

Katedra i Zakład Farmacji Stosowanej. Wydział Farmaceutyczny.
Akademia Medyczna w Lublinie
Kierownik: prof. dr farm. Henryk Nerlo

Barbara LENDZION, Józefa POL

Badanie jakości bibuł filtracyjnych

Исследования свойств фильтровальных бумаг

Examen de la qualité des papiers buvards à filtrer

Bibuła filtracyjna zbudowana jest z włókien celulozowych, dla których średni stopień polimeryzacji wyrażony symbolem DP leży w granicach 1000—3000 (5). We włóknach celulozowych wyróżnia się część krystaliczną i bezpostaciową. Część krystaliczna wpływa na wytrzymałość włókna i jego elastyczność, natomiast część bezpostaciowa warunkuje zdolność włókna do pęcznienia, miękkość i łatwość przenikania rozpuszczalników (11). Włókna celulozowe w bibule filtracyjnej ułożone są w różnych kierunkach i tworzą wielowarstwową siateczkę. Wolne przestrzenie między włóknami zachowują się w zetknięciu z cieczami tak, jak naczynia włosowate, przez które przedostaje się woda podczas filtracji. Opisane wyżej własności bibuły, wynikające z budowy, pozwalają na zastosowanie jej w procesie filtracji, który polega na oddzieleniu od siebie dwóch faz znajdujących się w mieszaninie przez mechaniczne zatrzymanie jednej z faz a przejście drugiej przez ośrodek porowaty. Jakość bibuły i dobór odpowiedniego jej gatunku w zależności od przeznaczenia jest ważnym elementem w procesie filtracji (9). W niniejszej pracy podjęto próbę określenia własności i charakterystycznych swoistych cech poszczególnych gatunków bibuły, co pozwoli na dobór bibuły odpowiadającej wymaganiom przeprowadzanego procesu filtracji.

CZĘŚĆ DOŚWIADCZALNA

Przebadano następujące bibuły: 1) Bibuła produkcji krajowej, 2) Bibuła Whatman nr 1, 3) Bibuła Whatman nr 2, 4) Bibuła Whatman nr 3, 5) Bibuła Whatman nr 4, 6) Bibuła Schleicher i Schüll nr 598 L, 7) Bibuła Schleicher i Schüll nr 2040 b Gl, 8) Bibuła Schleicher i Schüll nr 2043 b Gl, 9) Bibuła Schleicher i Schüll nr 2045 a Gl, 10) Bibuła Schleicher i Schüll nr 2045 b Gl, 11) Sączki Szwedzkie OB, 12) Sączki Szwedzkie O, 13) Sączki Szwedzkie OO, 14) Sączki Weich 388, i 15) Płyty celulozowe nr 2181.

Badania jakościowe

Do wykonania prób jakościowych użyto 5 % wyciąg bibuły w wodzie destylowanej otrzymany przez gotowanie rozdrobnionej bibuły w ciągu 30 min., a następnie odsączenie rozgotowanych włókien. Wykonano następujące charakterystyczne reakcje:

1. **Próbie na obecność chlorków** (1) z roztworem azotanu srebrowego. W badanych bibułach nie stwierdzono obecności chlorków.

2. **Próbie na obecność soli żelazowych** przeprowadzono: a) z rodankiem amonowym i kwasem solnym (5). Otrzymano zabarwienie lekko różowe, jedynie wyciąg z bibuły produkcji krajowej dawał intensywniejsze zabarwienie. b) Z kwasem salicylowym (3). Otrzymano lekko różowe zabarwienie. W badanych bibułach stwierdzono obecność niewielkiej ilości soli żelazowych.

3. **Próbie na obecność kleju** przeprowadzono z kwasem galusowym (2). W badanych bibułach nie stwierdzono obecności kleju.

4. **Próbie na formaldehyd** przeprowadzono z odczynnikiem Nesslera (2). W badanych bibułach nie stwierdzono obecności formaldehydu.

5. **Próbie na celulozę** (11) przeprowadzono: a) z odczynnikami chlor — cynk — jod, i b) z roztworem jodu w kwasie siarkowym. W badanych bibułach stwierdzono obecność celulozy.

