

**TRƯỜNG ĐẠI HỌC BÁCH KHOA HÀ NỘI**  
**VIỆN KỸ THUẬT HÓA HỌC**

----- oOo -----



**BÁO CÁO**  
**THÍ NGHIỆM CHUYÊN NGÀNH**  
**CH4444**

Sinh viên thực hiện	: Phạm Thị Thảo
MSSV	: 20163792
Lớp	: KTHH-04
Khóa	: K61
Giảng viên hướng dẫn	: TS. Nguyễn Thị Minh Phương

**Hà Nội – 6/2020**

## MỤC LỤC

LỜI CẢM ƠN.....	3
<b>PHẦN I: PHÂN TÍCH HÓA HỌC GỖ.....</b>	<b>4</b>
BÀI 1: CHUẨN BỊ NGUYÊN LIỆU GỖ CHO PHÂN TÍCH THÀNH PHẦN HÓA HỌC .....	4
BÀI 2: XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẤY KHÔ.....	5
BÀI 3. XÁC ĐỊNH ĐỘ TRO CỦA GỖ BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐỐT .....	7
BÀI 4. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CÁC CHẤT TRÍCH LY BẰNG DUNG MÔI HỮU CƠ .....	9
BÀI 5. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CÁC CHẤT TAN TRONG NƯỚC LẠNH .....	12
BÀI 6. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CÁC CHẤT TAN TRONG NƯỚC NÓNG.....	14
BÀI 7. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG XENLULOZA TRONG GỖ .....	16
BÀI 8. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG LIGNIN TRONG GỖ.....	19
BÀI 9: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PENTOZAN TRONG GỖ .....	22
BÀI 10: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CÁC CHẤT TAN TRONG DUNG DỊCH NAOH 1% .....	24
BÀI 11. XÁC ĐỊNH PH NƯỚC CHIẾT .....	<b>Error! Bookmark not defined.</b>
<b>PHẦN II: PHÂN TÍCH XENLULOZA KỸ THUẬT .....</b>	<b>26</b>
BÀI 1: XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM CỦA BỘT XENLULOZA BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẤY .....	26
BÀI 2: XÁC ĐỊNH ĐỘ TRO CỦA XENLULOZA BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐỐT .....	28
BÀI 3: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG $\alpha$ -XENLULOZA TRONG BỘT XENLULOZA TẮY TRẮNG.....	30
BÀI 4: XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG LIGNIN TRONG BỘT XENLULOZA ĐÃ TẮY TRẮNG .....	32
<b>TỔNG KẾT .....</b>	<b>35</b>

## LỜI CẢM ƠN

“Học đi đôi với hành” một câu tục ngữ đã khá quen thuộc trong hành trình học tập của sinh viên. Để củng cố các kiến thức chuyên ngành, trong học phần Thí Nghiệm Chuyên Ngành CH4444, dưới sự hướng dẫn của cô Nguyễn Thị Minh Phương, Bộ môn CN Xenluloza - Giấy, trường ĐH Bách Khoa HN, em đã được làm các bài thí nghiệm về hóa học xenluloza và các bài thí nghiệm hóa học gỗ. Qua đó nắm rõ các thao tác thí nghiệm, dụng cụ thí nghiệm, an toàn trong phòng thí nghiệm, giúp e hiểu hơn về những kiến thức chuyên ngành. Biết cách xác định độ tro, độ ẩm, hàm lượng lignin, chưng cất pentoza....Em xin chân thành cảm ơn sự hướng dẫn tận tình của cô TS. Nguyễn Thị Minh Phương, cô đã truyền đạt các kiến thức rất bổ ích trong suốt học phần này. Trong quá trình làm thí nghiệm cũng như báo cáo thí nghiệm không tránh khỏi những sai sót và hạn chế, em mong nhận được sự nhận xét của cô.

Em xin chân thành cảm ơn!

