по весу выделяющийся углекислоту. В этом случае углекислоты совершенно не выделялись, следовательно, брожение не проходило.

2. С целью получения более чистого раствора углеводов и освобождения от смолистых и др. примесей, могущих вредно влиять на брожение, экстракт обрабатывался ацетоном. Осадок, нерастворимый в ацетоне и дающий качественную реакцию на углеводы, отгонялся от ацетона и после легкого помешивания растворялся в воде. В полученном растворе производилось обрабатывание углеводов дробками. Количество образовавшихся углеводов определялось также по способу Мейсера. В этом случае образовалось углеводов в процентных от их первоначального содержания в экстракте — 4,14 проц. или в пересчете на экстракт в нем обрабатывается 0,19 проц. глюкозы.

Полученный процент обрабатываемых углеводов настолько низок, что можно считать углеводов экстракта пригодными для использования в промышленности.

В дальнейшем работа с экстрактом продолжалась в направлении изучения его свойств как дубящего материала с целью использования его в кожевенной промышленности.

Предварительный анализ 2-х образцов заводского экстракта различной концентрации дает следующие показатели:

	I-й образец экстракта		II-й образец экстракта	
	в гр. на литр	в проц.	в гр. на литр	в проц.
Танинов	1.87	0.18	21.08	2.0
Нетанинов	27.00	2.66	101.19	9.63
Нерастворимых	3.72	0.36		
Растворимых	28.87	2.84	122.27	11.63
Плотность	2.230 В°	—	7.03 В°	—
Доброкачественность	6.47	—	17.24	—

Для оценки экстракта, как дубящего раствора, главным показателем является его доброкачественность, т.е. количество танинов в 100 частях растворимых веществ.

Обычно применяемые в технике дубления экстракты имеют в среднем доброкачественность не ниже 60.

Приведенные анализы двух образцов экстракта дают доброкачественность значительно ниже требуемой.

Работа по обогащению экстракта и повышению его доброкачественности проводилась с первым образцом.

Для обогащения дубильных экстрактов, т.е. для повышения соотношения между таннинами и нетаннинами, в технике применяются следующие методы:

В виду того, что по данным вышеприведенных опытов сахара пиктового экстракта не образуются, этот метод в данном случае не может быть применен.

Поэтому нами взят другой, также применяемый в настоящее время в технике дубения, метод сульфитирования экстракта. Сульфитирование проводилось сульфитом натрия при 100°C помешиванием. Сульфита брагось в количестве 30 проц. от веса нерастворимых.

Парадигма с сульфитированием исходного экстракта производилось его уваривание с целью повышения концентрации. Экстракт уваривался на водяной бане до мажоранного состояния, при этом потеря влаги составляла 93,5 проц. от исходного количества.

Данные о всех опытах сведены в следующую таблицу:

	Анализ уваренного экстракта		Анализ сульфитированного экстракта	
	Данные уваренного экстракта в проц.	В пересчете на исходный экстракт в проц.	Данные сульфитированного экстракта в граммах	В пересчете на исходный экстракт в проц.
Влажность	53.54	—	4.46	—
Танинов	4.17	0.27	29.77	2.90
Нитринов	34.17	2.22	34.23	3.33
Растворимых	38.34	2.49	1.22	0.11
Нерастворимых	8.12	0.53	2.55	—
Плотность	—	—	12.91	—
Доброкачественность	10.84	—	—	—

Таким образом мы видим, что качество экстракта от уваривания по сравнению с первым образцом, доброкачественность уваренного экстракта 10,84 выше доброкачественности исходного 6,47.

Примененный для обогащения экстракта метод сульфитирования также дает увеличение доброкачественности с 6,47 до 12,91, т.е. вдвое.

В применении к более концентрированному образцу экстракта мы бы имели после сульфитирования доброкачественность его равную 34,48.

Таким образом, в обоих случаях доброкачественность гораздо ниже требуемой в технике и равна 60.

Проведенная работа о практическом использовании пиктового экстракта дает право считать следующие выводы:

1. Извлечение экстракта совершенно не экономично, потому что из него содержится в нем, радио 0,33 — 0,38 проц.

2. Также и извлечение пиктов, содержащихся в экстракте в количестве 0,1 проц., ставить нерентабельно.

3. Использование углеводов экстракта для целей брожения невозможно, так как экстракт не может в силу их низкой концентрации использоваться.

4. Применение экстракта, как дубителя в кожевенной промышленности, невозможно в силу низкой доброкачественности его.

Обработка отработанной пиктовой ланки способом сушки

Для выведения результатов, которые могут быть получены при сухой переработке отработанной пиктовой ланки, были поставлены опытно-исследовательские работы в заводских условиях.

Опытные работы проводились на спирто-поролонном заводе помещиков «Химик» (с. Злытовское, Целиковское с/с, Галицкого района, в 25 км. от ст. Вилкино, Голоской ж. д.).

Данные, характеризующие аппаратуру завода, таковы:

Реторта — цилиндрической формы, длиной в 2,45 м. и диаметром в 1,1 м. Объем реторты (емкость) — 2,3 м³.

В верхней части зашита ланка реторты помещается труба, соединяющая реторту с холодильником, диаметр в 25 см. и длиной в 2 м. — для отходящей в процессе сухой переработки паровой смеси.

Между ретортой и холодильником вертикально установлен сложной формы пиндиреской формы — для улавливания тяжелых окисленных порошков.

Соединенный с ретортой холодильник труба.

Общая поверхность охлаждения холодильника составляет 6,3 м². Охлаждение происходит водой, поступающей самотеком. Подогрев реторты производится дровами и древесным углем.

Для процесса сухой переработки была взята отработанная ланка.

Отработанная пиктовая ланка подана по оттоку пиктового масла из пиктовой ланки паром, при обычных условиях работы пиктовых заводов.

Исследованная пиктовая ланка было установлено содержание в ней влаги 69 проц. и неочищенного пиктового масла 0,54 проц. (в весу исходной ланки — сырой).

Отработанная пиктовая ланка загружалась в реторту при температуре ее наливке в количестве 400 кг. по весу и 2,3 м³ по объему.

Общая продолжительность процесса до конца выделения пиктанта была 75 час. 10 мин., а отгон пиктанта продолжался 72 часа 30 мин.

В результате процесса сухой перегонки отработанной пихтовой латки, взятой, как указывалось выше, в количестве 0,4 тонны, было получено:

Ректификат (жидки и смолы) 395,5 кгр.
угля 73,0
отходящих газов и потеря в производстве . . . 19,5

Из полученного ректификата отделилось от жидких смол. В результате отстаивания и декантации получено:

жидки 281,47 кгр.
смола 24,03 кгр.

Полученная жидкая исследована на содержание в ней:

- а) метилового спирта,
- б) уксусной кислоты,
- в) общей кислотности,
- г) ацетона.

Определение метилового спирта производится по обычному способу отгонкой и последующей нейтрализацией дегидрата NaOH (трекратно) и определением CH_3OH по удельному весу на весах Мора-Вестфала.

Метилового спирта найдено 0,29 проц. Таким образом, выход безводного метилового спирта к весу исходного сырья (отработанной пихтовой латки) — составит 0,204 проц.

Определение уксусной кислоты производится титрованием норм. раствором NaOH после предварительной перегонки жидки до 140°C .

Уксусной кислоты найдено 0,331 проц. Выход уксусной кислоты к весу исходного сырья (отработанной пихтовой латки) составит 0,233 проц.

Общая кислотность в исследуемой жидке определялась обычным методом прямого титрования с NaOH и равна (в пересчете на CH_3COOH) 0,38 проц.

Определение ацетона производилось по способу Мессенгера (реакцией йода в присутствии щелочи и оттитрованным тимо-сульфитом, согласно стандарта ОСТ № 999 на метиловый спирт).

В результате анализа установленного содержания ацетона к весу жидки 0,339 проц. К весу отработанной пихтовой латки — 0,239 проц. Удельный вес жидки средней пробы составил 1,001.

При пересчете полученных выходов на абсолютную сухую отработанную латку будет иметь:

метилов. го спирта 0,66 проц.
уксусной кислоты 0,75 проц.
ацетона 0,77 проц.

Полученные цифры указывают на то, что выход метилового спирта и уксусной кислоты при сухой перегонке отработанной пихтовой латки ниже выходов, получаемых при сухой перегонке древесины.

Выход ацетона, наоборот, выше, чем из древесины.

Исследованная смола. Согласно данным выходов продуктов, полученных при сухой перегонке отработанной пихтовой латки, выход смолы, отделившейся от жидки, составил 24,03 кгр.

Более тщательная очистка этой смолы дает удельный вес меньше едущий и выделяется в верхнем слое жидки.

Латка, меньшая часть смол, полученная при сухой перегонке отработанной латки, имеет удельный вес более единицы и отделяется в осадочном слое.

Из общего количества полученных смол (24,03 кгр) получено:

легких смол 18,03 кгр.
тяжелых 6,00 кгр.

Обращает на себя внимание то обстоятельство, что легкая смола выделялась значительно раньше, ранее и после ее некоторого отстаивания (в продолжении 24 часов).

Анализом на содержание влаги в легкой смоле установлено влаги 80 проц.

Следовательно, фактическое содержание чистой смолы в легкой смоле после отстаивания составит 18,03 кгр — 3,6 кгр, а общее количество безводной смолы 9,6 кгр.

Таким образом, истинное содержание смол безводных к весу исходной латки составит 2,4 проц., а выход смол на 1 тонны отработанной пихтовой латки выразится в 24 кгр., из коих может быть получено:

легких смол 9 кгр.
тяжелых 15 кгр.

Полученная в результате сухой перегонки легкая смола подвергается определению удельного веса и исследованию на содержание сгорающих ее составных частей: фенола, нерастворимых в петр. эфире веществ и минеральных примесей.

Удельный вес смолы (безводной), полученной после тщательного отстаивания, составил 0,9854.

Нерастворимых в петр. эфире веществ найдено 8,35 проц. (к весу безводной смолы). Количество минеральных примесей — 0,066 проц.

Определение фенолов производилось по обычному способу их определения в смолах — путем обработки с Na OH для получения фенолатов и выделения фенолов серной кислотой.

В результате повторной обработки фенолов, с целью их очистки, было получено 9,15 проц. очищенных фенолов к весу смолы.

Полученный в результате сухой перегонки отработанной пихтовой латки уголь, в количестве 75 кгр., представляет собой продукт вполне законченного процесса термического разложения.

Вполне понятно, что полученный древесный уголь не отвечает требованиям товарного продукта, т. е. он состоит из мелких обуглившихся частей крои и веток латки.

Анализом полученного древесного угля определено содержание в нем золы 12,91 проц.

Анализ золы дал следующие результаты:

K ₂ CO ₃	7,11 проц.	SiO ₂	11,76	SO ₃	2,57
Na ₂ CO ₃	6,3 проц.	Al ₂ O ₃	13,6	Cl	0,88
CaO	42,04 проц.	Fe ₂ O ₃	1,68	P ₂ O ₅	—
MgO	5,79 проц.	Mn ₂ O ₄	1,26	среди	—

Выход продуктов при сухой перегонке из 1 тонны отработанной пихтовой лжи составил:

Воды	733,5 кг.
Смолы	24,0
Уксусной к-ты	2,33
Мети. спирта	2,04
Ацетона	2,39
Рестоврим. проч. в др. уксусе веществ	0,35
Углей	187,5
Отходящих газов и потерь в пр-ве	48

Выводы: 1) отработанная пихтовая лжа является крайне нецелесообразным продуктом для сухой перегонки, поскольку эффективность которой в 3 раза превышает обычную продолжительность процесса сухой перегонки лиственных пород.

2) Крайне незначительные выходы наиболее ценных продуктов: метилового спирта, уксусной кислоты, ацетона и смол (даже при пересчете на абсолютную сухую отработанную пихтовую лжу) вполне определенно указывают на целесообразность обработки отработанной пихтовой лжи путем ее сухой перегонки.

Использование отработанной пихтовой лжи для получения волокон из хвои пихты производится путем варки хвои со щелочью под давлением для получения волокон. При этом работа ведется в напряженных условиях волоконного материала.

уменьшения расхода щелочи, выхода и качества волокон.

Полученная варка хвои для получения волокон была выбрана в целях улаживания смоляных кислот, содержащихся в хвое, которые при повторном переуспе щелоча, в значительном количестве накапливаются в отработанных щелочах, могут быть выделены в свободном виде или в виде капрофильного мыла.

Из полученной для работы пихтовой хвои в лаборатории предварительно отгонкой с паром извлекается пихтовое масло.

Хвоя пихты после отгона эфирных масел подвергается анализу. Данные анализа в пересчете на абсолютную сухую массу вещества:

Золы	2,82 проц.
Смолистых веществ	20,29 проц.
Беззольной клетчатки	26,72 проц.

Вещества, этикетка
Уксусной в пересчете на уксус
Пентозан
31,67 проц.
11,16 проц.
5,39 проц.

Продолжительность нижеприведенных варок вычислялась в 8 часов. Каждая отработанная хвоя тщательно отмылась от щелочи, просушивалась, отбрасываясь от сора и взвешивалась.

Результаты варок безмаслянистой хвои.

Варок	Режим варки	Проц. сухой щелочи в свежем щелоке от загрузки хвои	Расход сухой щелочи во время варки от загрузки хвои в проц.	Проц. выхода варочной хвои от загрузки	Проц. потерь хвои от загрузки
1	1,5 проц. NaOH при 6,5 атм.	37,5—50,9	16,3	23,9	76,1
2	2 проц. NaOH при 5 атм.	62,4	17,0	24,0	76,0

Результаты обеих проведенных варок оказались крайне неудовлетворительными. В обоих случаях хвоя пихты совсем не разваривалась и получить волокно из нее не удалось.

При этом потери хвои при варке оказались очень значительными и достигли 76 проц. от загруженного ее количества.

Ввиду неудовлетворительных результатов, полученных при варке хвои пихты на волокно, была дополнительно проведена работа по изучению бумажной массы из хвои.

Для этого обезмаслянившая хвоя подвергалась варке в 3 проц. NaOH при 6,5 атм. давлением в течение 8 часов. Эта варка также не дала удовлетворительных результатов, т. е. хвоя полностью разваривалась.

Пихтовая хвоя не имеет волокнистости, а состоит из коротких и широких клеток, обильно заключенных в непрочные оболочки и широко открытые, во время варки имеет распадение хвои на отдельные клеточки, которые не могут дать переплетения между собой, необходимого для получения бумаги.

Таким образом, на основании проведенной работы можно сделать заключение о том, что отработанная хвоя пихты в отношении ее использования на волоконный материал, а также и на бумажную массу, является по своим качествам совершенно непригодным материалом.

В заключение проведенных работ с целью выявления возможности рационального использования отходов пихтового производства необходимо сделать следующие выводы:

1) Утилизация подмаслянистой воды путем ее обработки для извлечения пихтового масла является невыгодной и нецелесообразной.

