

Úloha č. 3: DŘEVO A POLYSACHARID CELULOSA

A. STANOVENÍ ROZPUSTNOSTI CELULOS V HYDROXIDU SODNÉM

Pomůcky:

Erlenmayerova baňka 250 ml (2x), Petriho miska (2x), odměrný válec 100 ml, nálevka (3x), vaříč, teploměr s rozsahem do 100°C, pH papírky,

Zkušební vzorek:

celulosa (bavlněný plášť, sisalový, jutový či konopný provaz, papírovina...)

Chemikálie:

1% vodný roztok NaOH, 10% vodný roztok CH₃COOH,

Pracovní postup:

1. Na analytických vahách navažte 2,0 g celulosy a přendejte do Erlenmayerovy baňky.
2. Do baňky přidejte 100 ml 1% NaOH zahřátého na 60 °C a promíchejte.
3. Na baňku nasadte nálevku a zahřívejte na vroucí vodní lázni v digestoři cca 1 h. Pravidelně obsah baňky v desetiminutových intervalech promíchávejte.
4. Obsah baňky zfiltrujte na Büchnerově nálevce přes předem zvážený filtrační papír.
5. Baňku promyjte 60 ml horké vody a vylijte na filtr.
6. Filtrační koláč promyjte 50 ml 10% CH₃COOH a následně horkou vodou až do neutrální reakce filtrátu. Pomocí pH papírku ověřte pH filtrátu.
7. Filtrační koláč vyjměte z Büchnerovy nálevky, vložte do předem zvážené Petriho misky s víčkem a sušte nejméně 90 min do konstantní hmotnosti v sušárně vyhřáté na 103 °C ± 2 °C.

Vyhodnocení a závěr:

1. Vypočítejte obsah (v %) nerozpustné celulózy ve vzorku dle vzorce:

$$w_{cel} = \frac{m_1}{m_0} \cdot 100$$

kde w = obsah celulosy v %; m_0 = hmotnost celulosy v g; m_1 = hmotnost rozpuštěné celulosy v g.

2. Vypočítejte obsah nerozpustné celulózy přepočtený na absolutně suchou celulózu ze vzorce:

obsah suché nerozpustné celulosy = obsah nerozpustné celulosy · f

$$f = \frac{100}{100 - \text{vlhkost celulosy (\%)}}$$

Obsah rozpustné celulózy vtažený na absolutně suchou celulózu lze pak stanovit přepočtem:

$$C_{rozp} (s) = 100 - C_{nerozp} (s)$$

Jako výsledek uveďte obsah rozpustné a nerozpustné celulózy. Vzájemně porovnejte několik vzorků (filtrační papír, vatu, tampóny, patronu, plášť apod.)

B. STANOVENÍ VLHKOSTI DŘEVA

Pomůcky:

sušárna, analytické váhy, exsikátor, kádinky, Petriho misky (2x), lžička

Zkušební vzorek:

dřevěné piliny

Postup práce:

1. Na analytických vahách zvažte suchou kádinku. Navažte do ní cca 1 g pilin.
2. Kádinku přikryjte Petriho miskou a dejte vysušit do sušárny při 105 °C po dobu 2h.
3. Kádinku i s víčkem nechte v exsikátoru vychladnout a kádinku s obsahem zvažte (na analytických vahách).
4. Tento postup dále opakujte v intervalu po 1h, dokud se nebude hmotnost vzorku pohybovat v rozmezí 0,2 mg.

Vyhodnocení a závěr:

Vlhkost ve vzorku dřeva vypočítejte ze vzorce:

$$v = \frac{B - C}{B - A} \cdot 100$$

kde v = vlhkost dřeva v %, A = hmotnost prázdné kádinky v g, B = hmotnost kádinky se vzorkem před vysušením v g, C = hmotnost kádinky se vzorkem po vysušení v g

Obsah vlhkosti dřeva vyjádřete aritmetickým průměrem ze dvou souběžných stanovení.

C. PŘÍPRAVA NITRÁTU CELULOSY

Pomůcky:

Erlenmayerova baňka 250 ml,

Zkušební vzorky:

Vata, celuloza

Chemikálie:

HNO₃, H₂SO₄, ethanol, kafr, aceton

Pracovní postup:

