

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД
«УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ХІМІКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ
УНІВЕРСИТЕТ»

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ
ДО ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ З КУРСУ
«ХІМІЯ ДЕРЕВИНИ»
ДЛЯ СТУДЕНТІВ ІІІ КУРСУ ЗА НАПРЯМОМ ПІДГОТОВКИ
6.051301 – ХІМІЧНА ТЕХНОЛОГІЯ ІЗ СПРЯМУВАННЯМ НА
СПЕЦІАЛЬНІСТЬ «ХІМІЧНІ ТЕХНОЛОГІЇ ПЕРЕРОБКИ ДЕРЕВИНИ ТА
РОСЛИННОЇ СИРОВИНИ»

Затверджено на засіданні
кафедри ХТВМС.
Протокол № 12 від 24.06.15.

Дніпропетровськ УДХТУ 2015

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з курсу «Хімія деревини» для студентів III курсу за напрямом підготовки 6.051301 – хімічна технологія із спрямуванням на спеціальність «Хімічні технології переробки деревини та рослинної сировини» / Укл. Ю. М. Кобельчук. – Дніпропетровськ: ДВНЗ УДХТУ, 2015. – 10 с.

Укладач: Ю. М. Кобельчук, канд. хім. наук

Відповідальний за випуск О. В. Черваков, д-р техн. наук

Навчальне видання

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до виконання лабораторних робіт з курсу «Хімія деревини»
для студентів III курсу за напрямом підготовки
6.051301 – хімічна технологія із спрямуванням на спеціальність «Хімічні
технології переробки деревини та рослинної сировини»

Укладач КОБЕЛЬЧУК Юрій Михайлович

Редактор Л.М. Тонкошкур
Коректор Л.Я. Гоцуцова

Підписано до друку 11.11.15. Формат 60×84 1/16. Папір ксерокс. Друк різнограф.
Умовн.-друк. арк. 0,47. Облік.-вид. арк. 0,52. Тираж 100 прим. Зам. № 68.

Свідоцтво ДК № 303 від 27.12.2000.

ДВНЗ УДХТУ, 49005, м. Дніпропетровськ-5, просп. Гагаріна, 8.

Видавничо-поліграфічний комплекс ІнКомЦентру

1. ПИТАННЯ ДЛЯ ПІДГОТОВКИ ТА КОНТРОЛЮ ЗНАНЬ

Хімічний склад деревини.

Вуглеводна частина деревини. Хімічна будова целюлози, її конформації та надмолекулярні структури. Вилучення целюлози з деревини.

Геміцелюлози, пентозани та гексозани, їх будова, визначення у деревині, вилучення з деревини, використання.

Лігнін, структурні одиниці, функціональні групи, основні типи зв'язків та структур. Реакції лігніну.

Екстрактивні речовини деревини, класифікація та склад.

Гідроліз деревини.

2. ЛАБОРАТОРНІ РОБОТИ

Робота 1. Визначення вологості деревини висушуванням.

Вихідні матеріали: тирса певної породи деревини.

Устаткування: скляний бюкс, сушильна шафа, ексікатор з сірчаною кислотою.

Чистий пустий бюкс (разом з кришкою у відкритому вигляді) висушують у сушильній шафі при температурі $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ до постійної маси. Наважку тирси масою близько 1 г сушать у бюксі протягом 3 годин. Перед вилученням з сушильної шафи бюкс закривають кришкою, ставлять у ексікатор і після охолодження зважують. Перед зважуванням кришку бюкса на короткий час відкривають, щоб зрівняти тиск повітря. Повторюють сушіння по 1 годині з подальшим охолодженням та зважуванням до постійної маси.

Відносну вологість деревини у % розраховують за формулою:

$$W_{\text{відн}} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} \cdot 100.$$

де m – маса пустого бюкса, г;

m_1 – маса бюкса з наважкою до висушування, г;

m_2 – маса бюкса з наважкою після висушування, г;

Абсолютна вологість деревини у % розраховується за формулою:

$$W_{\text{абс}} = \frac{m_1 - m_2}{m_2 - m} \cdot 100.$$

Коефіцієнт сухості, що показує відносний вміст у пробі деревини абсолютно сухого матеріалу, розраховується за формулою:

$$K_{\text{сух}} = \frac{100 - W_{\text{вiдн}}}{100} = \frac{m_2 - m}{m_1 - m}.$$

В усіх подальших хімічних аналізах для розрахунку абсолютно сухої наважки множать на $K_{\text{сух}}$.