В этом направлении, для избежания имеющих потерь пихтового масла в подогретой воде—надлежит увеличить мощность флорентисных сосунов, благодаря чему может быть достигнуто более тщательное и совершенное отделение масла от подогретой воды.

2) Утилизация пихтового экстракта как в части извлечения смолистых веществ и кислот, так и в направлении использования его для целей сбраживания и дубления, является непреломной и верной.

3) Использование отработанной пихтовой латки на предмет получения продуктов ее сухой перегонки и для получения водонепроницаемых материалов также является непреломным.

КОРА СИБИРСКОЙ ПИХТЫ

А. П. Пентегов, С. В. Непугская

ПИХТА, в отличие от других хвойных пород, имеет смолистые хвоя не в древесине, а в коре. Смолистые хвоя, проникают слой коры, в нее непосредственно проникают под наружные корковые слои коры, в нее мелкие водосных канальцев и местами расширяются в довольно крупные вместилища—желваки, заполненные живицей пихты.

Так как каналы и желваки расположены в наружной части коры и покрыты лишь тонким верхним слоем коры, то извлечение живицы из желваков возможно простым прокалыванием слоев коры, прикрывающего желвака.

Живица пихты по исследованиям нашей лаборатории является весьма ценным продуктом, вполне заменяющим собой канальцевый балзам.

Добыча живицы пихты путем прокалывания желваков на растущих деревьях и сбора вытекающей живицы в настоящее время нецелесообразно, так как промышленные размеры и цену высокой ценности пихтовой живицы, в ближайшем году разовьются в довольно значительную отрасль лесохозяйственных промыслов.

Сбор живицы пихты имеет преимущество перед сбором живицы других хвойных в том, что не требует пикажей, капитальных вложений. Недостаток же заключается в том, что процесс сбора живицы пихты весьма трудоемок. В один трудоемкий опытный сборщик может собрать лишь 400-600 гр. живицы.

Объектом сбора живицы пихты может служить не только кора растущей пихты, но и свежая кора срубленных деревьев, при условии их опорожнения на лесозаготовках.

С этой целью мы предприняли изучение коры пихты с тем, чтобы определить в ней содержание живицы и способы извлечения ее, а также из коры срубленного дерева.

Содержание смолистых в коре определяется путем экстрагирования эфиром, с последующей отгонкой эфира и сгонкой остатка. Содержание эфирного масла определяется отгонкой эфирного масла паром из рубленой коры.

Результаты анализа световых в табл. № 1.

Таблица № 1.

Наименование образца коры	Влага в проц.	Содержание смолистых в проц.		Содержание эфирного масла в проц.	
		К исх. весу коры	К абсолютн. ух. весу коры	К исх. весу коры	К абсолютн. ух. весу коры
1. Кора с ветвей молодых дер.	20	6,6	8,25	0,63	0,79
2. Кора с молодых деревьев до 10-летн. возраста	40	6	10	0,9	1,5
3. Кора со створов 30-летн. деревьев.	21,40	14,53	19,2	2,47	3,26
4. Кора со створов 50-летн. деревьев.	27	15,27	20,9	2,43	3,33
5. Кора со створов 100-летн. деревьев.	43,90	8	14,26	2,65	4,72

Из таблицы видно, что содержание смолистых в коре срубленной пихты довольно значительно и с увеличением возраста идет увеличение содержания смолистых. Однако, по достижении некоторого возраста, пихта начинает падать, содержание смолистых в коре пихты начинает падать.

В отношении соответствия цифр содержания эфирного масла, по данным нами с жидкими содержаниями эфирного масла в коре свежесрубленного дерева, поручиться трудно, так как пробы коры пересылались в не герметически закрытых сосудах, что могло повлечь большие или меньшие потери эфирного масла в отдельных случаях, а следовательно, неизбежность относительных ошибок.

Однако, не подлежит сомнению, что кора пихты содержит значительный процент эфирного масла, порой значительно выше, чем пихтовая латка, из которой идет добыча пихтового масла.

В этом отношении интересны результаты исследования коры пихты, полученной из Кузбасса с одного участка, но с деревьев разных диаметров.

Таблица № 2.

Диаметр ствола	Часть ствола	Проц. содержа- ния влаги в коре	Проц. содержания смолистых веществ		Проц. содерж. эф масла от веса корм		Соотношение в коре эф. масла к смолистым
			К исхол. коре	К абс. сухой коре	К исхол. коре	К абс. сухой коре	
20 сант.	Нижняя Средняя Верхняя	50 54,62 53,54	7,43 6,73 7,51	14,86 14,82 16,18	2,34 2,25 2,06	4,78 4,95 4,80	0,314 0,334 0,265
40 сант.	Нижняя Средняя Верхняя	44,24 46,40 45,04	17,77 17,20 17,05	30,01 32,09 32,82	4,46 4,40 5,20	8,00 8,20 9,49	0,266 0,255 0,289
60 сант.	Нижняя Средняя Верхняя	43,90 50,61 40,54	8,0 7,68 10,72	14,26 15,56 17,98	2,65 2,35 2,58	4,72 4,75 4,34	0,381 0,305 0,241

Анализ эфирного масла, отогнанного паром, и анализ смолистых, извлеченных из коры сибирской пихты расторопительными, приведен в таблице № 3, там же для сравнения приведены анализ эфирного масла и каинфолы, полученных из живицы сибирской пихты, собранной из жемлаков растущих деревьев.

Таблица № 3.

Источник получен.	Эфирное масло					Смолистые		
	Уд. вес	Коэф. рефракции	Кисл. число	% содержания		Кисл. число	Число омыления	Темпер. размягчения
				Борнил-ацет.	Бор-неол.	Сумма борнил и ац-борнеол		
1. Кора-ветвей и ств-лов молодых дерев.	0,90561,4775	0,03	26,28	5,5	31,78	106,4	188,5	450
2. Кора-стволов 30-лет дерев.	0,88121,4748	0,20	12,40	8,36	20,76	126,7	164,4	447,50
3. Ко а ств-лов 50-лет дерев.	0,87061,4737	0,18	6,7	6,36	13,06	89,1	163,45	480
								Гладкая прозрачная без трещин

Источник получен.	Эфирное масло					Смолистые
	Уд. вес	Коэф. рефракции	Кисл. число	Борнил-ацет.	Бор-неол.	
Плет				% содержания	Сумма бор-нил и ац-борнеола	

Данные анализа эфирного масла говорят о том, что растет де-ревьев влияет на качество эфирного масла, отогнанного паром из коры пихты. Чем дерево моложе, тем масло богаче борнил-ацетатом и имеет больший удельный вес.

Получив из коры срубленной пихты сок, который был извлечен: меха-ническим выдавливанием живицы, экстрагированием расторопительными и последующей отгонкой расторопитель и омылением щелочами.

Эфирная часть живицы может быть получена путем отгонки паром из коры.

В указанных выше условиях нами и проводилась работа. Механическое извлечение живицы нами проводилось двумя способами:

1. Образцы коры, вырезанные в форме конуса, подвергались давлению в прессе. При этом при давлении до шести атмосфер удавалось извлечь прессованной до 50 проц. живицы, содержащейся в коре. При дальнейшем увеличении давления выдавливается выделение клеточного сока, в сильной степени раздражающего живицу.

После того, как старые деревья при таком прессовании дают выход живицы всего до 20 проц., а отгнившая живица очевидно вытесняется выхлываемой коры.

2. Масло извлечения на пробирке кора подвергалась в форме прессованной на гидравлическом прессе при давлении до 150 атм. при этом получен отпавший результат — живица не выделялась, а выделялся лишь клеточный сок. Прессованный при 150 атм. из пробирки коры пихты, после длительного выщелачивания при комнатной температуре, подвергнут был механическому испытанию — раздавливанию. Раздавливание кубика произошло при давлении 75 кг. на кв. сантиметр.

Выделение при прессовании в 6 атм. живица из коры пихты имела сорность до 1 проц. и коэффициент рефракции $n_D^{20} = 1,5123$ — 1,5173, т.е. такой же, как и живица пихты, полученная из жемлаков растущих деревьев.

Проведенные опыты по механическому выдавлению живицы из коры срубленной пихты показывают, что механическим

выделяется до шести атмосфер можно выжать до 50 проц. экстракта. Живучий жидкий, выходящий в коре пихты, но для этого необходимо прессование коры в форме толка.

Что же касается концентриции преса, то лучшей, очевидно, будет такая, позволяющая процесс прессования вести непрерывно, с большей производительностью.

Извлечение живичной экстракцией производилось различными растворителями: эфиром, бензолом, ацетоном, бензином, петролевыми эфирами.

№№ проб	Наименование растворителя	% смолы, извлеченных к весу сухой коры	Цвет экстракта	Длительность экстрагирования
1	Эфир Бензин	19,22 17,80	Темно-коричнев. Св. с зеленым оттенком	6 час. 8 "
2	Эфир Петрол. эфир . . Бензол	19,87 16,74 22,30	Темно-коричневый Св. с желт. оттенком Темно-зеленый	6 " 8 " 6 "
3	Эфир Петрол. эфир . . Ацетон	19,86 15,8 21,0	Темно-коричневый Светло-коричнев. Корич. с красным оттенком	6 " 6 " 6 "
	Бензол	21,35	Темно-зеленый	6 "

При испытании различных растворителей для извлечения смолы из пихтовой коры, наибольшие выходы получили при экстрагировании бензолом и ацетоном, но цвет смолы темнее, чем при применении этанола. Бензин и петролейный эфир.

Смолистость, выделенные экстракциями, подвергались испытанию на склеивающую способность стекол.

Коэффициент рефракции этих смолыстых колеблется от 1,5126 до 1,5208. Слегка увеличилась способность выжимать, лишь незначительно уступает таковой у чистой живичной, полученной из живичных растущих пихты. Нерастекшим смолыстым, выделенным экстракциями, при применении их для склеивания стекол известны следующие свойства: незначительный оттенок в окраске стекла.

Смолистые, извлекаемые из пихтовой коры различными растворителями, при выделении дают прозрачную, эластичную, довольно твердую пленку, что дает основание считать их пригодными для производства лаков.

Извлечение смолыстых из коры пихты различными растворителями шло по положительным результатам не даю, т. е. совместно со смолистыми выделяется большое количество различных экстрактивных веществ, находящихся в коре пихты, и тем самым обесцениваются

смолистые, полученные этим способом, выходы из смолыстого экстракта не приносили.

После отгонки эфирного масла, паром из коры пихты полученный в каждой капле экстракт подвергается в воде исследованию или выпариванию в водной ванне.

Результат анализа получен следующий (в гр. на литр):

Нерастворим. вещ.	Растворим. вещ.	Нетанинов	Танинов
-------------------	-----------------	-----------	---------

4,71 28,27 16,85 11,42

В пересчете на кору с 13 проц. влаги выход танинов 6,28 проц., нетанинов — 9,27 проц.

Анализ показывает, что хотя и обнаруживается экстракт, полученный из коры пихты, ниже, чем из коры ели, тем не менее при концентрировании экстракта коры пихты будет, очевидно, экономически выгодно использовать кору пихты для получения душистых.

Данная работа является предварительной и не претендует на полную освещенность упомянутого вопроса. Тем не менее, на основе полученных материалов возможно сделать ряд выводов:

1. Кора пихты, как содержащая значительное количество высококачественной живичной, заслуживает повышенного внимания.

2. Извлечение из коры пихты живичной или отдельно ее составляющие части — эфирное масло и смолистые вещества, целесообразно полностью извлекать в форме экстракта.

3. Извлечение живичной из коры пихты возможно несколькими способами:

а) механически выдавливанием,
б) экстрагированием растворителями.

В первом случае получают полноценную живичную, во втором — смолыстые, которые найдут применение в лакокрасочной и других отраслях промышленности.

4. Паром из коры пихты возможно отгонять эфирное масло, которое хотя и беднее борнито-ацетатом, но сравнительно с пихтовым маслом, тем не менее содержание б/ацетата и борнеола значительно и масло может быть использовано в промышленности синтетической каучука.

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЫХОДОВ И КАЧЕСТВА КЕДРОВОГО ЭФИРНОГО МАСЛА ИЗ ХВОИ КЕДРОВОЙ ЛАПКИ.

С. И. Римлянина

В ЗАПАДНО-СИБИРСКОМ КРАЕ производство хвойных эфирных масел до сего времени ограничивалось лишь выработкой из пихтовой лапки пихтового масла, производящегося некоторыми, в связи со значительными на него спросом, за последнее время быстро развиваемыми.

Продукты же прочих эфирных масел хвойных пород не входят еще своего широкого развития: в небольшом количестве добываются основное масло из лавки сосны и совершенно не было достаточно выработке эфирного масла кипариса.

Принимая во внимание наличие в Западно-Сибирском крае громадных массивов леса и лесостепи и учитывая возможность широкого применения кедрового масла в парфюмерной промышленности, Западно-Сибирской кедровой химической лабораторией была проведена работа по исследованию выходов и качества кедрового эфирного масла из лавки кедровой лавки.

Для работы была взята кедровая лавка сборов двух сезонов: летнего и зимнего. Лавка была получена из Тайпинского района Западной Сибирки.

Вспомогательная лавка подвергнута обработке паром, обильным отбором, отгонки масла из лавки.

Отгонка масла производилась в вакуумном лабораторном масштабе (в парильном кубе емкостью 4 куб. кедровой лавки).

В результате отгонки кедрового масла зимнего сбора паром в кубе — выход масла в исходной лавке составил 0,95 проц.

Повторно исследовании выхода кедрового масла из лавки зимнего сбора, проведена работа по исследованию выхода масла из кедровой лавки летнего сбора.

Для этого были поставлены опыты в условиях, аналогичных вышеуказанным, из лавки того же места сбора, собранной в августе. При этом отгонка масла производилась из лавки кедровой и кедровой, разрезом в 10 м/м.

Результаты выходов кедрового масла при этом получены следующие:

№ п/п	Наименование	Масла к исходной лавке в проц.	Масла к абсолютно сухой лавке в проц.
1	Лавка кедровая	1,46	2,56
2	Лавка кедровая	1,88	3,44

Из таблицы видно, что масло, полученное из лавки зимнего сбора, дает значительно больше выход, чем лавка летнего сбора, на 35 проц. Кроме того, лавка, обработанная паром по сравнению с кедровой увеличением выхода на 33 проц. по отношению к количеству масла в кедровой лавке.