1. V Erlenmayerově baňce v digestoři opatrně připravte nitrační směs smícháním 12 ml HNO₃ s 20 ml H₂SO₄.
2. Nitrační směs ochlaďte v ledové vodní lázni na teplotu 20 °C.
3. Asi 1 g vaty (celulózy) vhodte do nitrační směsi, baňku uzavřete plastovou zátkou a asi 5 minut promíchejte.
4. Vatu opatrně vyjměte z nitrační směsi do kádinky s vodou, kde ji pořádně properte (vodu alespoň 2x vyměňte).
5. Vypranou nitrovanou vatu vysušte mezi filtračními papíry a dosušte v mírně zapnuté sušárně (případně ponechte vyschnout do dalšího cvičení).
6. Nitrovanou celulózu rozdělte na 4 části.
7. Porovnejte rozpustnost nitrocelulózy a celulózy v acetonu.
8. Porovnejte rozpustnost nitrocelulózy a celulózy v ethanolu.
9. Odeberte 0,5 g nitrocelulózy. Ve zkumavce rozpustte 0,1 g kafru v 8 ml acetonu. Do připraveného roztoku vhodte 0,5 g nitrocelulózy ovlhčeného ethanolem. Zkumavku uzavřete a důkladně promíchejte.
10. Viskózní roztok nalijte na Petriho misku, uložte do digestoře a nechte do dalšího cvičení vyschnout. Na Petriho misce vznikne průsvitný film z celuloidu.
11. Čtvrtý (zbylý) kousek vaty jen opatrně položte na žíhací síťku (odvážní na rozevřenou dlaň) a zapalte.

Závěr:

Porovnejte rozpustnost celulózy a nitrocelulózy, запиšte proces nitrace celulózy chemickou rovnicí (včetně přípravy nitrační směsi).

D. SIMULACE VÝROBY PERGAMENOVÉHO PAPÍRU

Pomůcky:

kádinky 600 ml (2x), pinzeta, filtrační papír

Chemikálie:

96% H₂SO₄, NH₃

Pracovní postup:

1. Ve skleněné vaně (velké kádince) opatrně smíchejte 30 ml 96% H₂SO₄ s 15 ml ledové destilované vody. Roztok chlaďte v ledové lázni na cca 5 °C.
2. Z filtračního papíru vystříhnete několik stejně velkých dílů.
3. První díl papíru ponořte pomocí pinzety do chladného roztoku H₂SO₄ a ihned po vyjmutí jej vložte do kádinky s destilovanou vodou s 10 kapkami NH₃.
4. Papír nechte alespoň 5 min propírat a poté nechte usušit na hladkém povrchu.
5. Postup 3. a 4. opakujte – vzorek papíru nechte v kyselině různě dlouho

Závěr:

Srovnajte vlastnosti papíru ponořeného a neponořeného do H₂SO₄ (mechanickou pevnost, pružnost, smáčivost).

E. STANOVENÍ VLHKOSTI CELULOSY

Pomůcky:

sušárna, analytické váhy, exsikátor, váženka (2x), lžička

Zkušební vzorek:

celulóza (bavlna sepraná, sisalový, jutový či konopný provaz ...)

Pracovní postup:

1. Na analytických vahách zvažte prázdnou váženku a váženku s asi 1 g celulózy.
2. Váženku s celulózou vložte do vyšší kádinky a kádinku umístěte do sušárny vyhřáté na teplotu 103 °C po dobu nejméně 2 hodin.
3. Váženku vyjměte ze sušárny a vložte do exsikátoru, kde ji ponechte vychladnout na laboratorní teplotu.
4. Váženku se vzorkem zvažte na analytických vahách a opět umístěte do kádinky v sušárně.
5. Celý postup od bodu 2 opakujte do doby, než bude mít vysušený vzorek konstantní hmotnost v rozmezí 0,2 mg.

Vyhodnocení a závěr:

Vlhkost celulózy se vypočte podle vzorce:

$$v = \frac{B - C}{B - A} \cdot 100$$

kde v = vlhkost celulózy v %

A = hmotnost prázdné váženky v g,

B = hmotnost váženky se vzorkem celulózy před vysušením v g

C = hmotnost váženky se vzorkem celulózy po vysušení v g

Obsah vlhkosti celulózy vyjádřete aritmetickým průměrem ze dvou souběžných stanovení.

F. STANOVENÍ LIGNINU VE DŘEVĚ (metoda podle Komarova)

Pomůcky:

váženka, odměrný válec 25 ml a 250 ml, fritra (2x), varná baňka 500 ml (2x), topné hnízdo 500 (2x), zpětný chladič (2x), vaříč, hodinové sklo

Zkušební vzorek:

dřevěné piliny vysušené při 105 °C (z předešlé úlohy)

Chemikálie:

72% vodný roztok H₂SO₄,

Pracovní postup:

1. Na analytických vahách navažte 1 g suchých dřevěných pilin a kvantitativně převed'te do kádinky
2. Přidejte 15 ml 72% H₂SO₄, přikryjte hodinovým sklem a na 2 hodiny umístěte na vodní lázeň vytemperovanou na 25 °C.
3. Vzorek pravidelně promíchejte tyčinkou
4. Poté směs opatrně přelijte do 500 ml varné baňky se 150 ml vody a vařte pod zpětným chladičem 1 hodinu.
5. Lignin ve formě tmavohnědého prášku nechte usadit na dně baňky a filtrujte přes předem zváženou fritu. Filtrační koláč promyjte 50 ml horké vody.
6. Fritu s izolovaným ligninem sušte v sušárně při teplotě 105 °C do konstantní hmotnosti

Výpočet:

Obsah ligninu ve dřevě lze stanovit dle vzorce:

$$L = \frac{m_L}{m} \cdot 100$$

kde L = obsah ligninu ve dřevě v %,

m_L = hmotnost ligninu na filtračním kelímku v g,

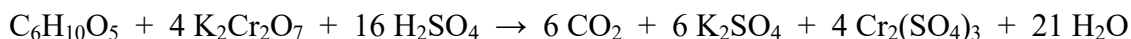
m = navážka vzorku dřevěných pilin v g.

Závěr:

Uveďte vypočtený obsah ligninu ve vzorku. Na základě tabulky v teoretické části odhadněte, zda piliny pocházely z listnatého či jehličnatého stromu.

G. STANOVENÍ α CELULOSY (metodou dle Klaudivce)

Princip:



Pomůcky:

Erlenmayerova baňka 100 ml (4x), odměrný válec 5 ml, 10 ml (2x), 50 ml, 100 ml, lžička, odměrná baňka 100 ml (4x), pipeta 5 ml, 20 ml, fritka S1 (2x), vaříč, nálevka střední (2x).

Chemikálie:

96% H_2SO_4 p.a., 17,5% vodný roztok NaOH, 0,2 M vodný roztok $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 5% vodný roztok KI, 1 M vodný roztok $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ – **pozor toxická látka!!**

Pracovní postup:

1. Na analytických vahách navažte 3,0 g celulosy.
2. Celulosu přeneste do 75 ml Erlenmayerovy baňky
3. Přidejte 40 ml 17,5% NaOH o teplotě $20 \pm 0,2$ °C
4. Intenzivně třepejte v ruce až se obsah baňky rozvlákní a zhomogenizuje (cca 10 minut).
5. Nechte stát 15 minut při teplotě 20 °C, poté řádně ručně protřepte (cca 1 minutu) a nechte stát dalších 15 minut při teplotě 20 °C. Důkladně promíchejte lžičkou (1 minutu) a filtrujeme přes filtrační kelímek za odsávání.
6. Filtrační koláč promyjte 50 ml vody o teplotě 20 °C.
7. Filtrační roztok s promývací vodou nalijte do odměrné baňky (100 ml) a doplňte destilovanou vodou.
8. Odpipetujte 1 ml filtrátu do 50 ml Erlenmayerovy baňky, přidejte 2 ml 1 M $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ a 2 ml H_2SO_4 .
9. Povařte 1 minutu (varný kamínek!).
10. Erlenmayerovu baňku ochlaďte pod tekoucí vodou.
11. Obsah baňky přelijte do 25 ml odměrné baňky, doplňte destilovanou vodou po rysku, promíchejte.
12. Do titrační baňky napipetujte 25 ml roztoku, přidejte 100 ml vody a 10 ml 5% KI. Ve tmě nechte stát 5 min.
13. Titrujte 0,1 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ do žlutého zbarvení roztoku, poté přidejte 5 ml škrobového mazu a dotitrujte do modrého (až černého) zbarvení.

Vyhodnocení:

Obsah α -celulosy ($\alpha C_{\text{Klaudivc}}$) v % se vypočte ze vztahu:

$$\alpha C_{\text{Klaudivc}} = 100 - RS$$

RS je zjištěné procento rozpuštěné celulózy.

$$RS = \frac{V_1 \cdot 0,000675 \cdot N}{n_2} \cdot z \cdot 100$$

kde je V_1 = spotřeba 0,1 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ při titraci v ml, n_2 = navážka celulózy na stanovení v g, z = zředění (100), M = molarita roztoku $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, 0,000675... přepočítávací faktor na celulózu

Závěr:

Obsah α -celulosy vyjádřete jako aritmetický průměr ze tří titrací.