6. **Próbie na metylocelulozę** przeprowadzono z roztworem jodu w jodku potasu, który daje z 1 % roztworem metylocelulozy czerwono-fioletowy galaretowaty osad, przy obecności 0,1 % metylocelulozy w roztworze powstaje zabarwienie fioletowo-brunatne bez osadu (7). W badanych wyciągach wodnych z bibuły stwierdzono obecność metylocelulozy w ilości mniejszej niż 1 %.

7. **Próbie na skrobię** przeprowadzono przez nakroplenie alkoholowego roztworu jodu (2). Na bibule produkcji krajowej powstał niebiesko-fioletowy krążek świadczący o obecności skrobi, pozostałe bibuły nie barwiły się.

Badania ilościowe

1. **Pomiar grubości.** Piśmiennictwo nie podaje metod oznaczania grubości bibuły. Pomiaru tego dokonano przy użyciu śruby mikrometrycznej, mierząc grubość bibuły w różnych miejscach. Średnie otrzymanych pomiarów podano w tabeli 1.

2. **Oznaczenie gramatury.** Gramatura określa ciężar jednego metra kwadratowego bibuły w gramach i charakteryzuje jej grubość (12). Gramaturę oznaczano ważąc 1 dcm² bibuły i przeliczając wyniki na ciężar 1 m². Średnie otrzymanych wyników podano w tabeli 1.

3. **Oznaczenie wytrzymałości mechanicznej (10).** Pomiaru tego dokonano przez wylewanie ze zlewki w czasie ok. 2 sek. 50 ml wody na zwilżoną, rozpiętą na ramie bibułę o powierzchni 100 cm² (10 cm × 10 cm). Wysokość słupa wody, przy której bibuła rozrywała się jest miarą jej wytrzymałości mechanicznej. Średnie otrzymanych wyników podano w tabeli 1.

Tabela 1

Lp.	Rodzaj bibuły	Grubość w mm	Gramatura		Wytrzymałość mechaniczna (w cm)
			ciężar 1 dcm ² w g	ciężar 1 m ² w g	
1	Bibuła produkcji krajowej	0,130	0,6958	69,59	66,6
2	Bibuła Whatman nr 1	0,158	0,9570	95,70	48,3
3	Bibuła Whatman nr 2	0,167	1,0382	103,82	65,0
4	Bibuła Whatman nr 3	0,335	1,9612	196,12	75,0
5	Bibuła Whatman nr 4	0,176	1,0551	105,51	45,6
6	Bibuła Schleicher i Schüll nr 598 L	0,253	1,4253	142,53	62,6
7	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2040 b G1	0,156	1,2108	121,08	45,6
8	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2043 b G1	0,173	0,9004	90,04	58,3
9	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2045 a G1	0,094	0,9475	94,75	61,6
10	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2045 b G1	0,125	1,2594	125,94	51,3

4. **Oznaczenie zawartości popiołu i wilgoci.** Zawartość popiołu i wilgoci w bibułach filtracyjnych oznaczano wg. F. P. III. Średnie wyniki pomiarów podano w tabeli 2.

5. **Oznaczenie zawartości α , β , γ celulozy.** Definicja α , β , γ celulozy została wprowadzona w 1892 r. przez C. F. Crossa. Nazwy te nie oznaczają indywidualnych związków chemicznych, są natomiast technicznymi określeniami substancji rozpuszczalnych w 17,5 % roztworze wodorotlenku sodowego. α -celuloza składa się głównie z właściwej celulozy o wysokim średnim stopniu polimeryzacji z niewielką domieszką mannanów i pentozanów. β i γ -celuloza składają się w dużej części