Подобное же кедровое масло в результате производства физико-химического исследования дает следующие качественные константы:

№ по порядку	Время сбора лавки	Уд. вес	Коефф. рефрак.	Эфирное число до ацетиляции	Эфирное число после ацетиляции	Примечание
1	Март (зимняя лавка)	0,8661	1,4747	7,77	11,22	Масло, по виду своему, бесцветная прозрачная жидкость
2	Август (летняя лавка)	0,8600	1,4860	9,94	19,26	
3	Август (летняя лавка)	0,8675	1,4725	9,80	20,05	

По константам кедровое масло близко подходит к основному, константы для которого выражены следующими величинами: удельный вес 0,85—0,886, плотность парализации $+7^{\circ}+1^{\circ}$, коэффициент преломления 1,474—1,480, эфирное число до ацетиляции 3—16, эфирное число после ацетиляции 14—26.

Соответственно полученным константам кедрового масла, исследованного нами, приведем константы для кедрового масла, данные проф. Рутковским:

Выход в проц. $\frac{\text{хвой}}{\text{ветки}} = 0,48-1,49$
Удельный вес 0,862—0,888
Плотность парализ. $11^{\circ}+22^{\circ}$

Коеэффициент преломления 1,475—1,478
Эфирное число до ацетиляции 3,7—11,2
Эфирное число после ацетиляции 13,1.

На основании полученных данных можно сделать заключение, что кедровое масло по своему качеству, как близко стоящее к основному маслу, может быть применено для тех же целей, что и основное — в парфюмерии.

К ОРГАНИЗАЦИИ ПРОИЗВОДСТВА ГУММИ ИЗ ЛИСТВЕННИЧНЫХ ОПИЛОК

А. П. Петтергов, Н. Н. Сусликова

ДРЕВЕСИНА хвойной лесостепи, в отличие от других хвойных, содержит в среднем 13—15 проц. от своего веса гумми — кедровое вещество, состоящее в основном из арабобальзамита.



Изучением лиственничного гумми в Западной Сибири занимался

проф. Шаров, но это труды использовать не представляется возможным. В Москве, в Центральном научно-исследовательском лесохозяйственном институте вопросами изучения лесовенечного гумми задниматся проф. Дербов с сотрудниками.

Их работа опубликована в вып. II трудов ЦНИЛХИ за 1933 год. Они занимались исключительно изучением содержания гумми и смол в древесине листовенницы, причем об этом изучении была листовенница Северного и Восточно-сибирского края.

Они нашли среднее содержание гумми равным 14—15 проц. от веса древесины. Качество лесовенничного гумми испытано еще при работах Шарова. Были получены вполне благоприятные отзывы от текстильной и пищевой промышленности, с указанием, что гумми листовенницы может заменить импортный гуммиарабик.

Наши испытания на качество смолосодержания также показали высокое качество гумми, полученного из листовенницы.

Учитывая большое содержание высококачественного гумми в листовеннице и острый дефицит в СССР в некоторых веществах растительного происхождения, а также необходимость пользоваться импортным гуммиарабиком, который импортируется в СССР в последние годы (по данным Дербова) до 400 т. в год на сумму около 350 т. руб. золота, мы считаем, что необходимо форсировать вопрос организации производства гумми в заводских условиях.

Сырьевой базой для производства гумми могут быть отходы от распила листовенницы на лесопильных заводах и, в первую очередь, листовенничные опилки. В Западно-Сибирском крае распиловка листовенницы производится только на Мариинском лесопильном заводе. В 1934 году завод распилит более 30.000 куб. м. листовенницы. Отход опилок определяется в 12—18 проц. от объема древесины. Общий отход при распиловке на брус до 30 проц., при распиловке на раскаты 20—24 проц.

Если взять точным сырьем для производства лесовенничного гумми лишь опилки, то, при среднем выходе их в 15 проц., в течение 1934 года на заводе будет получено 4.500 куб. м. опилок, считая на плотную массу древесины. Или, приняв удельный вес воздушно-сухой листовенницы (по Филипову) равным 0,6, будет получено 2.700 тонн лесовенничных опилок, содержащих до 400 тонн лесовенничного гумми, т. е. количество, равное количеству импортного гуммиарабика в СССР.

На лесопильных заводах Восточно-сибирского края также ведется распиловка листовенницы и, надо полагать, в размерах значительно больших, чем в Западной Сибири, так как Восточно-сибирский край особенно богат листовенницей. Это приводит к заключению, что листовенничных опилок, получаемых ежегодно на лесопильных заводах Омбрии, вполне достаточно для производства такого количества гумми, которое полностью удовлетворило бы потребность СССР и даже было бы возможно часть гумми экспортировать за границу.

В данное время опилки и заготовленные в них ценный материал бесценно копилки.

Применяя хорошие опилки в качестве сырья для производства, отпадает потребность в процессе прогонки древесины для экстракции гумми, что значительно снижает на снижении как заготовленного гумми, так и себестоимости гумми.

Исходя из выказанных выше положений, мы поставили перед собой задачу разработать технологический процесс производства гумми из лесовенничных опилок. Для этой цели в заводском был поставлен ряд опытов. Для опытов мы пользовались опилками, полученными с Мариинского лесопильного завода. Опилки имели влажность 34,6 проц., гумми 13,3 проц., смолосодержания 2,8 проц.

Прежде всего мы установили оптимальную температуру экстракции гумми из опилок и время, необходимое для экстракции. Экстракцию мы проводили водой, причем во всех опытах количество воды для экстракции мы брали по весу в 4 раза больше веса опилок. После окончания процесса экстракции, экстракт отфильтровывался, а опилки промывались определенным объемом чистой воды. Затем отделили в экстракте и промывных водах определенное содержание гумми.

Результаты опытов сведены в табл. № 1.

Таблица № 1

№ опыта	Температура экстрагирования	Предельная экстракционная выдержка	Выход гумми в %/о к весу исходных опилок		
			Из экстракта	Из промыв. вод	Общий выход
1	100°С	1,5 ч.	9,0	3,5	12,5
2	80°С	"	8,0	3,8	11,8
3	60°С	"	8,6	3,3	11,9
4	100°С	2 час.	9,0	3,9	12,9
5	80°С	"	8,6	3,8	12,4
6	60°С	"	9,8	2,7	12,5
7	80°С	2,5 ч.	9,3	3,5	12,8
8	60°С	"	9,1	3,8	12,9
9	40°С	"	10,3	2,8	13,0
10	30°С	"	9,62	2,24	11,8

Сравнение между количеством гумми, полученным из экстракта и промывных вод, не имеет закономерности по той причине, что отжим экстракта из опилок при фильтрации производится вручную, а следовательно, о неопределенным участием в различных опытах. Выводов возможно сделать лишь на основе общего выхода гумми.

Эти выводы таковы:

Лучшее извлечение гумми идет при температуре кипения воды, но в практике заводского производства, соответственно установленная

лапильность, процесс, возможно вести экстракцию в интервале температур 100°—40°, подчас даже удовлетворительные выходы гумми.

Во всех опытах мы брали соотношение опилок к воде по весу как 1:4. Минимально допустимое соотношение 1:3, ниже этого перека вся выливаемая вода удерживается опилками и может быть отделена лишь при давлении.

Высокое содержание гумми в промывных водах приводит к загромождению о необходимости проектирования извлечения гумми по принципу противоток, с тем, чтобы наиболее отработанные опилки обрабатывались чистой водой с целью их промывки и до извлечения оставшегося гумми.

Для установления предельной концентрации раствора гумми, при какой идет еще удовлетворительное извлечение гумми из опилок, нами был проведен ряд опытов, в которых мы заливали свежие опилки раствором гумми все возрастающей концентрации и веся извлекаемые экстракты растворяли при 60° в продолжение 2,5 часов.

Зная количество гумми, введенного в раствор, и количество гумми, полученного после опыта, мы по разности определили степень извлечения гумми. Таким путем мы нашли, что хорошее извлечение гумми из опилок идет раствором с концентрацией гумми до 30 проц. Далее был проведен в лабораторных условиях обширный способ экстракции, причем результаты получены вполне удовлетворительные — извлечено 94 проц. гумми, содержащегося в опилках.

Кроме перечисленных опытов, проведен ряд определенных, предельных для процесса проектирования работ, а именно:

1. Вязкость отработанных опилок, предварительно отбросившихся сито, равна равной 77 проц.
2. Предельная концентрация раствора гумми, при которой термически течет при 100° равна 66,6 проц.
3. Объемный вес различных опилок найден равным 0,32.
4. Определено влияние различных методов на цвет гумми, полученного при выпаривании раствора в сосудах из этих металлов, причем найден, что железо дает темную окраску гумми, медь также значительно влияет на изменение гумми. Олово и алюминий дают вполне удовлетворительные результаты, цвет гумми получается такой же, как и при выварке в фарфоровой чашке.

Полученный из лабораторных опытов гумми имеет светло-коричневый цвет и для большинства видов применения его в промышленности осветления не нуждается.

Исходя из наших лабораторных опытов, технологию производства гумми в основном можно свести к следующему:

Использованные опилки, поставленные через бункер или каким-либо иным путем в экстрактор, подвергается в последних обработке под давлением воды. Процесс экстрагирования должен строиться по прин-

ципу противоток, т. е. подается по 100° вода должна поступать в экстрактор с наиболее отработанными опилками и через их промывки. В этого экстрактора промывная вода подается в следующие экстрактор с менее отработанными опилками и т. д. Наконец, в экстрактор со свежими опилками поступает наиболее концентрированный экстракт, который, пройдя через свежие опилки, дополнительно обогащается гумми.

Количество экстрактов целесообразно ставить возможно большее, порядка 8—12 штук, если будет достигнуто более полное извлечение гумми и тем самым экстракта с большей концентрацией, чем при малом количестве экстрактов.

Экстракты могут быть отделаны из лиственных пород путем дробесной формы. Так как извлечение гумми идет хорошо в довольно больших пределах температуры (100—40°), то нет необходимости экстракт, в процессе работы, подвергать подогреву и возможно ограничиться лишь подогревом воды, идущей на экстракцию, примерно до 95°—100°.

Готовый экстракт со свежих опилок, пропущенный через фильтр для удаления вышесказанных частиц, через особые сортики, поступает на выпарку. Выпарку лучше вести в два приема. Вначале, в первый выпарном часу доводить концентрированный экстракт до 50—55 проц. гумми, затем довести и сушку гумми проводить в плоском металлическом сосуде с вращающейся стороны движком или амальгированном и обогреть паром через паровую рубашку.

С сушкой гумми будет получаться в форме порошка, много обесцвечивается, поэтому целесообразно гумми после сушки подвергнуть дроблению на вышках и в размолок под прессом для укрупнения готового продукта.

Наши опыты приводят к убеждению, что хорошего цвета гумми может быть получен без вакуум-выпарки, необходимо лишь строгий контроль, где возможно, избегать применения металла в оборудовании. И тем, где возможно применение его, — ставить металл или луженый или эмалированный.

В основном оборудование должно быть сделано из дерева. Не имея возможности останавливаться на подробных расчетах оборудования и его конструкции, мы считаем необходимым привалять готовые результаты техно-экономического обоснования строительства опытного завода лиственного гумми, намеченного к построению на территории при Маринском лесопильном заводе.

Мы запроектировали мощность опытного завода в 120 т. опилок в месяц. Выход гумми, исходя из выкладки, в заводских условиях принят равным 8,33 проц. от веса опилок, т. е. в месяц предполагается выпустить 10 т. гумми.

Ветши, в две смены, необходимо переработать 4,8 т. или 14,4 куб. метров опилок и получить 400 кг. гумми.

экстракторов наменем 8. Полезная емкость каждого экстрактора 0,9 куб. м, общая емкость 1,5 куб. м.

Длительность экстрагирования с загрузкой и выгрузкой принимаем равной восьми часам.

Количество получаемого экстракта принимаем в 16—17 проц., следовательно, общее количество экстракта выразится в 2,4 куб. м. и в нем будет 0,4 т. гумми и 2 т. воды.

При превращении выпарке в деревянном чану наемем утара-вание до концентрации гумми в 50 проц., т. е. две трети экстракта выпаривается и остается 0,8 т. При этих условиях необходимо выпарить воды 1,6 куб. м. в 16 часов, или 100 л. в час.

При омытельном выпаривании и сушке в металлическом плас-ком котле мы должны довыпарить оставшиеся 400 литр. воды в 14 ча-сов или в час 28,5 л. Заемление выпарки в посещенной отаплива-ет большое значение на цвет гумми.

Чем медленнее идет выпарка, тем светлее получаемое гумми.

Расход воды. Расход воды на производство складывается из воды, содержащейся в экстракте—2 куб. м, и 12 куб. м. воды, утешенной отработанными опилками, в силу повышения их влажности с 30 до 80 проц.

Общий расход воды на производство в сутки выразится в 14 куб. м.

Расход пара на производство складывается:

А. Расход пара для подогрева 14 куб. м. воды с 10 до 100° С, т. е. на 90 град. $14 \cdot 0,00 \times 90 = 1.260.000$ кал.

Потери через теплопередачу принимаем в 10 проц.

Общий расход топлива на подогрев воды будет равен $1.260.000 + 126.000 = 1.386.000$ кал.

В. Для испарения 2 куб. м. воды из экстракта с учетом потерь по-требуется — 1.283.500 кал.

Общий расход топлива: $1.386.000 + 1.283.500 = 2.669.500$ кал., или, округлив, 2.670.000 кал.

Принимаем давление пара в паровом котле 4,5 атм. и температуру пара, поступающего в змеевик выпарных чанов, в 143°, который ки-лограмм пара отдает $43 + 537 = 580$ кал.

Отожда общая потребность пара: $2.670.000 : 580 = 4.600$ кил., а в час 288 кил.

При сжиге пара в час 18 кил. с кв. метра поверхности нагрева парового котла, необходим паровой котел с поверхностью нагрева 16 м².

Расход топлива. Считая паропроизводительную способ-ность отапливаемых равной 2 кил. пара, потребность топлива будет 2300 кил. или 7 куб. м. в сутки.

Расход электрической энергии на моторы для центробежных насосов, артезио и электровысосов составит в сутки 45 кил.

Общая потребность в рабочей силе (суканские и рабочие) при-званы в 17 человек.
Предварительная калькуляция себестоимости дистиллированного гу-ми из Мариинского опытного завода:

НАИМЕНОВАНИЕ РАСХОДОВ	Расход месячные на 10 т. гумми		
	Количество	Цена	Сумма
Дистиллированные опилки	120 т.	15,00	1.800
Топливо (отходы)	175 куб. м.	5,00	875
Электро-энергия квч	1250	0,25	312,50
Зарплата производств, рабочих и служащих	425 тр/д	5,88	2.500
Начисления на зарплату	330%	—	875
ИТОГО	—	—	6.362—50
Цеховые и общезаводск. расходы	60%	—	3.817—50
ВСЕГО	—	—	10.180—00

Себестоимость тонны гумми 1018 руб.

Относительная стоимость гумми около 1000 руб. золотом.

Следовательно, дистиллированный гумми будет получаться даже в ус-ловиях опытного производства, стоимостью близкой к стоимости гум-ми, полученного из золотой валюты. Отожда цена вся экономическая целесо-образность организации предприятия дистиллированного гумми.