*Hà Nội, ngày 15 tháng 6 năm 2020*

Sinh Viên

Phạm Thị Thảo

## PHẦN I. HÓA HỌC GỖ

### BÀI 1. CHUẨN BỊ NGUYÊN LIỆU GỖ CHO PHÂN TÍCH THÀNH PHẦN HÓA HỌC

Ngày thí nghiệm: 09/05/2020

Mẫu Thí nghiệm: mẫu 4 – Tre Hà Tĩnh, mẫu 5 – Nứa Nghệ An

#### 1. Mục đích thí nghiệm

- Chuẩn bị nguyên liệu có kích thước phù hợp cho phân tích thành phần hóa học.

#### 2. Trình tự tiến hành thí nghiệm

- Từ dăm mảnh gỗ được cung cấp, chuẩn bị kích thước phù hợp cho nghiền bằng cách trẻ nhỏ dăm mảnh.
- Nghiền bằng máy nghiền PTN
- Bột thu được đem sàng chọn qua sàng 0,5mm và còn lại trên sàng 0,25mm, thu khoảng 30 - 40g nguyên liệu.
- Đổ ra giấy, tản đều, để phơi trong khoảng 24-28 giờ cho bão hòa ẩm
- Sau thời gian trên thì đem bỏ vào lọ thủy tinh hoặc túi nilong kín.



Hình 1.1. Mẫu đã được nghiền và sàng chọn

## BÀI 2. XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẤY KHÔ

Ngày thí nghiệm: Ngày 9/5/2020

Mẫu Thí nghiệm: mẫu 4 – Tre Hà Tĩnh, mẫu 5 – Nứa Nghệ An

### 1. Mục đích thí nghiệm

Xác định độ ẩm của nguyên liệu gỗ khô gió, từ đó tính được độ khô của nguyên liệu.

### 2. Hóa chất và dụng cụ

- Chén cân có nắp: 4 cái
- Tủ sấy, bình hút ẩm, cân phân tích

### 3. Trình tự thí nghiệm

Cân khoảng  $1 \pm 0,1$ g bột gỗ khô gió, chính xác đến 0,1 mg (cân trực tiếp bằng chén cân có nắp đã được sấy ở  $105^{\circ}\text{C} \pm 3$  đến khối lượng không đổi). Cân 2 mẫu đồng thời để tiến hành song song. Đưa chén cân cùng bột gỗ vào tủ sấy khô và sấy ở  $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$  trong vòng 3-4 giờ. Khi sấy mở nắp chén cân, kết thúc thời gian sấy, đậy nắp chén cân, làm nguội trong bình hút ẩm từ 10-20 phút rồi tiến hành cân. Trước khi cân mở nắp chén cân để tạo cân bằng áp suất rồi đậy ngay lại, cân xong tiếp tục sấy thêm trong vòng 1 giờ, làm nguội, cân đến khối lượng không đổi.

### 4. Công thức tính toán

Độ ẩm tương đối của mẫu gỗ được tính theo công thức:

$$W = \frac{m_0 - (m_2 - m_1)}{m_0} \times 100 \%$$

Trong đó:  $m_0$  - khối lượng bột khô gió (g);

$m_2$  - Khối lượng chén và bột sau sấy (g);

$m_1$  - khối lượng chén cân (g);

W - độ ẩm tương đối (%)

Hệ số khô của bột gỗ được tính theo công thức:

$$K = \frac{100 - W}{100}$$

Độ khô của mẫu bột (%) =  $100K$

### 5. Kết quả thí nghiệm

Bảng 1.1. Xác định độ ẩm các mẫu

Mẫu	m <sub>2</sub> (g)	m <sub>1</sub> (g)	m <sub>0</sub> (g)	W (%)	K	W <sub>tb</sub> (%)	K <sub>tb</sub>	Độ khô (%)
4	31,43	30,464	1,028	6,031	0,9397	6,059	0,9394	93,94
	30,752	29,811	1,002	6,087	0,9391			
5	30,982	30,039	1,004	6,076	0,9392	6,051	0,9395	93,95
	28,338	27,371	1,029	6,025	0,9398			