Робота 2. Визначення вологості деревини об'ємним методом.

Вихідні матеріали: толуол 125 мл; тирса певної породи деревини.

Устаткування: колба круглодонна місткістю 250 мл, насадка Діна-Старка, зворотний холодильник, електроплитка із закритою спіраллю.

Деревну тирсу, зважену з точністю до 0,01 г, поміщають у круглодонну колбу і заливають толуолом. Колбу з'єднують з градуйованою насадкою Діна-Старка та зворотним холодильником. Колбу нагрівають на електричній плитці.

Пара розчинника попадає у холодильник, конденсується і разом з водою стікає у насадку, де розділяється на два шари: нижній – вода, верхній – толуол. Швидкість перегонки толуолу регулюють нагріванням таким чином, щоб з холодильника в уловлювач стікали 2-3 краплі за секунду. Відгонку припиняють після того, як рівень води у насадці не змінюватиметься.

Після охолодження приладу визначають об'єм води і розраховують вологість деревини у %:

$$W_{\text{вiдн}} = \frac{a \cdot 100}{m},$$

$$W_{\text{абс}} = \frac{a \cdot 100}{m - a}.$$

де a – маса відігнаної води, г;

m – маса деревної тирси, г.

Робота 3. Визначення зольності деревини методом спалювання.

Вихідні матеріали: тирса певної породи деревини.

Устаткування: фарфоровий тигель з кришкою, муфельна піч, тигельні щипці, ексикатор.

Пустий фарфоровий тигель з кришкою пропікають у муфельній печі при температурі $(575 \pm 25)^\circ\text{C}$ до постійної маси. У тигель засипають наважку тирси масою 2-3 г. Тирса повинна займати не більше половини об'єму тигля. Обережно озолують пробу деревини на електричній плитці (у витяжній шафі) або на краю муфельної печі. Під час озолювання не можна допускати загоряння деревини, щоб запобігти втрат золи. Потім тигель із золою витримують у муфельній печі при температурі $(575 \pm 25)^\circ\text{C}$ протягом 3-4 годин (до повного вилучення вуглецю, про що свідчить відсутність чорних частинок). Тигель витягують з печі щипцями, закривають кришкою, дають трохи охолонути, після чого переносять у ексикатор. Після охолодження в ексикаторі тигель з золою

зважують та продовжують прожарювати по одній годині до досягнення постійної маси.

Вміст золи у % до абсолютно сухої деревини розраховують за формулою:

$$A = \frac{m_1 - m}{g} \cdot 100,$$

де m_1 – маса тигля з золою, г;

m – маса пустого тигля, г;

g – маса абсолютно сухої наважки деревини, г.

Робота 4. Визначення вмісту екстрактивних речовин у деревині.

Вихідні матеріали: тирса деревини певної породи; спиртотолуольна (1:2) суміш – 150 мл.

Устаткування: апарат Сокслета з колбою на 250 мл, гільза з фільтрувального паперу, пісочна баня, мірний циліндр, колба Вюрца на 250 мл, прямий холодильник, сушильна шафа, піпетка на 10 мл.

Наважку повітряно-сухої тирси з відомою вологістю масою 6-7 г загортають у гільзу з фільтрувального паперу. Гільзу з тирсою вставляють у насадку для екстрагування апарата Сокслета, причому рівень тирси у гільзі повинен бути на 1-1,5 см нижчий за рівень сифонної трубки. У колбу заливають спиртотолуольну суміш, складають апарат і ставлять його на пісочну баню. Температуру бані регулюють таким чином, щоб зливання через сифонну трубку відбувалося через кожні 10 хвилин. Екстрагування продовжують протягом 2 годин. Потім апарат знімають з бані, охолоджують, від'єднують насадку від колби та холодильника. Розчин переливають у мірний циліндр і визначають загальний об'єм екстракту. З циліндра відбирають піпеткою на 10 мл 2 проби рідини для визначення вмісту смоляних кислот, а залишок виливають у колбу Вюрца, висушену попередньо до постійної маси, і відганяють розчинник на пісочній бані через прямий холодильник. Колбу із смолою висушують у сушильній шафі при температурі $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ до постійної маси.