Размер капиталовложений, без учета стоимости строений, выра-жается в 40.000 рублей.

Приведенные краткие расчеты со всей наглядностью показывают целесообразность организации производства дистиллированного гумми и чем скорее это производство будет организовано, тем скорее СССР ос-вободится от иностранной зависимости в отношении каучука и бу-дут обеспечены многие сотни тысяч рублей валюты, а в дальнейшем итается возможность аккордировать гумми заграницу.

Протокол оборудования и технологического процесса в значи-тельной степени должны повлиять на скорость отработки и ос-воения данного производства.

ПОЛУЧЕНИЕ ВОЛОКНИСТОГО МАТЕРИАЛА ИЗ ХВОИ СОСНЫ

Е. М. Аудинская

ПОСТАНОВКА работы по получению волокна из хвои сосны была выдана следующим образом:

С другой стороны, большое количество жировых веществ в жидких масловых дезодораторах вызывает проблему использования этого вида отходов, при чем наиболее рациональным путем утилизации было бы использовать сочетание производства эфирного масла с получением водорастворимой эфирной хвое.

1) Задаток разбит на две части:

ТОСИТКА ИСЧЕДОУВАНИХ, И

2) Выработка режима работы с учетом расхода химических, топлива, выхода и качества получаемого водорода.

дел анализа свежей крови, давший следующие результаты:

Вещество, называемых эфиром	5,34—5,77 проц.
Пентозан	5,33
Безазольной клетчатки	42,72
Лигнина	20,34
Углеводов по глюкозе	11,93
По крахмалу	10,73
Эфирных масел в измельченной хвое	0,89
В пентаэтанольной хвое	0,21
Золь	1,58
Коллоидная влажность свежей хвои	от 12,5% до 15,5%

свежих хвои, от 12,87% до 53,3 проц.

Принимая во внимание, что отхолом лесозаготовок является лад-
ка, а ще отведенные от ветвей хвой, долнительно было определено:

Количество веществ, извлекаемых эфиром из ланки	6,9-7,66 проц.
Эфирных масел в измеренной ланке	0,13
Количество веществ, извлекаемых эфиром из ветвей	0,31
	14,5-16,68

Примерно, те же цифры для веществ, извлекаемых эфиром, получают путем математического расчета, исходя из того, что отношение хвост к ветвям в сосновой смоле, в среднем, составляет 83,31 : 16,69. Неполное содержание эфирных масел, объясняется, тем, что сосновая смола была очищена от смолы.

Для получения молока из хвоя сосны vybrata варка со щелочью до повышенного давления из тех соображений, что омытые сосны, находящиеся в хвое, настилаясь в отработанных щелочах, могут быть использованы в ил путем их выделения в свободном виде, или в виде кальциевого мыла.

Первые опытные работы проводились с растворами соды в трех и пятипроцентной концентрации при трех атмосферных давлении, про-

140

должительностью 8 часов. В результате этих опытов наблюдается самый высокий хвост с выходящим последним в 19,34 проц. при напре-
трехпроцентном растворе и 19,76 проц. в пятипроцентном
растворе.

Считая целесообразным идти по пути дальнейшего увеличения количества верочных пелюгов, в последующих опытах сода была заменена этил-натрием, как более энергично действующей пелюгой, и на патронных верках уже вырабатывалась наиболее благоприятные условия получения волокна.

Всего проведено 16 варов по разным вариантам с изменением концентрации шлема от 1,5 до 6 проц. и давности от 3 до 6,5 атмосфер. Все проведенные варов были продолжительностью 8 часов. Попытки сжигания в разные варов ввели за собой значительное ухудшение результатов опыта.

В целях сохранения длины волокон, во всех опытах подвергалась свежам отщепления от ветвей хвоя.

Таблица 1.

№№ варок	Концентра- ция свежих щелоков	% сухой щелоки В свежих щелоках от затружен. хвон			Расход сухой щелоки во вре- мя варки в % от затруж. хвон			% выхода варе- ной хвон от за- тружен.		
		3 атм.	5 атм.	6,5	3 атм. атм.	5 атм.	6,5	3 атм. атм.	5 атм. атм.	6,5
1	30% р-р Na ₂ CO ₃	—	—	—	—	—	—	19,94	—	—
2	50% р-р Na ₂ CO ₃	46,61	—	—	5,18	—	—	19,76	—	—
3-7	1,50% р-р NaOH	26,5	26,18	27,5	3,58	4,5	7	20,0	19,21	16,
8-9	2,0 р-р	—	35,82	—	—	6,61	—	—	22,2	—
10-14	3,0	50,75	49,98	—	6,35	6,64	—	23,2	18,18	—
15-16	5,0	93,33	—	—	7,3	—	—	20,24	—	—
17-18	6,0	102,23	—	—	11,33	—	—	19,49	—	—

Из таблесты видно, что увеличение давления при постоянной концентрации паров и, наоборот, повышение концентрации паровой жидкости при постоянном давлении вызывают увеличение расхода воды и снижение процента выхода водорода. Обозначив это тем, что так увеличилось давление, так и повышение концентрации паров во время варки вызывают более полное освобождение целлюлозы от иримеров, что оказывает влияние на выход водорода в сторону его снижения.

Главным действующим фактором при разрыве жидкой пленки является повышение которого аналогичного фактора составляет шаг резонанса, позволяющий увеличить концентрацию одного из реагентов.

В виду неоднородности исследуемого материала и недостаточности экспериментальных данных, дать твердые цифры по расходу едкого натра и выходу волокна не представляется возможным, но, очевидно, эти показатели в значительной мере будут зависеть от режима сбора основной дачки.

На основании проведенных опытов были выбраны два варианта варок:

- 1) в 1,5 проц. растворе NaOH при 6,5 атм.
- 2) в 2,0 " " " при 5,0 " "

Варки по обоим вариантам дают, примерно, одинаковые результаты по провару хвой и расходу NaOH и значительно лучшие по сравнению с остальными опытами.

Микроскопический контроль варок по реакции окрашивания с хлор-цинк-кодом и фтороргидрином дает самые хорошие результаты в смысле чистоты целлюлозы для варки хвой в трехпроцентном растворе NaOH при 5 атм., но в виду того, что в результате этого опыта цвет расщепления хвой на мелкие волокна, эти условия пришлось оставить и остановиться на вышеуказанных типах варок, как лучших и по микроскопическому выходу удовлетворительную картину.

В результате опытов, в выбранных выше условиях, хвой расщепляется на отдельные нити светло-поясочного цвета, соответствующие длине вязкой для варки хвой.

Полученное волокно обладает некоторой способностью к свайчиванию, чему в значительной мере способствуют сопровождающие нити элементарные волокна, напоминающие пух.

Волокна хвой жестковаты на ощупь и для дальнейшей их обработки требуется соответствующее замачивание.

Отсутствие необходимых испытательных приборов мешает возможности дать характеристику механических свойств полученного волокна.

Дополнительно к первой серии опытов были проведены варки с основной дачкой в принятых выше условиях.

Таблица № 2.

№№ варок	Режим варки	% сухой щепы в светлой щепе жик щепы как от загрузки	Расход сухой щепы во время варки от загрузки хвой	% выхода отваренной хвой от загрузки
1	В 1,5 проц. растворе NaOH при 6,5 атм.	27,42	6,6%	14,0
2	В 2,0 проц. растворе NaOH при 5,0 атм. . .	36,0	6,0	15,4

В результате проведенных опытов, хвой вполне проваривается, ветки же в этих условиях совершенно не подвергались намерению. В виду того, что во время варки немаловажные ветки отщипываются от хвой, которые легко рвутся при отделении от ветвей, нельзя считать приемлемым получение волокна путем варки целковой основной дачки.

С целью полного использования сырья были оставлены опыты получения волокна из хвой, освобожденной от ефидриных масел.

После отгонки масла хвой подвергалась анализу, который дал следующие результаты:

Вещества, извлекаемых эфиром	6,76 проц.
Безолиной клетчатки	50,40
длинна	22,21
Пентозан	6,63
Золь	1,37

После обработки паром хвой теряет в весе 30—50 проц., давая 35—45 проц. Эта потеря, главным образом, падает на снижение влажности; хвой, вытрав со щелочи, содержащая от 35 до 53,3 проц. влаги, после обработки паром 8—10 проц., и, частично, потери веса идет за счет извлечения красящих и дубильных веществ и ефидриных масел. Обезмаселенная хвой подвергается варке в установленных выше условиях.

Таблица № 3.

№№ варок	Режим варки	% сухой щепы в светлой щепе жик щепы как от загрузки хвой	Расход сухой щепы во время варки от загрузки хвой в проц.	% выхода отваренной хвой от загрузки
1—2	В 1,5 проц. растворе NaOH при 6,5 атм.	37,5—50,9	6,3—8,5	34,7—31,8
3	В 2,0 проц. растворе NaOH при 5,0 атм. . .	62,4	10,4	32,0

Из таблицы видно, что варка «обогащенной хвой» значительно больше вынуждает расход волокна с 16 проц. до 34,7 проц. при варке в 1,5-процентном растворе NaOH и давлении в 6,5 атм. и с 22,82 до 32 процентов при двухпроцентном растворе NaOH и 5 атм. давления. В первом случае заметен даже некоторый перевар хвой, что дает возможность несколько снизить режим варки.

С другой стороны, исключение обезмаселенной хвой мешает то преимущество, что не требуется предварительного отделения хвой от ветвей для варки на волокно.

При отгонке эфидриных масел из дачки хвой отделяется от ветвей и в дальнейшем легко может быть отсепта от ветвей и пущена на варку.

Возможно, полученное в последних опытах, значительно светлее, нежели при варке со свежей хвоей.

Объемная и отработанная в 1,5-процентном растворе NaOH и 6,5 атм. давления хвой анализировалась:

Вещества, извлекаемых эфиром	5,45 проц.
Безводной клетчатки	83,93
Лигнина	слезы
Золь	2,25

При пересчете из свежую хвою, в отработанном волокне остается 1 проц. смолистых, а остальные 2,75—3,06 проц. подвергнутся окислению. Водило, по данным анализа, содержит 84 проц. клетчатки, но при пересчете на свежую хвою процент клетчатки несколько снижается, что объясняется частичным разложением последней щелочью при повышенном давлении.

Проме опытов по получению волокна из хвои была проведена варка для получения бумажной массы в трехпроцентном растворе NaOH при 6,5 атм. давления в течение 8 часов.

Расход щелочи выразился в 6,5 проц. от веса хвои, выход массы 13—14 проц.

Из полученной массы лабораторным путем был сформован образец бумаги, качество которой говорит о полной пригодности хвои, как сырья в бумажном производстве.

Вопрос о напругании использования основной хвои может быть разрешен путем увязки результатов исследований с технико-экономическими показателями.

ЧАСТЬ ТРЕТЬЯ

ФЭИРНЫЕ МАСЛА ИЗ ЭФИРОНОВ ЗАПАДНОЙ СИБИРИ

М. М. Корсаков

ПРОИЗВОДСТВО эфирных масел, полученных из парфюмерной и мыловаренной промышленности, стало развиваться в СССР всего несколько лет тому назад. В довоенные годы эфирные масла импортировались в очень большом количестве.

Успешнее бороться импорт масел до минимума, заставить заинтересованные организации искать выходы путем культуры эфирных масел, а также и выявления резервистов.

В Сиббири до 1927 года эти вопросы не занимались ни одна организация. Единственный крупный сибирский мыловаренный завод, находившийся в Новосибирске, работал почти исключительно на импортных маслах, употреблял самое минимальное количество отечественных.

С 1927 г. картина резко меняется: увеличивается импорт, увеличивается употребление отечественных масел. Для характеристики можно привести цифровые данные (табл. 1):

Масла	1927 г.		1928 г.		1929 г.		1930 г.		1933 г.	
	в кг	в %	в кг	в %	в кг	в %	в кг	в %	в кг	в %
Импортные.	2782	83,61	3850	64,38	1575	20,42	3557	30,03	0,5	0,02
Отеч-ств.	535	16,39	2130	35,62	6137	79,58	8288	69,97	2091,5	99,98
Годов. по- требность	3267	—	5980	—	7712	—	11845	—	2092	—

В 1927 г. мыловаренным заводом Сибирского, совместно с Томским государственным университетом, было положено начало исследованиям импортируемых эфирных масел путем экспертизы. В результате работы 1927 и 1928 гг. были реконструированы хла- рекетер, а в 1929 и 1930 г. они были реконструированы типа. По- средством получить наибольшее количество масла для мыловарения. По- лучение же эфирных масел для лабораторного исследования было поручено сотруднику, прикомандированному к экспедиции Сибирского научно-исследовательского химико-фармацевтического института. Получены образцы масел из *Ziziphora clinopodioides*, *Thymus Serpyllum* (боярышник), *Nerata lavandulae* (розмарин) и *Artemisia Sacroclum* (свечная полынь).

В 1931 году работа по выявлению импортируемых эфирных масел успешно развивается, но уже не мыловаренным, который окончатель- но прекратил ее, а сибирским отделением Московского филиала. Помещение в данной ста- не исследования не было, проводились исследования частично в Сибирском НИИХИ, частично в Запад- ной Сибирской краевой междоуниверситетской колледжской лаборатории.

научно-исследовательского института ОНТИ при Сибирском филиале химфарминститута и Академией наук СССР, по заданию Ленинградского научно-исследовательского института ОНТИ.

В 1931 году Академией наук обследован район южного Алтая¹, а (Юго-Восточная) Хакасия и Эвбоиалье.

В течение последних двух экспедиций входило не только выявление мест произрастания эфирносов, а также и получение, из таинное предельных по запаху эфирных, эфирного масла в количестве, достаточном для детального исследования его состава.

С этой целью экспедиции были снабжены передвижными аппаратами перегонной емкости, а для предварительного определения выходов масла экспедиции имели аппараты лабораторного типа.

Результаты, полученные при пробных перегонках, помещаем в таблице № 2.

Таблица № 3 дает сводный материал работы большого дерево-ного аппарата.

Эфирные масла, за немногими исключениями, очень легко отгоняются с паром и хорошо отделяются от конденсата. Так исключение можно отметить следующее:

Масло из *Nereta mastalis* (котовник крупноцветный). Оно при отгонке частично падает на дно аппарата, часть его отгоняется по-верхности конденсата, часть эмульгируется и трудно расслаивается. Масло из *Arthemisia Sieversiana* при отгонке выделяется твердый продукт, заключает в себя холодный. Чувствительность к холоду-ника, отгонка ведется без охлаждения.

Масло из *Coluria geoides* (гвоздичный корень) выделяется из корня растения после предварительной ферментации его в воде при температуре 20—30°C в течение 20—24 часов.

Замерзало было поджигание выходов масла при больших нагрузках. Присохшего это, как после было установлено, вследствие растеорности масла в конденсате.