**Tính toán:**

- Độ ẩm của mẫu 4.1, 4.2:

$$W_1 = \frac{1,028 - (31,43 - 30,464)}{1,028} \times 100\% = 6,031 \%$$

$$W_2 = \frac{1,002 - (30,752 - 29,811)}{1,002} \times 100\% = 6,087 \%$$

Nên  $W_{tb} = 6,059\%$

Hệ số khô của mẫu 4:

$$K = \frac{100 - 6,059}{100} = 0,9394$$

Độ khô của mẫu: 93,04%

- Độ ẩm của mẫu 5.1, 5.2:

$$W_1 = \frac{1,004 - (30,982 - 30,093)}{1,004} \times 100\% = 6,076\%$$

$$W_2 = \frac{1,029 - (28,338 - 27,371)}{1,029} \times 100\% = 6,025\%$$

Nên  $W_{tb} = 6,051\%$

Hệ số khô của mẫu 5:

$$K = \frac{100 - 6,051}{100} = 0,9395$$

Độ khô của mẫu: 93,95%

**6. Nhận xét:** Độ ẩm của mẫu gỗ cứng thường nhỏ hơn 15%. Như vậy kết quả thí nghiệm ở 2 mẫu thí nghiệm trên là phù hợp.

### **Bài 3. XÁC ĐỊNH ĐỘ TRO CỦA GỖ BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐỐT**

Ngày thí nghiệm: 09/05/2020

Mẫu Thí nghiệm: mẫu 4 – tre Hà Tĩnh, mẫu 5 – nứa Nghệ An

#### **1. Mục đích thí nghiệm**

- Xác định hàm lượng các chất vô cơ có trong mẫu.

#### **2. Hóa chất và dụng cụ**

- Chén nung bằng sứ có nắp: 4 cái
- Lò nung, bình hút ẩm, cân phân tích.

#### **3. Trình tự thí nghiệm**

Thực hiện thí nghiệm trong tủ hút.

Cho chén nung có nắp ở 575 °C vào lò nung để nung tới khối lượng không đổi: nung trong vòng 15-20 phút, sau đó lấy chén ra khỏi lò nung làm nguội bên ngoài trong 2-3 phút rồi cho vào bình hút ẩm 10-20 phút rồi cân lấy khối lượng.

Cân khoảng 2-3g bột gỗ khô gió (đã biết độ ẩm) chính xác tới miligam và cho vào chén nung đã biết khối lượng. Sau đó, đốt chén nung trên bếp điện cho thành tro (để lượng nguyên liệu trong chén không vượt quá ½ chén khi đốt) trong khoảng 30 phút.

Tiếp tục đưa chén vào lò nung ở nhiệt độ 600 °C trong vòng 6-7h tới khi cacbon đã cháy hết (khi không còn thấy tro đen trong chén nữa). Lấy chén ra, để nguội trên đế gạch men sạch trong không khí 2-3 phút, sau đó cho vào bình hút ẩm làm nguội 10-20 phút rồi mang đi cân lấy khối lượng.

#### **4. Công thức tính toán**

Hàm lượng tro (%) so với bột gỗ khô tuyệt đối được tính theo công thức:

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

Trong đó:

$m_1$ : khối lượng chén nung có tro (g);

$m$ : khối lượng chén nung không tro (g);

$g$ : khối lượng bột gỗ khô tuyệt đối (g);

Khối lượng bột gỗ khô tuyệt đối (g):

$$G = m_0 \times K \text{ (g)}$$

Trong đó:

K: hệ số khô

100K: độ khô (%)

### 5. Kết quả thí nghiệm

Kết quả thu được:

*Bảng 1.2. Xác định độ tro của mẫu tre, nứa*

Mẫu	m <sub>2</sub> (g)	m <sub>1</sub> (g)	m <sub>0</sub> (g)	K	G (g)	A (%)	A <sub>tb</sub> (%)
Tre	20,469	20,440	1,015	0,9394	0,954	3,04	3,22
	20,197	20,197	1,006		0,945	3,39	
Nứa	25,646	25,630	1,027	0,9395	0,965	1,66	1,94
	19,806	19,785	1,010		0,949	2,21	

### 6. Nhận xét:

Độ tro mẫu tre: 3,22 %

Độ tro mẫu nứa: 1,94 %

Độ tro mẫu 4 cao hơn mẫu 5, độ tro của cả hai mẫu đều khá thấp, phù hợp để lựa chọn làm nguyên liệu sản xuất giấy.