Кількість екстрактивних речовин у % до абсолютно сухої деревини розраховують за формулою:

$$E = \frac{m_1 - m}{g} \cdot 100,$$

де m_1 – маса колби із смолою, г;

m – маса пустої колби, г;

g – маса абсолютно сухої наважки деревини, г.

Тирсу після екстракції висушують у сушильній шафі при температурі $(103 \pm 2)^\circ\text{C}$ до постійної маси і розраховують кількість екстрактивних речовин за зменшенням маси тирси:

$$E = \frac{g - g_1}{g} \cdot 100,$$

де g_1 – маса абсолютно сухої деревини після екстракції, г.

Для визначення вмісту смоляних кислот у деревині 10 мл розчину після екстракції вносять у конічну колбу на 250 мл, додають 15 мл етилового спирту і 2-3 краплі фенолфталеїну. Розчин титрують 0,1 н. спиртовим розчином гідроксиду калію.

Вміст смоляних кислот у %:

$$x = \frac{a \cdot K \cdot 0,01795 \cdot V \cdot 100}{g \cdot V_{np}},$$

де a – об'єм розчину лугу, витрачений на титрування, мл;

K – поправковий коефіцієнт розчину лугу;

0,01795 – маса смоляних кислот, що відповідає 1 мл 0,1 н. розчину гідроксиду калію, г;

V – загальний об'єм екстракту, мл;

g – маса абсолютно сухої наважки деревини, г;

V_{np} – об'єм екстракту, взятого для титрування, мл.

Робота 5. Визначення вмісту целюлози у деревині азотнокислоспиртовим методом.

Вихідні матеріали: тирса деревини певної породи; етиловий спирт – 48 мл; азотна кислота (густина 1,4 г/см³) – 12 мл.

Устаткування: конічна колба місткістю 250 мл, зворотний холодильник, водяна баня, скляний фільтр.

У конічну колбу завантажують наважку повітряно-сухої тирси масою 1 г і додають 25 мл азотнокислоспиртової суміші (1:4). До колби приєднують зворотний холодильник і кип'ятять тирсу із сумішшю на водяній бані протягом 1 години. Не можна допускати дуже бурхливого кипіння. Через 1 годину знімають колбу з бані, охолоджують і обережно зливають через висушений до постійної маси скляний пористий фільтр. Тирсу, яка залишається на фільтрі, змивають назад у колбу свіжою азотнокислоспиртовою сумішшю у кількості 25 мл і знову кип'ятять у колбі із зворотним холодильником протягом 1 години.

Потім целюлозу відфільтровують на висушеному до постійної маси скляному пористому фільтрі, промивають 10 мл свіжої азотнокислоспиртової суміші, а потім гарячою водою. Під час промивання ретельно змивають усю целюлозу з колби на фільтр. Промивання ведуть до нейтральної реакції фільтрату. Фільтр з целюлозою сушать у сушильній шафі при температурі (103±2)°С до постійної маси.

Кількість «сирої» целюлози у % до абсолютно сухої деревини розраховують за формулою:

$$C = \frac{m_1 - m}{g} \cdot 100,$$

де m_1 – маса фільтра з целюлозою, г;

m – маса пустого фільтра, г;

g – маса абсолютно сухої наважки деревини, г.

Для розраховування масової частки чистої целюлози вносять поправку на залишкові пентози. Для цього кількість «сирої» целюлози множать на поправковий коефіцієнт:

$$\frac{100 - P}{100},$$

де P – масова частка залишкових пентозанів у целюлозі, %.

Звичайно у целюлозі, що вилучена з деревних порід помірної кліматичної зони, залишається 5-6% пентозанів для деревини хвойних порід та 9-10% – для листяних.