Привезенные образцы для оценки их пригодности для мыловаренной и парфюмерной промышленности были отправлены на дегустацию в Москву. Парфюмерами Миннегер, А. П. и Тосольсоном были отобраны, как вполне пригодные для промышленности, следующие масла:

1. *Nereta lavandiflora* (котовник душистый).
2. *Arthemisia Sieversiana* (полынь Сиверса).
3. *Arthemisia filius* (полынь серая).
4. *Nereta mastalis* (котовник крупноцветный).
5. *Dracoscladum repens* (зверобойник).
6. *Coluria geoides* (гвоздичный корень).
7. *Ziziphora clinodoloides*.

¹ Материалы опубликованы Академией наук СССР в книге, Душинские растения Алтая и их эфирные масла, Прохорова и Лебедев.

² Работы по перегонке масел и составление сводных таблиц выделений лабораторией Ключевой-Кузиковой, Е. Г.

Таблица № 2.

Число, месяц, год	Длительность отгонки в часах	Вес загрузки в гр	Количество воды в см³	Выход в см³	Выход в гр	Выход в %
14 июля 1931 г.	2 час.	200	550	—	0,67	0,34
2 июля 1931 г.	1 час.	180	520	—	0,3	0,17
312 июля 1931 г.	1,75 } 1,75 }	42	2000	—	3,55	0,77
4 июля 1931 г.	1	153	400	—	Следы масла	
513 июля 1931 г.	0,5	143	800	—	Масла не отделят.	
625 июля 1931 г.	2	320	800	—	2,59	0,93
727 июля 1931 г.	2,2	109	510	0,6	0,51	0,46
817 июля 1931 г.	3	160	600	1,0	0,88	0,55
918 июля 1931 г.	2,5	118	1000	1,1	0,95	0,80
103 июля 1931 г.	1	100	320	0,15	0,08	0,08
113 июля 1931 г.	2	100	600	—	0,12	0,12
1210 июля 1931 г.	1,5	325	550	—	0,03	0,01
13						
1414 июля 1931 г.	2	380	540	—	0,16	0,04
156 август. 1931 г.	1,5	450	460	—	0,8	0,017
1627 август. 1931 г.	1,5	200	400	—	0,3	0,15
1721 июля 1931 г.	2	200	600	1,1	0,92	0,46
186 июля 1931 г.	1,6	212	550	—	0,09	0,45
1920 июля 1931 г.	1,75	207	500	—	0,1	0,032
2011 июля 1931 г.	2,5	424	600	—	3,15	0,74
2114 июля 1931 г.	2,5	224	500	—	3,48	1,55
229 август. 1931 г.	3 ч.	388	760	0,35	1,33	0,34
2326 июля 1931 г.	4 ч.	88	520	0,35	0,27	0,31
2431 авг. 1931 г.	1,5	224	400	1,1	0,89	0,39
2526 июля 1931 г.	3	416	800	0,6	0,47	0,14
2626 август. 1931 г.	3	360	550	1,2	0,9	0,25
2729 август. 1931 г.	3	305	410	2	1,31	0,43

Число, месяц, год	НАЗВАНИЕ МАСЛА	Место сбора	Время сбора	МАТЕРИАЛ	Период вегетации	В каком виде	Сухой, сухой	Длительн. отгонки в часах	Вес загрузки в гр	Колич. воды в см ³	Выход в см ³	Выход в гр	Выход в %
14 июля 1931 г.	Coluria geoides	Село Бек, южные склоны каменных гор	1 июля 1931 г.	Корни, подержавшиеся ферментации при 20-30° на 20 ч.	После цветения	в измельчен. виде	Сухой	2 час.	200	550	—	0,67	0,34
8, 12 июля 1931 г.	"	"	"	Корни 6/фермент. Корни, подержавшиеся ферментат. при 20-30° на 40 ч.	"	"	"	1 час. 1,75	180	520	—	0,3	0,17
4, 13 июля 1931 г.	"	"	"	Корневые и стар. корни с ферментат. листья и стебли	"	"	"	1	153	400	—	3,55	0,77
6, 25 июля 1931 г.	"	"	"	Корни 6/глави, стар. корни, подержавшиеся ферментации при 20-30° 24 часа.	"	"	"	0,5	143	800	—	следы масла	
7, 27 июля 1931 г.	"	"	"	"	"	"	"	2	320		—	масла не отделят. 2,59	0,93
8, 17 июля 1931 г.	Thymus Serpyllum	Хакасия, дер. Под-сняя	Июль 1929 г.	Цветы, листья и стебли	Цветущий	"	"	2,2	109	510	0,6	0,51	0,46
9, 18 июля 1931 г.	"	Минусинск. р-он, опытное поле	17 июля 1931 г.	Листья, стебли	До цветен.	"	Сухой	3	160	600	1,0	0,88	0,55
10, 3 июля 1931 г.	"	Село Бек	1 июня 1931 г.	Цветы, листья и стебли	Цветущий	"	Сухой	2,5	118	1000	1,1	0,95	0,80
11, 3 июля 1931 г.	Dracosiphium nutans	"	30 июля 1931 г.	Цветы	"	"	"	1	100	320	0,15	0,08	0,08
12, 10 июля 1931 г.	Dracosiphium nutans	"	"	Листья и стебли	"	"	"	2	100	600	0,12	0,12	0,12
13	Dracosiphium perigrinum	Хакасия, Аскызск. р-он, село Суха-ново	8 июля 1931 г.	Листья и стебли	"	"	Измельч. Сырой	1,5	325	350	—	0,03	0,01
14, 14 июля 1931 г.	"	Село Аскыз	13 июля 1931 г.	Цветы, листья и стебли	Концы цветения	"	"	2	380	540	—	0,16	0,04
15, 6 августа 1931 г.	Dracosiphium moldavica (культ. урное)	Минусинский р-он, опытно. поле	5 август. 1931 г.	"	Цветущий	"	Сухой	1,5	450	460	0,8	0,017	
16, 27 августа 1931 г.	Dracosiphium discolor	Аскызск. р-он, с. Колпаково	1 июля 1929 г.	"	"	"	"	1,5	200	400	0,3	0,15	
17, 21 июля 1931 г.	"	Аскызск. р-он, ул. Суханово	11 июля 1931 г.	"	"	"	"	2	200	600	1,1	0,92	0,46
18, 6 июля 1931 г.	Panzeria	Аскызск. р-он, ул. Суханово	1 июля 1931 г.	"	"	"	Измельч. Сырой	1,6	212	550	—	0,09	0,45
19, 20 июля 1931 г.	"	Аскызск. р-он, с. Большие Сыры, с. Аскыз	18 июля 1931 г.	Цветы, листья	"	"	Сырой	1,75	207	500	—	0,1	0,032
20, 11 июля 1931 г.	Nepeta nactantia	"	10 июля 1931 г.	Цветы, листья и стебли	"	"	Полусыр.	2,5	424	600	—	3,15	0,74
21, 14 июля 1931 г.	"	"	11 июля 1931 г.	"	"	"	"	2,5	224	550	—	3,48	1,55
22, 9 августа 1931 г.	"	"	9 август. 1931 г.	"	"	"	Сырой	3 ч.	388	760	0,35	1,33	0,34
23, 26 июля 1931 г.	Nepeta botrioides	Абаканск. р-он, ул. Авр	20 июля 1931 г.	"	"	"	Сухой	ч.	88	520	0,35	0,27	0,31
24, 31 авг. 1931 г.	Nepeta lavandulacea	Хакасия Аскыз	16 август. 1931 г.	"	"	"	"	1,5	224	400	1,1	0,89	0,39
25, 26 июля 1931 г.	Artemisia scoparia	"	24 июля 1931 г.	"	"	"	"	3	415	800	0,6	0,47	0,14
26, 26 августа 1931 г.	Artemisia sacorum	"	26 август. 1931 г.	"	"	"	"	3	360	550	1,2	0,9	0,25
27, 29 августа 1931 г.	Artemisia glauca	"	29 август. 1931 г.	"	"	"	"	3	305	410	2	1,31	0,43

Таблица № 3.

Название эфирного масла	Продолж. перегонки в часах	Вес загрузки в кгр.	К-во конденсата в л.	Выход в гр.	Выход в %	Кол-во переговок
Artemisia scoparia	2 часа	52,5	22,5	51,34	0,10	2
•	3 ч. 30 м	46,3	41,7	58,57	0,13	3
•	3 ч. 15 м	56,86	47,14	116,21	0,20	7
Panceria	2 часа	45,5	23,5	2,46	0,0054	2
•	2 ч. 40 м	33,0	26	3,05	0,009	1
•	2 ч. 35 м	32,300	30	5,42	0,017	2
Nepeta thasanta	2 ч. 40 м	38,91	33,42	121,35	0,31	14
•	3 ч. 10 м	47,0	41,3	129,5	0,27	3
•	2 ч. 15 м	33,5	38,7	100	0,3	3
•	2 ч. 30 м	34,0	27,2	4,95	0,15	5
Dracocephalum pe	2 ч. 35 м	37	30	2,05	0,006	1
•	3 части	33,6	28	следы	следы	1
•	2 ч. 30 м	65,8	30,5	4,28	0,006	2
Artemisia sieversii	3 ч. 5 м	59,8	44,3	86,1	0,14	6
Artemisia sacrorum	3 ч. 5 м	57,8	37	126,6	0,22	5
Artemisia glauca	2 ч. 25 м	56,3	64	190,3	0,34	3
Nepeta lavandula	2 ч. 30 м	36,5	42	210,41	0,57	1
Coluria geoides	3 ч. 30 м	49,4	59	83,86	0,17	2

Таблица № 3.

Название зифирноса и масла	Число, месяц, год переводки	Место сбора	Время сбора	Качество части растения, переводки	Период вегетации	В каком виде загружается	Сухой или сырой	Продолж. переводки в часах	Вес загруз- ки в кг/р.	К-во кон- десата в г	Выход в гр.	% в кондес.	Кол-во се- регонок
Artemisia scoraria	27 июля 1931 г.	Хакасия Аскизск. р.	26 июля 1931 г.	Цветы, листья и стебли	В бутонах	Измельченный на соломорежке	сырой	2 часа	32,5	22,5	51,34	0,10	2
•	19 августа 1931 г.	• с дуга	18 августа	•	Цветущий	•	•	3 ч. 30 м	46,3	41,7	58,57	0,13	3
•	21 августа 1931 г.	• с плоскогор.	20 августа	•	•	•	•	3 ч. 15 м	36,86	47,14	116,21	0,20	7
Рансели	29 июля 1931 г.	Хакасия Аскизск. р. Ул. Суханово	25 июля	•	•	•	•	2 часа	45,5	23,5	2,46	0,0054	2
•	30 июля 1931 г.	•	16 июля	•	•	•	полуух.	2 ч. 40 м	33,0	26	3,05	0,009	1
•	31 августа 1931 г.	•	20-26 июля	•	•	•	звс. сух	2 ч. 35 м	32,300	30	5,42	0,017	2
Нерета шастали	10 августа 1931 г.	Аскизск. р-н Ул. Больш. Сыры	Конец июля	•	•	•	сухой	2 ч. 40 м	38,91	33,42	121,35	0,31	14
•	16 августа 1931 г.	•	•	•	•	•	сырой	3 ч. 10 м	47,0	41,3	129,5	0,27	3
•	3 сентября 1931 г.	•	20 августа	•	Отцвет. часть	•	сухой	2 ч. 15 м	33,5	38,7	100	0,3	3
Диасоcephalum perglutium	3 августа 1931 г.	•	10-20 июля	•	Цветущ. (не вес)	•	сухой	2 ч. 30 м	34,0	27,2	4,93	0,15	5
•	7 августа 1931 г.	Аскиз	17-19 июля	•	Малочет.	•	•	2 ч. 35 м	37	30	2,05	0,006	1
•	1 сентября 1931 г.	• Суханово	20-25 июля	•	Отцветающ.	•	•	3 часа	33,6	28	следы следы	•	1
•	6 августа 1931 г.	Аскиз	5 августа	•	Цветущ.	•	сырой	2 ч. 30 м	65,8	30,5	4,38	0,006	2
Artemisia slevetsiana	18 августа 1931 г.	Аскизск. р-н	Сред. августа	•	Цветущ.	•	•	3 ч. 5 м	59,8	44,3	86,1	0,14	6
Artemisia sacorum	27 августа 1931 г.	•	26 августа	•	•	•	•	3 ч. 5 м	57,8	37	126,6	0,22	5
Artemisia glauca	30 августа 1931 г.	•	29 августа	•	•	•	•	2 ч. 25 м	56,3	64	190,3	0,34	3
Nepeta lavandulacea	2 сентября 1931 г.	Больш. Сыры	16 августа	•	•	•	сухой	2 ч. 30 м	36,5	42	210,41	0,57	1
Celtis geoides	7 сентября 1931 г.	Бейский р-н	15 августа	Корни и корневнище	После цвете- ния	Изм. в соломор. и подвергался фер- ментат. на 20 ч. при темпл. 20-37°	сухой	3 ч. 30 м	49,4	59	83,86	0,17	2

Перечисленные масла исследовались в институте ОМН в Москве, и извлечением масла из *Atthemisia glandica* и *Ziziphora clinoporioides* не опубликованы. Особенно внимательное изучение этого эфирного корня, по своему химическому составу вполне различное импортному.

Высечение эфирного корня в культуру освобождает от импорта эфирного масла. Опыт в этом направлении ведется Московским институтом ОМН с 1932 года.

Ниже приводим результаты исследования проводимых нами, доктором эфирных масел.

Масло из *Atthemisia*. Эфирного масла лавной пыли имелось три а *Saccharum* (по-образца; алтайское, хакасское и забайкальское, ныне свята или Образец алтайского масла доставлен "экспедицией камфары" в 1930 году и имел состав: пыль:

Таблица № 4.

Уд. вес	Брау-пте	Коэффи-циент пре-лом	Кислот. число	Эфирное число	Эфирн. по-сле ацети-лир	Кетонс с гидроксид-ами.	Фенолов с 5 % NaOH	Альдегидов суль-фитн. метод	Раствори-мость в 50 % ре-зоринне
0,9325	-26,58	1,4709	1,03	21,28	53,19	29,75	10%	12%	60 %

В результате детального исследования масла получено 29 проц. 1 — камфары, незначительное количество борнела, до 20 проц. пин-неола, камфары и 2 — пинен.

Второй образец масла доставлен экспедицией ОМН летом 1931 г. из Хакасии. Растение собирается в с. Акмаз в конце августа. Масло получено из целого растения.

Растение загрузилось в переносный куб в сыром виде, измельченное на соломорезе. Выход на сырой материал 0,13-0,25 проц.

Константы образца следующие:

Таблица № 5.

Уд. вес	Рефракц	Кислотное число	Эфирное число	Эфирн. чис. палецети	Кетонс с гидроксид-ами
0,9446	1,4733	2,3	25,58	165,5	27,02

Масло в количестве 151,21 гр. двукратно разогнано на ракии в вакууме (таблица № 6).