Kết quả thu được có sai số do trong quá trình thực nghiệm có thể xảy ra rơi vãi mẫu khi cân hoặc sai số do tính toán. Sai số này không đáng kể và kết quả tính toán là có thể chấp nhận.



## **Bài 4. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CÁC CHẤT TRÍCH LY BẰNG DUNG MÔI HỮU CƠ**

Ngày thí nghiệm: 09/05/2020

Mẫu Thí nghiệm: mẫu 4 – Tre Hà Tĩnh, mẫu 5 – Nứa Nghệ An

### **1. Mục đích thí nghiệm**

Xác định hàm lượng các chất trích ly trong gỗ bằng dung môi hữu cơ (etanol) trong bộ trích ly Xoclet.

### **2. Hóa chất và dụng cụ sử dụng**

- Cồn tuyệt đối: 400 ml;
- Mẫu bột gỗ khô gió: mẫu tre Hà Tĩnh, nứa Nghệ An
- Giấy lọc không tro: 2 tờ
- Bình cầu đáy phẳng: 250 ml
- Bộ trích ly Xoclet
- Sinh hàn ngược
- Bếp cách thủy ổn nhiệt
- Bộ chưng cất
- Bình hút ẩm, cân phân tích

### **3. Trình tự thí nghiệm**

Tiến hành mẫu bằng dung môi hữu cơ (etanol) trong bộ trích ly Xoclet.

Cân một lượng bột gỗ khô gió tương đương  $8.0 \pm 0.1$ g bột khô tuyệt đối, chính xác tới 0.1mg. Gói cẩn thận bằng giấy lọc thành một gói hình trụ, buộc chặt hai đầu bằng sợi chỉ trắng, sao cho có thể đặt và lấy ra khỏi ống trích ly một cách dễ dàng, còn chiều dài điều chỉnh sao cho khi đặt vào ống trích ly, đầu trên của nó phải cách mức trên của ống xifon khoảng 1.5cm.

Rót vào bình cầu dung tích 250ml khoảng 200ml etanol. Lắp bộ trích ly và đặt vào bể cách thủy. Tiến hành quá trình trích ly kéo dài trong vòng 5-6 giờ kể từ khi dung môi bắt đầu tự rót từ ống xifon xuống bình chưng. Điều chỉnh nhiệt độ của bếp sao cho cứ 10 phút dung môi lại tự rót một lần từ ống trích ly sang bình qua ống xifon, hay khoảng 30-35 lần rót.

Sau khi quá trình trích ly kết thúc, ngừng gia nhiệt, bổ sung một ít nước lạnh vào bể cách thủy để tránh dung môi tiếp tục bay hơi và tháo dỡ bộ trích ly.

Làm khan dung dịch trích ly bằng  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  khan để loại nước (để dung dịch trích ly có  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  qua đêm).

Sau đó dùng phễu lọc, chuyển dung dịch các chất trích ly đã sấy sang một bình tam giác loại 250ml có cổ nhám, đồng thời rửa một bình cầu nhỏ loại 50ml sau đó tráng bằng nước cất rồi đem vào tủ sấy ướat ở  $100^\circ\text{C}$  khoảng 30 phút rồi đem ra để vào bình hút ẩm khoảng 2-3 phút rồi đem cân lấy khối lượng.

Tiến hành chưng cất dung môi trên bộ chưng cất (rót ít một dung dịch trích ly vào bình chưng, không rót đầy bình chưng). Sau khi kết thúc chưng cất, sấy bình chứa chất trích ly trong tủ sấy ướat khoảng 30 phút sau đó đem để vào bình hút ẩm khoảng 2-3 phút và cân để xác định khối lượng.