Tabela 2

Lp.	Rodzaj bibuły	Zawartość wilgoci %	Zawartość popiołu %	Zawartość α, β, γ celulozy									
				Ilość absorbująca do oznaczenia	Ilość absolutnie suchych bib. zaw. w 3g bibuły	Zawartość α - celulozy		Zawar. β - celulozy		Zawar. γ - celulozy		Suma α, β, γ - celulozy	
						g	%	g	%	g	%	g	%
1	Bibuła produkcji krajowej	6,44	0,13	3	2,8068	2,1752	77,50	0,3965	14,13	0,9887	3,51	2,6704	95,14
2	Bibuła Whatman nr 1	6,08	0,06	3	2,8176	2,2075	78,35	0,3001	10,65	0,1869	6,63	2,6945	95,63
3	Bibuła Whatman nr 2	5,95	0,06	3	2,8215	2,2208	78,71	0,2998	10,62	0,1718	6,09	2,6424	95,42
4	Bibuła Whatman nr 3	5,79	0,05	3	2,8263	2,2220	78,62	0,2515	8,90	0,1974	6,98	2,6708	94,50
5	Bibuła Whatman nr 4	5,98	0,06	3	2,8206	2,2165	78,58	0,2904	10,29	0,1782	6,32	2,6851	95,19
6	Bibuła Schleicher i Schüll nr 598 L	6,19	0,05	3	2,8143	2,2984	81,67	0,3042	10,81	0,1085	3,85	2,7111	96,33
7	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2040 b G1	6,42	0,06	3	2,8074	2,3087	82,24	0,3183	11,34	0,1206	4,29	2,7476	97,87
8	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2043 b G1	5,98	0,05	3	2,8206	2,2994	81,52	0,2903	10,29	0,1215	4,31	2,7112	96,12
9	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2045 a G1	5,80	0,05	3	2,8260	2,3115	81,79	0,3087	10,92	0,0926	3,28	2,7128	95,99
10	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2045 b G1	5,82	0,06	3	2,8254	2,3149	81,58	0,3462	12,25	0,0219	0,77	2,6730	94,60
11	Sączki Szwedzkie OB	5,86	0,00000648 g*	3	2,8242	2,2024	77,98	0,3291	11,65	0,1982	7,02	2,7297	96,65
12	Sączki Szwedzkie O	6,13	0,000005104 g*	3	2,8161	2,2199	78,83	0,3042	10,80	0,1881	6,68	2,7122	96,31
13	Sączki Szwedzkie OO	5,59	0,00000259 g*	3	2,8323	2,2065	77,90	0,3153	11,13	0,2112	7,46	2,7330	96,48
14	Sączki Weich 388	5,52	0,00000972 g*	3	2,8344	2,2971	81,04	0,3201	11,29	0,1168	4,12	2,7340	96,45
15	Płyty celulozowe nr 2181	6,78	0,56	3	2,7966	2,4003	85,83	0,2009	7,18	0,0848	3,03	2,6859	96,04

*) — ilość popiołu w gramach i 1 sączku wg producenta.

z innych węglowodanów niż α -celuloza oraz produktów odbudowy celulozy, powstałych w procesie jej otrzymywania i celulozy o nieznacznym stopniu polimeryzacji. Wg. **Staudingera i Feuersteina** (8) stopień polimeryzacji γ -celulozy nie przekracza 10, a β -celulozy 150. Znane są następujące metody oznaczania α , β i γ -celulozy: 1) metoda G.O.S.T. 3954—47, 2) metoda Jentgena, 3) metoda Szwedzka CCA 7-1946 i 4) metoda Zellcheming IV/29-1951. α , β i γ -celulozę oznaczano metodą podaną przez **Nikitina** (11), która jest modyfikacją metody G.O.S.T. i Jentgena. Oznaczenie oparte jest na zasadzie nierozpuszczalności α -celulozy w 17,5 % roztworze wodorotlenku sodowego, wytrąceniu β -celulozy po zakwaszeniu przesączu kwasem octowym, a pozostaniu w roztworze γ -celulozy.

Opis metody: 3 g bibuły rozarto w moździerzu z 20 ml 17,5 % roztworu wodorotlenku sodowego, pozostawiono na 30 min., następnie dodano 80 ml 5 % roztworu wodorotlenku sodowego i odsączono osad przez zważony lejek z wkładką azbestową. Osad przemyto kolejno 50 ml 8,5 % roztworu wodorotlenku sodowego, wodą destylowaną do zaniku reakcji alkalicznej wobec fenoltaleiny, niewielką ilością kwasu octowego i ponownie wodą do zaniku reakcji kwaśnej. Pozostałość stanowiącą α -celulozę wysuszono w temp. 105°C do stałego ciężaru i zważono. Alkaliczny przesącz po oddzieleniu α -celulozy zakwaszono kwasem octowym. Strąconą β -celulozę odsączono, wysuszono w temp. 105°C i zważono. Z otrzymanego przesączu przez dodanie roztworu siarczanu amonu strącono γ -celulozę, którą odsączono, wysuszono w temp. 105°C i zważono. Otrzymane wyniki przeliczono na zawartość α , β , γ -celulozy w absolutnie suchej bibule uwzględniając uprzednio oznaczoną zawartość wilgoci podaną w tabeli 2. Otrzymane wyniki zestawiono w tabeli 2.