Таблица № 6.

№№ фр.	Темп. кип.		Выход		Уд. вес	Враще- ние	Рефрак- ция	Примечан.
	От	До	В гр.	В %				
I	17	70	73	38,62	0,8891	3,9	1,4122	Вещество
II	17	73	76	15,35	10,280	9,90	1,480	кристаллиза-
III	12	76	83	32,95	21,70	9,829	1,480	ция камфо-
IV	"	83	100	6	3,900	9,856	1,4835	ры при давл.
Остаток			15,09	10,50	-	-	-	кратной не- регоме про- изойди большее по тепл.

Во время разгонки во второй фракции появились кристаллы, третья фракция содержит кристаллов еще больше.

После очистки хлоридом отфильтровано 10,6 гр. кристаллов с запахом камфоры, что по отношению к маслу составляет 7 проц. В первой и второй фракции также содержится некоторое количество камфоры (камфорный запах), выдешить которую обыкновенным вымораживанием не удалось.

Для изучения чистых углеводородов первая фракция разогнана над металлическим натрием, получили результаты:

Таблица № 7.

Фр.	Темп. кип.		Выход		Уд. вес	Вращ.	Рефракц.	Молекул. рефракц.
	От	До	В гр.	В %				
I-a	166	168	7,09	17,8	0,887	+10,3	1,4649	41,62
- II-a	168	175	24,89	62,89	0,8917	+6,35	1,4680	42,11

Прореагировав с металлическим натрием 19,31 проц. После этерификации из первой «а» фракции получен изоборнеол с т. плавл. 21,2°, что характерно для камфена.

Из второй «а» фракции этерификацией тоже получен изоборнеол с т. пл. 21,1°, это указывает на присутствие камфена и в этой фракции. Бромирование и хлорирование, характерных для лимонена и др. изо-монент с т. пл. до 175°, не получено.

Очищенный второй «а» фракции марганцовокислым калием в течение 3-х дней получен кристаллический продукт с т. пл. 124,2 (без перекристаллизации). Температура плавления близка к температуре плавления камфоры, продукт окисления β-пинена.

Вторая фракция, как промежуточная, детально не исследовалась. Количество растворенной камфоры определено с гидроксиметином и выразилось в 32,7 проц. к фракции.

Из третьей фракции отфильтрованы кристаллы с т. пл. 176°C в количестве 14,6 гр. или 44,30 проц. к фракции и 9,64 проц. к маслу. В жидкой части фракции гидроксиламиновым методом определено камфоры 65,5 проц. к фракции или 14,21 проц. к маслу. Всего камфоры в масле 34,21 проц. и остаток при очистке хлоридом до 8 проц.

Из четвертой фракции через фильтрование эфиры выделено небольшое количество кристаллического спирта с запахом борнеола, но в очень низкой для него температурой плавления. Подробное исследование спиртовой части в нашу задачу не входило.

На основании полученных результатов можно заключить, что масло камфорной полноты состоит из β-пинена, камфена, до 35—36 проц. камфоры, борнеола и пр. спиртов.

Третий образец этого масла получается из Забайкальских энцепаптей ОМНИ в 1931 г. Константы образца в таблице № 8.

Таблица № 8.

Удельн. вес	Вращение	Рефракция	Кислотное число	Эфирное число	Этер. чис. после ацет.	Фенолов с 5 % NaOH	Растворимо ть в		
							В 70%	80%	90%
0,9301	-11,64	1,4677	3,05	24,22	—	4%	1:3,8,1	1:3,1	0,9

Масло содержит очень мало камфоры, чем резко отличается от вышесписанных.

В литературе маслом из *Arthemisia* састопит не описано, но ука-зан ряд других толгней, содержащих камфору.

Arthemisia maritima азербайджанская с выходом масла 0,4—0,9 проц. и камфоры до 91 проц.

Arthemisia sana Rutch. азербайджанская из С. Америки, выход масла 1,2 проц. с содержанием камфоры до 44 проц.

Обычные запасы полноты должны привести только по атакскому образцу, на основании отчетных данных атакского завода.

По району Анурад, Тува, Хаберовна, Купетет, Усть-Нин, Чибит по отчету экспедиции 1929 г. запасы «святой толгней» определены в 100 тонн. При выходе масла в 0,25 проц. из сырого растительного при сожжении в масле камфоры до 35—40 проц. можно в лето получить по 100 кг. камфоры.

Масло из *Ziziphora* Образец масла получен с мызазода СКО *ellinoroides al-* в 1929 году. тайской

* Проф. Рутковский, В. Н., том I—Эфирные масла.

Различные Zidrhoa, cinnoroides экзепишней собраны на Атае в Т. Хабровке. Огулдатского района. Составленный образец имеет совершенно темный цвет, после ректификации с паром масла стало бесцветным, с чуть заметным желтым оттенком.

Первые образцы атгайского масла исследовались Рутковским, В. Н. и Виноградовой, И. В.

По своим характеристикам наши исследованные образцы (IV) резко отличаются от образцов, исследованных Рутковским (I), (табл. 9).

Таблица № 9.

Обр.	Уд. вес	Вращен.	Рефракц.	Кисл. ч.	Эф. а	Эф. ч. по сле апер	Кетон. сульф.	Кетон. гидрок. сил.	Распиромость в спирте
I	0,9213 + 35,0	1,4755	1,55	25,44	62,66	47	—	23,9	90% — 1:01
II	0,9283 + 17,34	1,4735	0,65	8,15	41,91	4%	—	80% — 1:01	80% — 1:01

Вытый образец в количестве 207,84 гр при разогреть в вакууме дал следующие фракции (таблица № 10).

Таблица № 10.

№№ фр.	Дат.	Темп. кип.		Выход		Уд. вес	Вращ.	Рефракц.	Примечание
		От	До	В гр.	В %				
I	5 мм	64	81	54,84	26,39	0,8881	+3,39	1,4732	Бесцветная
II	4 мм	81	89	116,65	56,12	0,9265	+27,84	1,4792	Слаб. желтов
III	—	89	106	27,98	13,46	0,9341	+14,38	1,4862	
IV	Остаток			4,66	2,24	—	—	—	

При перегонке 1 фракции над металлическим натрием при обыкновенном давлении получены следующие результаты:

Таблица № 11.

№ фр.	Темп. кип.		Выход	Уд. вес	Вращен.	Рефракц.
	От	До				
I-a	165°	175°	—	0,8474	-37,06	1,4702
I-b	175°	177°	—	0,8508	-45,60	1,4785

Продукты фракции:

С аналитическим и составной кислотой получен гидрохлорид с т. пл. 106—107°, характерный для лимонена.

Грудь химико-фарм. инст., вып. 17, стр. 6.

Воксированном получен тетрабромид с т. пл. 122—124°, характерный для лимонена, с хлоридом с т. пл. 54°, что также характерно для лимонена.

Другие фракции не дали никакой картины, поэтому они соединены и поставлены с 30 проц. бесцветного натрия для выделения кетон, в частности предположительно пугеюла. Полученное бесцветное соединение разложено перекисью над содой. Получен кетон с следующими константами:

Удельный вес 0,9228

Вращен. +20,10°

Рефракц. 1,4766.

Растворимость в 70-проц. спирте 1:1,8 об.

Семинаризон выделенного кетона плавится при 167—170°, затвердевает при охлаждении.

Масло, отгеленное от бесцветного соединения, прохлеще и высушенное вновь было разложено в вакууме на следующие фракции:

Таблица № 12.

№№ фр.	Дат.	Темп. кип.		Выход		Уд. вес	Вращен.	Рефракция
		От	До	В гр.	В %			
I	6 мм	56	93	12,32	1,9011	— 10	1,4717	
II	"	93	97	47,90	0,9184	+11,80°	1,4733	
III	"	97	103	61,54	0,9305	+16,67°	1,4795	

Первая фракция при перегонке над мет. натрием при темп. 163—176° проецировалась на 74,77 проц. Полученный из нее гидрохлорид плавился при 105—106°, а тетрабромид — при 122—124°, что указывает на присутствие лимонена.

При обработке второй фракции сепикарибонтом получен сепикарибон с т. пл. 150°, при разложении давший масло с константами:

Удельный вес 0,9182

Рефракция 1,4688

Получить проанализировать не удалось, за недостатком необходимого количества. После отделения сепикарибонтоного масла обработано фталевым ангидридом. Получен фталевый эфир с температурой плавления 130—131°C. Непроанализированное масло отогнано с паром, остаток разложен 10-проц. раствором едкого натрия, отогнан с паром, полученные кристаллы спирта с т. пл. 78—80°.

Результаты исследования нашего образца таковы: в масле содержится 78—80% близок к изоментолу.

Сырьевые запасы брусничного, по данным экзепишней мидзавода, выражаются в 60 тонн, что при выходе масла в 0,47 проц. даст 282 кг. масла в год.

Gundemeister Bd 1, стр. 563.

Масло из 1 лупуса Масло тимуса интересно содержанием фено-
Serpulium (бого доз. При ориентировочном исследовании в нем
роиская травя) установлено: содержание тимола от 2—3 проц.
и карвакрола от 2—5 проц., что промышлен-
ности данный процент фенолов низок.
Константы образца следующие:

Таблица 13.

Уд. вес.	Вращен.	Ковф. рефракции	Кислот. число	Эфирн. число	Эфирн. ч. с. после ацет.	Фенолы с 5% NaOH	Альдерб. с бисул. раст.	Раствори- мость в 80% спирте
0,8810	+6,661	1,4815	1,34	10,54	92,17	24%	4%	1 : 0,61

Второй образец масла тимуса приведен из Хакасии сбора 1929 г.

Константы

Таблица 14.

Уд. вес.	Вращен.	Рефрак.	Кислота. число	Эфирн. число	Эфирн. чис. пос- ле ацет.	Альд- сульф.	Фенол с 5% едким на- тром
0,8983—12,51,4830			0,65	31,67	77,63	4 %	7 %

Из 200 гр. масла с 5-ндрон. едким натром получено 10,60 гр. или 5,3 проц. фенола окислитель. Жидкости с удельным весом 0,9741 и рефр. 1,5209. Получен нитрозо-фенол с т. пл. 153°, что вполне соответ-
ствует по литературным данным карвакролу.

После выделения фенолов масло ректифицировано паром и было
разогнано в вакууме на следующие фракции:

Таблица № 15.

Фрак.	Давл.	Темп. кип.		Выход		Уд. вес	Вращен.	Рефракция
		От	До	В гр.	в %			
I	10 мм	44°	73°	42,70	23,38	—	—	—
II	8 "	73°	81°	63,16	34,58	0,8607	—7,82	1,4751
III	8 "	81°	100°	26,17	14,13	0,8921	—15,22	1,4761
IV	8 "	100°	110°	28,98	—	0,9382	—32,72	1,4840
V	7 "	110°	131°	12,05	6,73	0,9588	—26,62	1,4933
Остаток	131°	—	—	—	—	0,95	—	1,5078

Расходна 42,7 гр. 1 фр. над пол. надпек.

Таблица № 16.

Темп. кип.	Выход	Уд. вес	Вращение	Рефракция
От	До	В гр.	в %	

I-а 168° 171° 22,23 53,55 0,8496 —12,98 1,4719
I-б 171° 175° 16,27 38,1 0,8503 —6,76 1,4755

Прорецировано с мет. затрон 8,33 проц.

После работы в вакууме первые три фракции имели запах скет-
пидера. Первая «а» с амилметилитом в уксусно-лимонной среде не да-
нитрозохлорид, брожила из нее полученные липиды, хлориды при-
сталических также не получено. Проба на камфен также не да-
положительных результатов.

При охлаждении раствором карбисево-лимонной кислоты получена
жидкая кислота, закристаллизовавшаяся через несколько дней, и име-
ла температуру плавления равную 99°, довольно подходящую к темпе-
ратуре плавления лимонной кислоты, характерной для 8-линека.

Из первой «б» с амилметилитом в уксусно-лимонной среде получен
нитрозохлорид с т. пл. 102—104°, что соответствует нитрозохлориду
лимонена, но характерных для него тетрабромидов не получено. Эта
фракция, испаряющаяся на альфа-терпине, была отрицательные ре-
зультаты.

Вторая фракция была перогана над металлическим натрием и
переталить вся при т. от 170 до 175°, имела удельный вес 0,8558,
вращение — 4,5, причем прорецировано с металлическим натрием
15,78 проц. Окислением концентрированным торичил раствором мар-
ганцево-кислого калия получено кристаллическое соединение с т. пл.
130°, многократных перекристаллизаций провести не удалось за не-
достатком продукта.

Для окисленного продукта, предположительно пара-лимола темпе-
ратура несколько ниже. Но кристаллических бромидов, ни хлорид-
рата не получено. Окислением марганцево-кислым калием в щелоч-
ном растворе дава кристаллы в незначительном количестве с т. пл.
118°, также несколько ниже для лимонной кислоты. Перекристал-
лизацию же провести не удалось за малым выходом.

Третья фракция окислена была хромовой смесью; получен про-
дукт окисления с удельным весом 0,8789 и рефр. 1,4786, вращение—
5,62 с запахом, слабо напоминающим лимонный.

Показать овозможность продуктов не удалось за неимением соответст-
вующего реактива. О резорцином третья фракция не да- кристал-
лического соединения, что указывает на отсутствие пинсоло.

Четвертая фракция после окисления хромовой смесью да- тем-
ное масло с удельным весом 0,9468 и рефракцией 1,4775.
Получен семикаразон с т. пл. 216°.

Пятая фракция перегрета в вакууме с металлическим натрием, д-кологата обработана флагевым этилпиром, эфиры окислены и перегнаны с паром на выделение спирта.

Отгоняется только слепки масла, в в отгонной колбе после остывания выливают кристаллы с т. пл. 186—188°, безвкусно цвета без всякого запаха.

На этом исследование закончено, так как больше исследовать высочайшие фракции, за отсутствием реактивов, не удалось.

Исследовано доказано, что масло содержит из фенолов преимущественно карвадол. α и β -пинен, небольшое количество паранимол и совершенно отсутствуют камфен, борнеол, тимол и геранилен.

Для анализа был исследован еще образец масла эфирного сбора 1931 г.

Константы образца

Таблица № 17.

Уд. вес	Вращ.	Рефр.	Кисл. чис.	Эфир. чис.	Эфир. чис. после ацет.	Февол с 5% едк. натром	Анал. с сульфит.

После перегонки с паром 0,8875—19,81, 4,790 1,5 15,02 118,9 8,0 2% Образец был после перегонки с паром в количестве 419,9 гр.

Выделено кристалл 1,08 гр. или 0,23 проц. Выделено фенолов 25,2 гр. или около 6 проц. по разложению их друг от друга оказалось 3,06 проц. тимол (по закристаллиз.) и 2,94 карвадол.