#### 4. Công thức tính toán

Hàm lượng các chất trích ly (%) so với nguyên liệu khô tuyệt đối, được tính theo công thức sau:

$$E = \frac{m_2 - m_1}{g} \times 100$$

Trong đó:

$m_2$ - Khối lượng bình cầu chứa chất trích ly (g);

$m_1$ - khối lượng bình không (g);

$g$ - khối lượng mẫu bột khô tuyệt đối (g);

Khối lượng bột khô tuyệt đối (g):  $g = m_0 \cdot K$  (g),  $m_0$  - khối lượng bột khô gió (g)

Hệ số trích ly được tính theo công thức:

$$K_o = \frac{100 - E}{100}$$

#### 5. Kết quả tính toán

Bảng 1.3. Xác định hàm lượng các chất trích ly

Mẫu	$m_2$ (g)	$m_1$ (g)	$m_0$ (g)	K	$g$ (g)	E (%)	$K_o$
Tre	67,153	66,961	6,025	0,9394	5,660	3,39	0,97
Nứa	78,245	78,156	5,645	0,9395	5,303	1,68	0,98

**Tính toán:**

Mẫu 4:

Khối lượng bột khô tuyệt đối:

$$g = 6,025 \times 0,9394 = 5,660 \text{ g}$$

Hàm lượng các chất trích ly:

$$E = \frac{67,153 - 66,961}{5,660} = 3,39 \%$$

Hệ số trích ly:

$$K_o = \frac{100 - 3,392}{100} = 0,97$$

Tính toán tương tự đối với mẫu 5- nửa, ta được kết quả bảng 1.3 ở trên.

**6. Nhận xét**

- Hàm lượng các chất trích ly trong mẫu Hà Tĩnh lớn hơn mẫu Nghệ An.
- Do còn không được tinh khiết, nên trong quá trình chưng cất, dung môi không được tách hoàn toàn ra khỏi dung dịch trích.
- Kết quả thu được vẫn có sai số do thao tác thí nghiệm

## **Bài 5. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CÁC CHẤT TAN TRONG NƯỚC LẠNH**

Ngày thí nghiệm: 09/05/2020

Mẫu Thí nghiệm: mẫu 4 – Tre Hà Tĩnh, mẫu 5 – Nứa Nghệ An

### **1. Mục đích thí nghiệm**

- Xác định được hàm lượng các chất tan trong nước lạnh của mẫu, đánh giá khả năng biến đổi của nguyên liệu trong quá trình xử lý, bảo quản nguyên liệu.

### **2. Hóa chất và dụng cụ thí nghiệm**

- Nước cất: khoảng 1200 ml;
- Giấy lọc không tro: 4 tờ
- Máy khuấy từ: 2 cái
- Cốc thủy tinh 500 ml: 4 cái
- Phễu lọc xóp: 2 cái
- Bình lọc chân không: 2 cái
- Bình hút ẩm, cân phân tích

### **3. Trình tự thí nghiệm:** (tiến hành song song hai mẫu)

Lấy 2 chén cân có nắp rửa sạch và cho vào tủ sấy ướn. Sấy chén cân đến khối lượng không đổi (khoảng 30 phút, lấy chén cân ra rồi cho vào bình hút ẩm khoảng 5 phút, rồi đem cân), cân để biết khối lượng chén không.

Từ bột gỗ khô gió cân  $2.0 \pm 0.1$  g bột gỗ khô tuyệt đối chính xác tới miligam. Cho bột gỗ vào cốc thủy tinh dung tích 500ml, rót từ từ vào cốc 300ml nước cất, cẩn thận khuấy đều để bột thấm ướn đều, không nổi lên trên mặt nước và dính lên thành cốc. Đậy cốc và giữ hỗn hợp ở nhiệt độ phòng trong vòng 48 giờ, thỉnh thoảng khuấy trộn đều. Sau đó, đem lọc bằng giấy lọc đã biết khối lượng. Rửa phần không tan còn lại bằng nước cất một vài lần, rồi chuyển vào trong chén cân (chén cân đã cân trước khối lượng) rồi đem sấy ở  $105 \pm 3^\circ\text{C}$  tới khối lượng không đổi.