6. Pomiar szybkości sączenia (zdolności filtracyjnej) (10). Zdolność filtracyjną bibuły oznaczano, mierząc czas trwania sączenia (w sek.) 100 ml wody destylowanej, w temperaturze pokojowej przez sączek o średnicy 15 cm. Oznaczono zdolność filtracyjną sączków zwykłych i karbowanych. Otrzymane średnie wyniki podano w tabeli 3.

7. Oznaczenie przepuszczalności siarczanu baru. Stopień przepuszczalności siarczanu barowego określa zdolność bibuły do zatrzymywania drobnych osadów. Siarczan baru przygotowano przez zmieszanie 0,1 n roztworu chlorku barowego z 0,1 n roztworem siarczanu potasowego w temp. 100°C, 60°C i w temperaturze pokojowej. Wytrącony osad odstawiano na 5 min. Jeżeli bibuła nie zatrzymuje osadu siarczanu baru strąconego w temp. 100°C, tzn. że bibuła jest „zła”. Jeżeli zatrzymuje osad strącony w 60°C tzn. że bibuła jest „dostateczna”. Jeżeli zaś zatrzymuje całkowicie osad siarczanu baru strącony w temperaturze pokojowej wówczas bibuła jest „bardzo dobra” (4). Wynik podano w tabeli 3.

Tabela 3

L. p.	Rodzaj bibuły	Zdolność filtracyjna (w sek)		Przepuszczalność siarczanu baru		
		sączek zwykły	sączek karbowany	strąconego w temp. pokojowej	strąconego w temp. 60°C	strąconego w temp. 100°C
1	Bibuła produkcji krajowej	204	121	lekka opalescencja	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad
2	Bibuła Whatman nr 1	134	111	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad
3	Bibuła Whatman nr 2	242	131	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad
4	Bibuła Whatman nr 3	343	205	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad
5	Bibuła Whatman nr 4	208	54	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad
6	Bibuła Schleicher i Schüll nr 598 G1	187	97	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad
7	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2040 b G1	143	90	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad
8	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2043 b G1	412	301	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad
9	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2045 a G1	1062	927	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad
10	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2045 b G1	933	814	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad
11	Sączki Szwedzkie OB (średnica 9 cm)	124	74	lekka opalescencja	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad
12	Sączki Szwedzkie OO (średnica 11 cm)	445	254	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad
13	Sączki Szwedzkie O (średnica 9 cm)	312	187	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad
14	Sączki Weich 388 (średnica 9 cm)	131	60	drobny osad widoczny pod światło	zatrzymuje osad	zatrzymuje osad

8. **Oznaczanie pH i kwasowości.** Przygotowano 5 % wyciąg z badanych bibuł. W tym celu gotowano 5 g rozdrobnionej bibuły ze 100 ml wody destylowanej w ciągu 30 min., a następnie otrzymany wywar uzupełniano wodą destylowaną do 100 ml. (2) pH oznaczano za pomocą pehametru lampowego typu LBS-3A. Uzyskane wyniki zestawiono w tabeli 4. Kwasowość bibuł oznaczono przez miareczkowanie wyciągów wodnych z bibuły mianowanym roztworem wodorotlenku potasu (2). Do oznaczenia pobierano 20 ml wyciągu i miareczkowano 0,01 n roztworem wodoro-

Tabela 4

Lp.	Rodzaj bibuły	pH	Ilość ml 0,01n KOH zużyta do zmiareczkowania	
			20 ml wyciągu	100 ml wyciągu
1	Bibuła produkcji krajowej	5,7	0,26	1,30
2	Bibuła Whatman nr 1	6,1	0,20	1,00
3	Bibuła Whatman nr 2	6,5	0,14	0,70
4	Bibuła Whatman nr 3	5,3	0,30	1,50
5	Bibuła Whatman nr 4	6,3	0,15	0,75
6	Bibuła Schleicher i Schüll nr 598 L	5,9	0,24	1,20
7	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2040 b G1	6,3	0,16	0,81
8	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2043 b G1	6,0	0,24	1,20
9	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2045 a G1	5,7	0,27	1,35
10	Bibuła Schleicher i Schüll nr 2045 b G1	6,0	0,21	1,05
11	Sączki Szwedzkie OB	6,0	0,22	1,10
12	Sączki Szwedzkie O	6,0	0,22	1,10
13	Sączki Szwedzkie OO	6,1	0,19	0,95
14	Sączki Weich 388	5,5	0,30	1,50

tlenku potasowego wobec fenoltaleiny, a następnie obliczano ilość ml 0,01 n roztworu wodorotlenku potasowego, potrzebną do zobojętnienia 100 ml 5% wyciągu. Otrzymane wyniki podano w tabeli 4.