Оставшееся после фенолов масло было разогрето в вакууме на следующие фракции:

Таблица № 18.

№№ Фр.	Давл.	Темп. кип.		Выход	вс -т%	Вращение	Рефракция
		От	До				
I	11 мм	45°	65°	154,49	45,02	—	1,4733
II	—	65°	80°	87,80	25,49	—17,64	1,4818
III	—	80°	160°	77,11	21,02	—25,90	1,5099
IV	—	100°	остаток	5,48	1,70	—21,12	—

Разгонкой 66,7 гр. первой фракции над металлическим натрием получены фракции:

№№ фр.	Давл.	Темп. кип.		Выход		Уд. вс	Вращение	Рефракция
		От	До	В гр.	В %			
I-a	160°	165°	41,80	62,82	0,8458	—23,36	1,4722	
I-b	165°	175°	18,30	27,40	0,8434	—11,62	1,4791	

Прореагировано с натрием 9,77 проц.

Первая А фракция испробована на камфен — получил изоборнеол с т. пл. 211—212.

На хлористом, на кристаллических бромидах не получено. Фракция I (в), окислилась 10 проц. горячим раствором KMnO_4 на р-пикол, дава кристаллы с т. пл. 153—154, что близко походит к температуре плавления р-оксипропилоксибензойной кислоты, продукт окисления р-пинена. Бромирование дава жидкие продукты, что указывает на отсутствие лимонена.

Получить нитрозохлорид, как из I-a, так и из I-b не удалось, что указывает на отсутствие α и β -пинена.

Импульс фракции после обработки селенкарбидом в спиртовой среде не дава селенкарбидата, что указывает на отсутствие источников после окисления дихромовокалиевым калием и серной кислотой жидкое масло с приятным запахом, уд. вес 0,8897, вращ. —10,16; рефр. 1,4795; при действии селенкарбидата получили кристаллы, плавающие при 260° с разложением; других признаков не получено, за исключением соответствующих реакций.

При разгонке масла в вакууме третья фракция вытегла в виде кристаллов в т-ве 9,5 гр. с запахом борнеола и с т. пл. 202—204° и вращ. —4,66° в спиртовом растворе при 20°C. Ацетилование показало содержание спирта 4,2 проц. Обработанная флагевым анилином после окисления и разложения перегонкой с паром дава жидкое масло с константами:

Удельный вес 0,9369
Вращение —17,02°
Рефракция 1,4833
и кристаллический остаток с т. пл. 203°, с запахом борнеола, $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}$ и ристым безвонным веществом соединенные с т. пл. 122—123°.
IV фракция после нагревания в вакууме с металлическим натрием и обработкой анилином флагевым анилином и разложения паром в вакууме дава шло жидкий спирт с очень приятным запахом с константами:

Удельный вес 0,8774
Вращение —15,90°
Рефракция 1,4832

По константам подходит к анилолу, получить производное — фенил-уретан — не удалось, за неимением реактива, доказать образование пирала после окисления тоже не удалось по тем же причинам.

Молекулярная рефракция продукта равна — 50,89; теоретическая должна быть — 47,34.

Алкоголята I фр. после обработки фталевым ангидридом и разложения фт. эфиров в присутствии щелочи дали спирт с характерным запахом.

Удельный вес 0,8671
Вращение — 10,86
Рефракция 1,4764

В результате исследования образца найденны фенолы: тимол и карвакол, углеводороды — камфен, р-пинол и спирты — борбестол и предположительный алитол; таким образом, завайкальское масло Thymus Serpyllum по содержанию алитола и в масле из Thymus vulgaris к 1813 г., но с меньшим содержанием фенолов.

Из всех трех образцов выделяется больше всего завайкальское, как более чистое по запаху и по содержанию предположительно и масла из Thymus vulgaris карваколов, которое дано для применения в промышленности.

Растение Origani vulgatis было собрано Масло из Origani летом 1931 года в Хакасии экспедицией Сиб-ulgatis (Гушица), филиала НИХФИ по заданию ОМПК и доставлено в лабораторию Сибфилизата.

Зубец была произведена перегонка в декабре месяце, получено масла 140 гр., выход на воздушно-сухой материал 0,33 проц. Малое количество масла — 134 гр. — дано возможность провести только ориентировочное исследование.

Таблица № 19.

Уд.	Вращ.	Рефрак.	Кисл.	Эфир.	Эфир.	Фено-	Альдегид	Фальсиф.	Растворимость в
вес.	ценные	ция	чисто	чисто	после	ла	и кетон	онсульф.	спирте
0,8723	— 11,98	1,4887	2,6	28,1	75,6	12%	10%	Не раствор.	1:0,5

По колстантам, приведенным в литературе, наш образец имеет некоем больше эфирное и кислородное числа, эфирному числу соответствует 13,5 и спиртов 22 проц.

Исследовательский образец в количестве 134 гр. многократно выкачивался с 10 проц. содой для выделения пентолов; выделено 1,42 гр. или 1,06 проц. оставшееся масло выкачивалось с 5 проц. едким натром для выделения фенолов. Получено 1,83 гр. с уд. весом 0,9321 и рефракцией 1,4931, полученный а-нафтил-г-тетрагидро-пентадиол при 278°, перегермислизованный плавился при темп. 284°, было похолодней и т. п. а-нафтил-г-тетрагидро-пентадиол. Полученные колстанты по называю прикос к какому-то другому веществу. По запаху фенол тал-до, наволинал карвакол.

Рутонский. Эфирные масла, стр. 502; Демьянов, Нидов и Вильямс. С. 179.

Молекулярная рефракция: теоретическая 46,29, практическая найденная — 46,66 характерна для карваколов. Кислоты по таблицам Велташа и Томаса пропенованы и в-дерианован. Бензольный слой с CuSO₄ окрашен в голубой цвет. Масло, свободное от кислот и фенолов, черенно и в вакуум. Для разгонки взято 123,64 гр., получены следующие фракции (таблица 20).

Таблица № 20.

Фр.	Давл.	Темп. кип.		Выход		Вращ.	Рефракция
		От	До	В гр.	В %		
I	11 мм	72°	82°	31,85	25,6	—	—
II	12 "	82°	100°	19,1	15,45	+9,25	1,4890
III	12 "	100°	134°	37,51	30,81	+6,8	1,4940
IV	12 "	134°	145°	29,79	21,10	— 8,0	1,5003
Остаток				3,95	3,2		

Первая фракция в количестве 24,03 гр. перегнана над метал-лическим нагретом на две фракции (табл. 21).

Таблица № 21.

Фр.	Давл.	Темп. кип.		Выход		Уд. вес	Вращ.	Рефрак.	Примечание
		От	До	В гр.	В %				
Ка	Обмк.	175	185	14,33	59,70	0,8473	+0	1,4817	Прогретиро-видо с метал.
К-в	"	185	192	5,19	21,6	0,8509	+0,42	1,4969	натрием 18,8%

Из первой фракции с ангидридом не получено гидрокарбонидов, при бромировании получили жидкие бромиды; хлориды также до-лучены жидкие и твердые — все это указывает на отсутствие в этой фракции лимонена и дипентена. Качественная проба на сильвестер с участием ангидридом и крепкой серной кислотой дала отрицательные результаты. Описанная 1 «а» фракция маршанье-кислым калием на термине до Gildemeister, полученный кристаллы с температурой плавления значительно выше т плавления эфрита — 300° С, который должен бы получиться. Из спирта после промывания осадка, интерстициальнообразные кристаллы в виде чешуек с т. п. 118—125°, что указывает на присутствие в первой «а» фракции другой компо-ненты, дающей гидратное соединение, растворимое в спирте.

Gildemeister Bd 1, стр. 337.

Из первой «вз» фракции не брели, т. е. не хлориды и нитрохлориды не получены.

Вторая фракция имела запах мятного масла. Обработанная была сепаратором в эфировой среде, сепаратором не было получено. После вымывания с бензином нагрели в разбавленном бензидиновом осадителе полученное масло с бензином.

Удельный вес 0,8821
Вращение -142
Рефракция 1,4842

MR масла = 49,76, теоретическая MR = 46,19; по формуле $C_{10}H_{18}O$ составлено данных. Векстман MR = 49,19. Моментальная рефракция показывает, что масло, кроме предполагаемого ментола, содержит еще какой-то кетон, выделить который за недостатком фракции не удалось.

Вторая фракция откладывалась на р-диком, давая белый продукт осадителя в очень незначительном количестве с запахом, напоминавшим пропеновую кислоту.

Третья фракция и четвертая, как было показано, идут к другой фракции, были смешаны в одну.

Часть третьей фракции обработана хлористым кальцием. После разложения кальциевого соединения выделилось очень незначительное количество масла, по запаху напоминающее терпеноид (запах бразильского с образцами колониции Chilis), определить конституцию из перестройки было невозможно.

Вторая часть выгнута при давлении 8,5 мм с медленным испарением, аналитическая фракция этилэфиром. После разложения терпеноидом с паром получен спирт с уд. весом 0,9212, праш.—6,28 и рефр. 1,4983 MR 62,49, как видно спирт теодоретический, теорет. MR = 48,96; α-нафта-третоп с т. пл. 115 гр. Слитие с разбавителем; для предположительного анализа т. пл. выведена, очевидно, есть примесь другого спирта, разложить было невозможно за недостатком фракции. Других производных не получено.

На основании полученных результатов исследования масла *Сига-пит* *ulgaris* можно предположить, что в нем содержится: пропинон и выделенная кислота, терпеноид, из терпеноидов—терпинеол, характеристика которых точно не установлена, из терпеноидов—ментол в очень незначительном количестве и другой кетон, ближе не исследованный.

Масло из *Athenis-sia glauca* (полный анализ). Общ. часть. Образцы масла доставлены из *Сига-пит* (полный анализ). ОМФ, летом 1931 г. из Хакасии.

Athenis-sia glauca—очень распространённое растение, свойственное

теплой местности. Собрано было в нескольких пунктах Хакасии, из которых, как наиболее богатых, можно отметить: с. Чурино-Пашты, с. Прохорное, окрестности г. Митусинска и районы Чубовозовки и Ват-расинский.

Материал для получения масла собран во второй половине лета, в период цветения и сразу в сыром виде передаривать нежелательно из-за содержания в нем эфирного масла, которое при нагревании испаряется. Выход масла от 0,32—0,35.

Масло легкое, хорошо отщепляющееся от воды, желтого цвета с сильным запахом, быстро полимеризующееся.

Перед исследованием масло ректифицировалось с водяным паром; осадилось до 30 проц. от веса масла, после чего было констати-

Таблица № 22.

Уд. вес	Вращ. фрак-ция	Ре-фрак-ция	Эфир. пос-а	Аль-д. сульф.	Растворимость		
					70%	80%	90%
0,8947	+5,481	1,4866	0,29	24,6	80,4	4%; кетон	Не растворимо.

Экспериментальная часть. Для исследования взяты образцы масла в количестве 176 гр. На водяной бане при вакууме в 22 мм были отгоняны высококипящие терпеновые части масла в количестве 71,02 гр. Полученное масло двукратно разогнано на фракции при обыкновенном давлении (табл. 23).

Таблица № 23.

Уд. вес	Вращ. фрак-ция	Ре-фрак-ция	Эфир. пос-а	Аль-д. сульф.	Растворимость		
					70%	80%	90%
0,8947	+5,481	1,4866	0,29	24,6	80,4	4%; кетон	Не растворимо.

Вторичная фракция была перегнана над металлическим натрием (табл. 24).

Таблица № 24

№ №	Темп. кип.		Уд. вес	Враще- ние	Рефракц	Молекуляр- ная рефрак- ция	Примечание
	От	До					
Пред.	—	135	0,8506	—	1,4740	MR=44,80	Моноцикл., терп.
I-a	155	160	0,8592	+22° 50'	1,4750	MR=44,32	MR=45,01
II-a	172	180	0,8456	+32° 20'	1,4795	MR=45,5	Бициклич., терп.
III-a	180	190	0,8665	+22° 30'	1,4923	MR=46,11	MR=43,66

Перегонка над металлическим натрием сопровождалась выделением воды, потягивание которой наблюдалось в отгонной трубке, а также и в самой фракции, особенно во второй. Последняя была вторично перегонена над натрием и опять наблюдалась выделение воды, только в меньшем количестве.

Повышение воды при перегонке над натрием заставляет предположить, что во фракции содержится спирт, оптически inactive воду при превращении с металлическим натрием.

Предельная фракция очень быстро полимеризовалась в стекловидную массу, поэтому закупить из нее можно либо полимеризованные из уайолы.

Фракция 1 «а», отогнанная при т. кип. 155—160°, была отогнана на α-тинен марганцево-кислотным методом, получена кетонсодержащая диллид, закристаллизовавшаяся после трехдневного стояния. Кристаллы имели т. пл. 103°, полученные септарбазовые плавились при 203°. Прозрачные характеризуются равную фракцию как содержащую α-тинен.

Большая часть второй «а» фракции отогналась при температуре 172—176°.

Образовав констатиры полученной фракции с литературными данными¹¹, можно предполагать, что она содержит моноциклические терпены. Из производных этой фракции получен только тетрабазон по Wallach, после двукратной перекристаллизации, плававшийся при температуре 114°. Известная проба на свистостен с обильной жидкостью в среде уксусного ангидрида дала отрицательные результаты.

Попытка получить нитрозоалкогол, нитроэтер, нитрокет, производные, характерные для фетандарена и терпинена, дала отрицательные результаты, не получено также и кристаллических хлоргидратов—производных эфирона и каренов.

Третья «а» фракция была тоже бромирована, получен тетрабазон с т. пл. 114°, что указывает на присутствие в ней второй фракции.

¹¹ Gildemeister Bd. I.

Кислородсодержащая часть масла в кол. 104,17 гр. разогнана в вакууме на фракции.

Таблица № 25

Фр.	Давл.	Темп. кип.		Выход		Вращение	Рефракция
		От	До	В гр.	В %		
I	12	72	76	14,02	13,460,8532	+0,6	1,4850
II	10	76	125	29,9	28,700,9189	+6,60	1,4945
III	10	125	137	3,83	3,670,9748	+6,6	1,5050
Остаток смолы		—	—	56,57	54,26	—	—

На основании предварительных констант масла содержит до 8,70 проц. эфиров и до 22 проц. спиртов, предполагая петиюль и эфирон в первой фракции, она была омылена, спиртовой уай. в—0,8742, масло омылено с паром, после чего имела константы уай. в—0,8742, прещ.—0, реф.—1,4925.

Из получившегося масла получен септарбазон с т. пл. 127—130°, содержащий азота 20,54 проц. (по методу Кельганда).

Содержание азота в септарбазоне характерно для кетонных формул $C_{10}H_{16}O$. С фукалсептарбиновой кислотой получен фитоэтовое окранилине, тоже характерное для кетона. Чистое масло с фукалсептарбиновой кислотой дает реакцию отрицательную, септарбазон тоже не дает, следовательно кетон полученный в процессе обработки масла типичен кетонным методом, в нем определено 5,31 проц. кетона.