### **4. Công thức tính toán**

Hàm lượng các chất tan trong nước lạnh được tính theo công thức sau:

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

Trong đó:

$g$  - khối lượng bột gỗ khô tuyệt đối (g);

$m_1$  - khối lượng chén cân + giấy lọc và bột gỗ sau khi sấy (g);

$m$  - khối lượng chén cân + giấy lọc (g);

Khối lượng bột khô tuyệt đối (g):  $g = m_0 \cdot K$  (g),  $m_0$  - khối lượng bột khô gió (g);

### 5. Kết quả thí nghiệm

Bảng 1.4. Xác định hàm lượng chất tan trong nước lạnh

Mẫu	$m_2$ (g)	$m_1$ (g)	$m_0$ (g)	K	$g(g)$	E (%)	$E_{tb}$ (%)
Tre	20,867	19,132	2,012	0,9394	1,890	8,20	8,09
	31,122	29,389	2,005		1,883	7,97	
Nứa	23,731	21,934	2,046	0,9395	1,922	6,50	6,59
	34,086	32,327	2,006		1,885	6,68	

### 6. Nhận xét

Từ bảng tính toán kết quả trên có thể thấy rằng hàm lượng chất tan trong nước lạnh của mẫu số 4- Hà Tĩnh lớn hơn mẫu số 5- Nghệ An. Mỗi mẫu đều được tiến hành song song 2 lần, tuy nhiên có sai số nên chênh lệch giữa 2 lần tiến hành hơn 0,05%

## **Bài 6. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CÁC CHẤT TAN TRONG NƯỚC NÓNG**

Ngày thí nghiệm: 23/05/2020

Mẫu thí nghiệm: mẫu 4 – tre Hà Tĩnh, mẫu 5 – nứa Nghệ An

### **1. Mục đích thí nghiệm**

Xác định hàm lượng các chất tan trong nước nóng của mẫu

### **2. Hóa chất và dụng cụ**

- Nước cất: khoảng 400 ml;
- Giấy lọc: 4 tờ
- Bình tam giác cổ nhám 250 ml: 4 cái
- Sinh hàn ngược: 2 cái
- Bếp điện: 2 cái
- Phễu lọc: 4 cái;
- Bình hút ẩm, cân phân tích;

### **3. Trình tự tiến hành**

Lấy 2 chén cân có nắp rửa sạch và cho vào tủ sấy ướn. Sấy chén cân đến khối lượng không đổi (khoảng 30 phút, lấy chén cân ra rồi cho vào bình hút ẩm khoảng 5 phút, rồi đem cân), cân để biết khối lượng chén không.

Từ bột gỗ khô gió cân  $1.5 \pm 0.1$ g bột gỗ khô tuyệt đối chính xác tới miligam. Cho bột gỗ vào bình tam giác dung tích 250ml, bổ sung 100ml nước cất. Đặt lên bếp điện và nối với sinh hàn ngược, đun sôi nhẹ trong vòng 5-8 giờ. Sau đó, đem lọc bằng giấy lọc đã biết khối lượng. Rửa phần không tan còn lại bằng nước cất một vài lần, rồi chuyển vào trong chén cân (chén cân đã cân trước khối lượng) rồi đem sấy ở  $105 \pm 3^\circ\text{C}$  tới khối lượng không đổi.

### **4. Công thức tính toán**

Hàm lượng các chất tan trong nước nóng được tính theo công thức sau:

$$E = \frac{g - (m_2 - m_1)}{g} \times 100 (\%)$$

Trong đó:

$m_2$ - Khối lượng chén cân có giấy lọc và bột gỗ sau sấy (g);

$m_1$ - khối lượng chén cân và giấy lọc ban đầu (g);  $m_1 = m_{\text{chén cân}} + m_{\text{giấy}} \text{ (g)}$

$g$ - khối lượng bột khô tuyệt đối (g);

Khối lượng bột khô tuyệt đối (g):  $g = m_0 \cdot K \text{ (g)}$ ,  $m_0$  - khối lượng bột khô gió (g);

### 5. Kết quả thu được

- Độ ẩm của mẫu 4, 5 (đo lại)

*Bảng 1.5. Xác định lại độ ẩm các mẫu tre, nứa*

Mẫu	$m_2$ (g)	$m_1$ (g)	$m_0$ (g)	W (%)	K	Độ khô (%)
Tre	18,847	17,923	1,005	8,06	0,9194	91,94
Nứa	19,190	18,266	1,003	7,88	0,9212	92,12