Робота 6. Визначення вмісту полісахаридів, що легко гідролізуються.

Вихідні матеріали: тирса деревини певної породи; кислота соляна 2%-на – 200 мл; водний 20%-ний розчин гідроксиду натрію; розчин йоду 0,1 н.; розчин гідроксиду натрію 0,1 н.; розчин тіосульфату натрію 0,1 н.; розчин сірчаної кислоти 1:4; розчин крохмалю 1%-ний.

Устаткування: колба конічна місткістю 500 мл, зворотний холодильник, електрична плитка, колби мірні на 500 та 100 мл, піпетки на 50 та 10 мл, лійка Бюхнера, циліндр мірний на 50 мл; бюретка на 25 мл.

Наважку повітряно-сухої тирси масою близько 5 г поміщають у конічну колбу на 500 мл, додають розведену соляну кислоту і кип'ятять із зворотним холодильником на електричній плитці протягом 3 годин. Для регулювання кипіння під колбу підкладають азбестову сітку або колбу піднімають над плиткою. Після закінчення нагрівання тирсу фільтрують на лійці Бюхнера з паперовим фільтром. Залишок на фільтрі промивають гарячою водою до нейтральної реакції фільтрату і використовують для визначення вмісту полісахаридів, що важко гідролізуються.

Фільтрат та промивні води збирають у мірну колбу на 500 мл та доводять об'єм до мітки. З мірної колби відбирають піпеткою 50 мл гідролізату, зливають його у конічну колбу на 250 мл і нейтралізують 20%-ним розчином гідроксиду натрію до нейтральної реакції у присутності фенолфталеїну. Розчин переносять у мірну колбу на 100 мл і доводять до мітки дистильованою водою. Нейтралізований гідролізат використовують для визначення сахарів.

Для цього 1 мл гідролізату відбирають піпеткою і зливають у конічну колбу на 250 мл, приливають 10 мл 0,1 н. розчину йоду. Потім циліндром додають 30 мл 0,1 н. розчину гідроксиду натрію. Колбу закривають, вміст її перемішують. Колір рідини після додавання лугу з червоно-бурого переходить

у солом'яно-жовтий, що свідчить про утворення гіпойодиду натрію. Через 10 хвилин у колбу додають циліндром 20 мл розведеної сірчаної кислоти (1:4), вміст перемішують і через 10 хвилин титрують йод, який не вступив до реакції, розчином тіосульфату натрію до зникнення основної кількості йоду. Коли колір рідини стане світло-жовтим, приливають декілька крапель розчину крохмалю і титрують далі до зникнення синього забарвлення. Паралельно проводять контрольний аналіз, беручи замість гідролізату 10 мл дистильованої води.

Вміст полісахаридів, що легко гідролізуються, у розрахунку на структурну одиницю глюкопіранози у %:

$$Л = \frac{(a_1 - a_2) \cdot 0,0081 \cdot V_1 \cdot V_2 \cdot 100}{V_1 \cdot V_2 \cdot g},$$

де a_1 – об'єм розчину тіосульфату натрію, витрачений на титрування контрольної проби, мл;

a_2 – об'єм розчину тіосульфату натрію, витрачений на титрування робочої проби, мл;

0,0081 – маса глюкопіранози, що відповідає 1 мл 0,1 н. розчину тіосульфату натрію, г;

V_1 – об'єм першого розведення, мл;

V_2 – об'єм другого розведення, мл;

v_1 – об'єм розчину, взятий після першого розведення;

v_2 – об'єм розчину, взятий після другого розведення;

g – маса абсолютно сухої наважки деревини, г.

Робота 7. Визначення вмісту полісахаридів, що важко гідролізуються.

Вихідні матеріали: залишок деревини з попередньої роботи; сірчана кислота 80%-на – 40 мл; 20%-ний розчин гідроксиду натрію; розчин йоду 0,1 н.; розчин гідроксиду натрію 0,1 н.; розчин тіосульфату натрію 0,1 н.; розчин сірчаної кислоти 1:4; розчин крохмалю 1%-ний.