Во второй фракции предполагается спирт. Она термостойка в ад-колдате при нагревании с металлическим натрием на водяной бане в вакууме. Реакция протекла настолько бурно, что колба с реакционной смесью была снята и поставлена в охлаждающую смесь. Ад-колдате получились кристаллы.

В среде петролейного эфира они обработаны фталевым ангидридом на холоду в течение 40 часов (реакция шла с разогреванием). Фталено-кислотных эфиров получено 3 гр. и пероксидированного масла 14,3 гр. После разложения эфира получено 0,4 гр. спирта. Масло его количество не даю возможности определить. Константы и близко сразу поставлено на фенілуретан, последний получил жидкий.

Масло, перекристаллизованное с фталевым ангидридом, отогнано с паром в количестве 11,02 гр.

Имело уд. вес.—0,9084, вращ.—15,59; рефрак.—1,4925.

При разогнании в вакууме при 20-15 мм жидко т. кип. 75—130°. Получен септарбазон с т. пл. 127—130°, аналогичный по т. пл. септарбазону, полученному из омыленного масла 1 фракции. С реактивом Шиффа получена реакция на кетон.

Возможно, что I и II фракции содержат один и тот же спирт, который при нагревании в щелочной среде дает кетон.

Предыдущий материал с фталевым ангидридом на масле был при 130—135° (резали на вторичные эфиры), фталевых эфиров не получено, негидрированное масло имеет уд. вес 0,9359; вязк. — 2,4, рефр. — 1,5078.

Проводили не удалось за недостатком фракции. По константам можно предполагать первичный оксиптерпеновый спирт.

Осложнившийся продукт эаотсает, теможедого прета с водотк, етк отливол, не кристаллизующийся, трудно растворим в эфире и эфире.

В заключение можно сказать, что масло из артемизии лекарской 40 проц. терпенов: 2,3 проц. терпена быстро полимеризуется, 2,56 проц. α -лимена и 35 проц. группы лимонена. Как продукт сгорания часть — составляет 26,3 проц. и окислившаяся 33 проц. от метилинированного масла, а всего окислившаяся часть масла от лекарственной взятого составляет 60 проц.

Масло исследовалось впервые, литературных данных по его исследованию нет. При проведении исследования не выяснены причины его быстрой полимеризации, последнее обстоятельство имеет теоретический интерес.

Масло из *Ledum bogutskyae* масло, выцу прокисших зарослей *palustre* (богудль-богудль) на севере Сибири, давно интересует ученых как редкое образование, но до сего времени не было проведено полного его исследования и выяснения возможности применения в промышленности.

Осенью 1933 года Краевой химлабораторией на ее эапрос, отделе эаботоводов Сибири, был представлен образец масла из Кардасовского района Нарынского края. Предварительные константы этого масла следующие:

Табл. 26.

Уд. вес	Вращен. плоск. поляр.	Коефф. преломл.	Кисл. числ.	Эфирн. числ.	Эфирн. после ацет.	Фенол с 5 % едким натр.	Альдегидов бисул. метод	Растворимость в спирте в		
								70 %	80 %	90 %
0,8986—30,20	1,4871	2,33	54,09	106,69	20%	100%	с гидроксиламинам 9,88	1:10	1:10	1:04

Эфирное число показывает, что содержание свободных спиртов формулы $C_{10}H_{18}O$ в масле выражается в 31,88 проц. и эфиров 37,10 проц. (Gildemeister, том I, стр. 642, табл. 1).

Разгонка масла ориентировочно из колоды Шингеля дала результаты:

Табл. 27.

Фр.	Темп. кипения		Выход		Уд. вес	Вращен.	Рефрак.
	От	До	В гр.	В %			
I	173	183	13,93	34,83	0,8603	—	1,4798
II	183	195	10,08	25,2	0,8773	—82,0	1,4826
III	195	206	6,16	15,4	0,9231	—63,30	1,4897
IV	206	215	6,83	17,07	0,9573	—79,5	1,4945
Остаток	—	—	3	7,5	1,0055	—	—

Разгонка масла из колоды Шингеля показала, что масло состоит из высококипящих фракций. Для дальнейшей работы взято масло 159,28 гр. и разогнано в вакууме (см. табл. 28).

Табл. 28.

Фр.	Темп. кипения		Выход		Уд. вес	Вращен.	Рефрак.
	От	До	В гр.	В %			
I	14—13	68	76	67,95	42,66	0,8726	—82,0
II	15	76	87	12,78	8,02	0,9001	—63,30
III	14	87	103	10,02	6,29	0,9484	—79,5
IV	103	120	48,87	30,67	1,0105	—	1,4928
Остаток	—	—	16,90	10,6	—	—	—

Первая углеводородная фракция после перегонки над металлическим натрием в количестве 67,95 гр. имела константы:

Табл. 29.

Фр.	Темп. кипения		Выход		Уд. вес	Вращен. плоскостно-поляриз.	Коефф. преломл.
	От	До	В гр.	В %			
I а	13/12	65	66	45,08	66,34	—3,75	1,4793
II а	65	67	67	16,73	24,62	—37,50	1,4792
Остаток	—	—	—	—	—	—	—

О металлическом натрии перегревалось 9,03 проц. Первая фракция вторично перегнана над металлическим натрием в количестве 22,3 гр. при обыкновенном давлении.

Получены следующие результаты:

Табл. 30.

Фр.	Темп. кипения		Выход		Уд. вес	Вращен.	Рефракц.
	От	До	В гр.	В %			
I-в	163,8	174,6	9	40,36	0,8489	-97,30	1,4766
II-в	174,6	177,7	7,84	35,17	0,8581	-83,70	1,4786

Прореагировав с метиллиневым натрием 5,46 гр. или 24,48 проц. Кет. Выход из табл. 29 и 30, по мере разности над метиллиневым натрием увеличивается, углеродный вес первой фракции, что приближает ее к углеводородам алифатического ряда, то же подтверждается и бромированием.

При бромировании этой фракции пошло на одну молекулу 6 Br₂, что характеризует углеводород, имеющий три двойных связи, т. е. алифатического ряда. Температура пл. бромиров 96°.

Оксидируя 1 «а» фракцию раствором марганцевокислого калия на α-линен даю отрицательные результаты.

Непрореагировавшее масло имело запах лимонена, даю нитрооксидом с температурой плавления 102,6°, близкого по формуле к чистому α-линонену и при бромировании его получен тетрабромид с т. пл. 100° С, также близкий для лимонена.

При бромировании перек «в» фракции получен кристаллический бромид с т. пл. 96°. При бромировании II (в) фракции получены бромиды с т. пл. 100° С.

Обе эти фракции дали в углеродной среде кристаллические хлориды с т. пл. 39° С, что указывает на присутствие однородной композиции. Все терпеновые фракции имели мало интересный запах, поэтому исследовали их было на этом и элонгено.

На основании полученных производных предполагается содержание лимонена и лимонена.

Вторая и третья фракции имели запах, переходивший от терпенов к терпеновым и составляли малый процент, т. е. служили промежуточными между терпеновыми и алифатическими.

Четвертая фракция по запаху самая приятная и интересная для промышленности, содержится в масле до 30 проц.

Анализируя эту фракцию даю фирменное число 211,51, что указывает на содержание в ней 58 проц. спиртов формулы C₁₀H₁₆O Gildemeister, том I, стр. 818), по составу можно предполагать в ней содержание спиртов моноциклического ряда.

При действии на нее α-нафтилзолианта получен α-нафтил-уретин с т. пл. 141° после первой перекристаллизации, при дальней-

ней перекристаллизации безостановочно температура плавления повышается.

При окислении хромовой кислотой получен альдегид с углеродным весом $d_{20} = 0,9732$, рефракция $n_D^{20} = 1,4962$ и молекулярная рефракция—45,76; все полученные для альдегида константы близки к константам периллового альдегида или метилпропильного альдегида. По составу в этой фракции можно еще предполагать терпеноид, но считать характерных для него производных не удалось.

Запах фракции несколько напоминает запах терпеновых спиртов алифатического ряда (гераниол, линолол), но попытка получить их производные даю отрицательные результаты.

По предварительным константам масла в нем содержится до 10 проц. альдегида, определенного биологическим методом. Чтобы выделить альдегид в чистом виде, 200 гр. масла экстрагировать в течение 2 дней на перилле с 15 проц. биологическим раствором. Из экстракта кристаллического соединения, после разложения его и отгонки с взором получено масло 2,1 гр. с уд. весом 0,9214 и рефракцией 1,4910, с сильным запахом лимона, близкий к перилло, хотя его константы несколько выше.

Семипаразола, характерного для цитради, не получено, α-циприт-9-ципроноловый кистеты тоже не получено.

Поэтому итоги исследования, можно вывести заключение, что терпеновая часть масла состоит из лимонена и лимонена, кетодороксокардиол и др., но содержание других не подтвердилось, поучительны анализы и из 1 проц. альдегида—тип цитради.

Практически, целое масло вполне может применяться в парфюмерной промышленности для отдушки дешевых сортов туалетных мыл, масло без терпеновых фракций пригодно для употребления в композициях, уже как продукт с более ценным запахом.

Богальник (Ledum palustre) принадлежит к семейству Ericaceae. Масло богальника описано у Ломоносова¹², который разделил его на твердый продукт стеаролиты и жидкий—элоноген.

Gildemeister (Die Aetherischen Oele, том III, стр. 573) нашел в нем кристаллический продукт Ledum camfer с т. пл. 104—105° С, представляющий собой главную составную часть масла.

Плавное получение масла с небольшим количеством стеаролитена, с т. пл. 101°. Цепь не получил твердого продукта и его образцы подают по константам больше в палеит.

Исследованный нами в 1930 г. в лабораториях эфирных масел

Научно-исследовательского химико-фармацевтического института в Москве образцы масла Ledum palustre заготавливались также разными способами от жидкого теперь образца содержимое в большую количества фенолов (до 14 проц.) типичных и кристаллических, а также Fatnas, 42 (1903), 1037; Chem Ztg. Report 27 (1903) 284.

же не содержалом кристаллического продукта, оставшегося в масле после разложения в вакууме.
Кроме того, заводская форма образцов имеет незначительный запах, вызванный некоторую боль.
В исследуемом теперь образце, никаких кристаллов не было обнаружено даже при охлаждении до 20° C.

Литература, использованная при работах:

- 1) Gildemeister und Hoffmann .Die Aetherischen Oele, I, II, III.
- 2) Georgi Sohn .Die Riechstoffe, второе издание.
- 3) Deбу, К. И. .Эфирные масла.
- 4) Акад. Демьянов, Н. Я., Нидов, В. И., Вильямс, В. В. .Эфирные масла, их состав и анализ.
- 5) Bericht der Schimmel, D Co Ausgabe, 1932.
- 6) Проф. Рутковский, Б. Н. .Эфирные масла.
- 7) Труды химико-фармацевтического института по исследованию эфирных масел. Вып. IV, VI, VII, X, XI, XVII

СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие 3

ЧАСТЬ ПЕРВАЯ

1. Пихольская, Ю. П.—К простейшему способу извлечения амин-эфирных соединений 9
2. Некрасова, Т. В.—Результаты экстрагирования пихтового масла из горючих сланцев 19
3. Пентегов, А. П., Пихольская, Ю. П., Ангелюк, В. А.—Химическая чистота в качестве самостоятельного фактора 23
4. Пентегов, А. П., Пихольская, Ю. П., Ангелюк, В. А.—Золотые камни углей и арматур 27
5. Пентегов, А. П., Пихольская, Ю. П., Ангелюк, В. А.—Получение пихтового масла из сланцевых бокситов Западной Сибири 31
6. Ерещенко, Л. Т., Селезнев, Г. С.—Получение пихтового масла из животных отходов 35

ЧАСТЬ ВТОРАЯ

7. Пентегов, А. П., Маркович, Я. М.—Обезвоживание и осветление канфидового масла 67
8. Дуканская, Е. М.—Использование отработанного пихтового масла для целей получения крафт-пеллолозы 75
9. Дуканская, Е. М.—Получение пеллолозы, пригодной для выработки искусственного шелка из отработанного пихтового масла 84
10. Пентегов, А. П., Гончарова, Л. А.—Влияние дробления пихтовой ланки на выход пихтового масла 92
11. Неплюк, С. В.—Применение перегретого пара для отгонки эфирного масла из пихтовой ланки 100
12. Ривальд, Я. И.—Отходы пихтового масла из пихтовой ланки в присутствии шеллола 103
13. Маркович, Я. М.—Влияние интенсивности отгонки масла из пихтовой ланки на выход и качество его 108
14. Маркович, Я. М.—Влияние плотности укладки пихтовой ланки в парильном часу на выход и качество масла и на время отгонки в условиях существующих заводов 111
15. Маркович, Я. М., Гончарова, Л. А., Дуканская, Е. М.—К вопросу утилизации отходов производства пихтового масла 114
16. Пентегов, А. П., Неплюк, С. В.—Кора сибирской пихты 126
17. Ривальд, Я. И.—Исследование выходов и качества кедрового эфирного масла из хвои кедровой ланки 131
18. Пентегов, А. П., Сусленкова, Н. Н.—К организации производства из лесостепных опилок 133
19. Дуканская, Е. М.—Получение волоконистого материала из хвои сосны 139

ЧАСТЬ ТРЕТЬЯ

20. Коротаева, М. М.—Эфирные масла из эфирных масел 147

Ответственный редактор А. И. Петергов.
Технический редактор Е. Б. Такова.
Уполномоченный № В-771 от 28 января 1934 г.
Г. Новосибирск, тип. III ОГПУ по ЗСК им. Дзержинского.
Тираж 400 экз. Заказ № 227.
Объем 10½ печ. листа, 54064 зн. в печ. листе. Ст. форм. 148X210.
Дано в набор 19 января 1934 г. Подписано к печати 16 марта 1934 г.

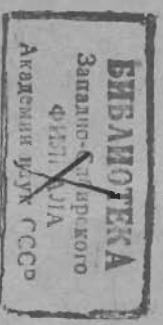
Продолжение всех стр. соединяется!
Новосибирская краевая междоветовственная комплексная
химическая лаборатория

Т 782

ТРУДЫ

ЗАПАДНО-СИБИРСКОЙ КРАЕВОЙ
МЕЖДУВЕТОВСТВЕННОЙ КОМПЛЕКСНОЙ
ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

ВЫПУСК ПЕРВЫЙ



НОВОСИБИРСК-1924

Копия, в 3-х экз.
от 19.05.69
№ 243369



Копия, в 3-х экз.
от 19.05.69
№ 243369

Копия, в 3-х экз.
от 19.05.69
№ 243369

Цена 3 рубля.

у. с - 30