H. STANOVENÍ PODÍLU HOLOCELULOSY VE DŘEVĚ (metoda podle Wise)

Pomůcky:

Erlenmayerova baňka 250 ml (2x), nálevka, vodní lázeň, magnetická míchačka (2x), váženka (2x), vodní lázeň, odměrný válec 25, 50, 250 ml, vaříč, Petriho miska (2x),

Zkušební materiál:

Dřevěné piliny

Chemikálie:

ledová CH_3COOH , NaClO_4

Pracovní postup:

1. Na analytických vahách navažte 1,5 g dřevěných pilin a kvantitativně přeneste do Erlenmayerovy baňky
2. K pilinám přidejte magnetické míchadlo, 160 ml vroucí vody, 2,5 ml ledové kyseliny octové a 2,5 g NaClO_4
3. Baňku vložte do vroucí vodní lázně (kotlík) a za stálého míchání zahřívejte 40 minut.
4. Po 40 min znovu přidejte 2,5 ml ledové CH_3COOH a 2,5 g NaClO_4 a zahřívejte dalších 40 min
5. Po dalších 40 min. ještě jednou přidejte 2,5 ml ledové kyseliny octové a 2,5 g NaClO_4 a zahřívejte dalších 40 min
6. Po ukončení delignifikace baňku ochlaďte proudem tekoucí studené vody
7. Směs filtrujte přes předem zvážený filtrační papír (analytické váhy) na Büchnerově nálevce.
8. Filtrační koláč promyjte 2x 50 ml studené vody a pak 20 ml acetonu
9. Filtrační koláč izolované holocelulózy sušte na Petriho misce v sušárně vyhřáté na $105\text{ }^\circ\text{C}$ do konstantní hmotnosti.

Vyhodnocení a závěr:

Stanovte obsah holocelulózy ve dřevě dle vztahu:

$$H = \frac{V}{n} \cdot 100$$

$$H_s = H \cdot f (\%)$$

$$f = \frac{100}{100 - v}$$

kde je H = obsah holocelulózy ve dřevě v %

H_s = obsah holocelulózy ve dřevě v % přepočtený na sušinu dřeva

V = hmotnost vláknitého materiálu (holocelulózy) na filtračním kelímku v g

n = navážka vzorku dřeva v g

f = přepočítávací faktor na sušinu

v = vlhkost dřeva v %

Jako výsledek uveďte obsah holocelulózy ve dřevě a v sušině dřeva.

I. STANOVENÍ α CELULOSY (metodou dle Tappiho)

Pomůcky:

kádinka 250 ml (2x), odměrný válec 10 ml, 50 ml (2x), hodinové sklíčko, filtrační kelímek S1 (2x), kádinka 400 ml, nálevka střední (2x),

Zkušební vzorek:

Celulosa čistá, filtrační papír

Chemikálie:

10% vodný roztok CH_3COOH , 17,5% vodný roztok NaOH ,

Pracovní postup:

1. Do 250 ml kádinky navažte na analytických vahách cca 3 g celulózy.
2. K celulóze přilijte 35 ml 17,5% NaOH o teplotě $20 \pm 0,2$ °C a nechte 3 minuty stát
3. Poté za pomoci skleněné tyčinky 3 minuty míchejte a rozvláknujte.
4. Po 3 minutách přilejte dalších 10 ml 17,5% NaOH a rozvláknujte 2,5 minuty.
5. Opět přidejte 10 ml 17,5% NaOH a rozvláknujte 3 minuty.
6. Dále přilejte 10 ml 17,5 % NaOH a rozvláknujeme již jen 1 minutu.
7. Kádinku přikryjte hodinovým sklíčkem a nechte stát 25 minut.
8. Přidejte 25 ml vody o teplotě 20 °C a dobře promíchejte lžičkou (cca 1 minutu)
9. Rozvlákněnou celulózu filtrujte přes předem zváženou a vysušenou fritu.
10. Filtrační zbytek promyjte 300 ml vody o teplotě $20 \pm 0,2$ °C za stálého odsávání.
11. Odsávání přerušte a na filtrační zbytek nalijte 40 ml 10% CH_3COOH o teplotě $20 \pm 0,2$ °C a nechte 5 minut reagovat.
12. Kyselinu odsajte a zbytek na fritě opět promyjte 300 ml vody o teplotě 20 °C.
13. Kelímek se zbytkem sušte v sušárně při teplotě 103 ± 2 °C do konstantní hmotnosti.
14. Po vychladnutí v exsikátoru zvažte.

Vyhodnocení a závěr:

Stanovte obsah α -celulózy (αC_{TAPPI}) v [%] dle vzorce:

$$\alpha C_{TAPPI} = \frac{m_1}{n_1} \cdot 100$$

kde je m_1 = hmotnost α celulózy po vysušení v g, n_1 = navážka celulózy na stanovení v g.

Závěr:

Obsah α -celulosy vyjádřete jako aritmetický průměr ze tří měření.