Устаткування: склянка місткістю 100 мл, конічна колба місткістю 1000 мл, зворотний холодильник, електрична плитка, мірні колби на 100 та 1000 мл, піпетка на 50 та 10 мл, лійка Бюхнера, циліндр мірний на 50 мл, бюретка на 25 мл.

Залишок деревини після гідролізу полісахаридів, що легко гідролізуються, кількісно переносять з фільтра у склянку місткістю 100 мл і сушать на повітрі протягом 1-2 тижнів або у сушильній шафі при 50-60°C приблизно до повітряно-сухого стану. Тирсу заливають 80%-ною сірчаною кислотою і витримують при кімнатній температурі протягом 3 годин, періодично перемішуючи склянкою паличкою. Суміш із склянки кількісно переносять у конічну колбу місткістю 1000 мл, змиваючи дистильованою водою кількістю 600 мл. Колбу приєднують до зворотного холодильника і кип'ятять при слабкому кипінні протягом 3 годин. Після закінчення додаткового гідролізу фільтрують розчин через лійку Бюхнера з паперовим

фільтром. Залишок на фільтрі промивають малими порціями гарячої води до нейтральної реакції. Фільтрат та промивні води переносять у мірну колбу місткістю 1000 мл. Після охолодження доводять до мітки дистильованою водою.

З одержаного розчину відбирають піпеткою 50 мл пробу у мірну колбу на 100 мл, обережно нейтралізують 20%-ним розчином гідроксиду натрію у присутності метилоранжу. Об'єм розчину доводять до мітки, перемішують, відбирають піпеткою 10 мл розчину і визначають вміст полісахаридів за методикою роботи 6.

Робота 8. Визначення вмісту лігніну у деревині.

Вихідні матеріали: тирса, попередньо звільнена від екстрактивних речовин (одержана у роботі 4); розчин хлориду цинку у соляній кислоті (40 г хлориду цинку на 60 мл соляної кислоти) – 20 мл.

Устаткування: колба місткістю 500 мл, зворотний холодильник, водяна баня, скляний фільтр, сушильна шафа.

Тирсу, звільнену від екстрактивних речовин, з відомою вологістю (після екстракції та сушіння від розчинника її можна вважати абсолютно сухою), масою 2-3 г завантажують у колбу, заливають 20 мл розчину хлориду цинку, перемішують, ставлять на водяну баню і витримують 30 хвилин при температурі 45°C. Потім до суміші додають 300 мл води і кип'ятять із зворотним холодильником протягом 1 години, після чого фільтрують через попередньо зважений скляний фільтр. Залишок на фільтрі промивають декілька разів водою, сушать при температурі (103±2)°C до постійної маси.

Розраховують вміст лігніну у % до абсолютно сухої деревини за формулою:

$$L = \frac{(m_1 - m) \cdot (100 - E)}{g \cdot 100},$$

де m_1 – маса фільтра з лігніном, г;

m – маса пустого фільтра, г;

g – маса тирси, г;

E – кількість екстрактивних речовин у деревині, %.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Гупало, О. П. Хімія деревини [Текст] / О. П. Гупало, О. Г. Тушницький. – К.: Знання, 2008. – 276 с.
2. Никитин, В. М. Химия древесины и целлюлозы [Текст] / В. М. Никитин, А. В. Оболенская, В. П. Щеголев. – М.: Лесная промышленность, 1978. – 368 с.
3. Кленкова, Н. И. Структура и реакционная способность целлюлозы [Текст] / Н. И. Кленков. – Л.: Наука, 1976. – 296 с.
4. Роговин, З. А. Химия целлюлозы [Текст] / З. А. Роговин. – М.: Химия, 1972. – 520 с.
5. Химия древесины [Текст] : пер. с финского / под редакцией М. А. Иванова. – М.: Лесная промышленность, 1982. – 400 с.
6. Оболенская, А. В. Лабораторные работы по химии древесины и целлюлозы [Текст] / А. В. Оболенская, З. П. Ельницкая, А. А. Леонович. – М.: Экология, 1991. – 320 с.