Wnioski

1. Przebadane bibuły filtracyjne nie zawierają kleju, jonów chlorokowych i formaldehydu. Zawierają niewielkie ilości żelaza. W bibule produkcji krajowej stwierdzono obecność skrobi.

2. Największą wytrzymałość mechaniczną posiada bibuła Whatman nr 3.

3. Sączki Szwedzkie OB, O, OO i Weich 388 zawierają tylko ślady popiołu.

† Największą zdolność filtracyjną posiadają sączki szwedzkie OB. najmniejszą bibuła Schleicher i Schüll nr 2045 a Gl.

5. Sączki Szwedzkie OB i Weich 388 nie zatrzymują bardzo drobnych osadów.

6. pH przebadanych bibuł waha się w granicach 5,3—6,5. pH 5,3 posiada bibuła Whatman nr 3, zaś pH 6,5 bibuła Whatman nr 2.

7. Bibuła produkcji krajowej posiada pH — 5,7, nie zatrzymuje bardzo drobnych osadów i zawiera dużą ilość popiołu.

PIŚMIENNICTWO

1. Farmakopea Polska III, PZWL, Warszawa 1954.
2. Browning B. L.: The Chemical Analysis of Paper. A Survey of Literature and Methods, Tappi, 39, 161, 1956.
3. Byczkowski S.: Chemiczna analiza toksykologiczna, PZWL, Warszawa 1957, 95.
4. Hagers Handbuch der Pharmazeutischen Praxis, 1-Band, 1949, 917.
5. Hubicki W., Pasternak A.: Tablice analizy jakościowej, PWN, Warszawa 1954, 112.
6. Informator firmy Schleicher i Schüll: Über Chromatographische und Elektrophoretische Filtrierpapier 1960.
7. Kieruczenkova A.: Emulsje farmaceutyczne i metyloceluloza jako emulgator, F.I.W.I.A. im. prof. Koskowskiego, Warszawa 1950, 21.
8. Kwiatkowski A., Urski Z.: Ćwiczenia z technologii chemicznej drewna. PWN, Łódź 1956, 116.
9. Leszczyński S.: Filtracja w przemyśle chemicznym, PWT, Warszawa 1958, 64—66.
10. Modrzejewski F.: Farmacja stosowana, PZWL, Warszawa 1961, 40.
11. Nikitin W.: Chemia drewna i celulozy, PWRiL, Warszawa 1955, 402.
12. Sawicki F.: Papier i jego właściwe zastosowanie, PWG, Warszawa 1954, 81.

РЕЗЮМЕ

Авторы исследовали 15 разных фильтровальных бумаг, в том числе бумагу местной продукции. Произвели качественные исследования на содержимость хлоридов, железистых солей, клея, формальдегида, целлюлоза, метилцеллюлоза и крахмала, обозначили толщину и грамматуру фильтровальных бумаг, механическую выносливость, содержание золы и влаги, содержание α , β , γ целлюлозы, скорость сочения, проницаемость сульфата бария, а также pH и кислотность.

Полученные результаты сопоставлены в 4 таблицах. В заключительной части работы представлены выводы.

R É S U M É

Les auteurs de ce travail ont soumis à l'examen 15 papiers buvards à filtrer, et dans ce nombre le papier buvard de production de pays. Ils ont fait les essais qualitatifs de la présence des chlorides, sels de fer, colle, formaldéhyde, cellulose, méthylcellulose et amidon. Ils ont défini l'épaisseur et la grammature des papiers buvards examinés, la résistance mécanique, le contenu de cendre et d'humidité, le contenu de α , β et γ cellulose, la vitesse de filtration, la perméabilité du barite, de même que le pH et l'acidité.

Les résultats obtenus sont présentés dans quatre tableaux. Les conclusions se trouvent à la fin du travail.

Pracę otrzymano 19 III 1963