- Hàm lượng các chất tan trong nước nóng:

Thời gian bắt đầu sôi: 8h ( đun trong 6h)

Thời gian kết thúc đun sôi: 14h

Ghi chú: Không tiến hành trên bếp cách thủy mà tiến hành thao tác đun trực tiếp trên bếp điện trong 6h)

*Bảng 1.6. Xác định hàm lượng chất tan trong nước nóng*

Mẫu	$m_2$ (g)	KL chén cân (g)	KL giấy lọc (g)	$m_1$ (g)	K	$m_0$ (g)	$g$ (g)	E (%)	$E_{tb}$ (%)
Tre	24,011	21,846	0,895	22,761	0,9194	1,502	1,381	9,49	9,40
	19,895	17,738	0,880	18,638		1,507	1,386	9,31	
Nứa	21,145	18,921	0,882	19,863	0,9212	1,505	1,386	7,50	7,37
	20,479	18,263	0,892	19,195		1,502	1,384	7,23	

## Bài 7. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG XENLULOZA TRONG GỖ

Ngày thí nghiệm: 9/05/2020

Mẫu thí nghiệm: mẫu 4 – tre Hà Tĩnh, mẫu 5 – nứa Nghệ An

Ngày thí nghiệm: 16/5/2020

Mẫu thí nghiệm : mẫu keo, mẫu bò đề

### 1. Mục đích thí nghiệm:

- Xác định hàm lượng xenluloza trong gỗ

### 2. Trình tự tiến hành thí nghiệm

Tiến hành thí nghiệm trong tủ hút

Pha dung dịch còn-axit: lấy 1 bình tam giác dung tích 500ml đã rửa sạch, đóng bằng ống đong lấy 200ml etanol cho vào bình tam giác trên, sau đó đong lấy 50ml HNO<sub>3</sub> đậm đặc, rót từ từ vào bình đựng etanol.

Lấy 2 chén cân có nắp rửa sạch và cho vào tủ sấy ướn. Sấy chén cân đến khối lượng không đổi (khoảng 30 phút, lấy chén cân ra rồi cho vào bình hút ẩm khoảng 5 phút, rồi đem cân), cân để biết khối lượng chén không.

Từ bột gỗ khô gió cân  $1.0 \pm 0.1$ g bột khô tuyệt đối chính xác tới miligam. Cho bột gỗ vào bình tam giác dung tích 250ml, bổ sung 35ml hỗn hợp còn-axit mới pha. Lắp sinh hàn ngược và tiến hành đun trên bếp điện trong vòng 1 giờ. Ngừng đun, để nguội hỗn hợp rồi cẩn thận chắt hết phần dung dịch qua phễu lọc thủy tinh có lót giấy lọc (giấy lọc đã cân trước khối lượng). Sau đó bổ sung 35ml hỗn hợp etanol-HNO<sub>3</sub> mới và lặp lại thí nghiệm vài lần tới khi bột xenluloza thì được có màu trắng tinh và không bị ngả màu đỏ khi nhỏ một vài giọt dung dịch thử.

Sau lần xử lí cuối cùng, cẩn thận chuyển hết phần còn lại sang phễu lọc, rửa bằng 50ml hỗn hợp còn-axit mới, sau đó rửa bằng nước cất nóng nhiều lần tới khi hết axit. Chuyển toàn bộ bột xenluloza, giấy lọc vào trong chén cân (chén cân đã được cân trước khối lượng) và sấy ở  $105 \pm 3^\circ\text{C}$  và xác định đến khối lượng không đổi.

### 3. Công thức tính toán

Hàm lượng xenluloza (%) so với gỗ khô tuyệt đối được tính theo công thức:

$$X = \frac{m_2 - m_1}{g} \times 100 (\%)$$

Trong đó:



$m_2$ - Khối lượng chén cân có giấy lọc và lignin sau sấy (g);

$m_1$ - khối lượng chén cân và giấy lọc ban đầu (g);  $m_1 = m_{\text{chén cân}} + m_{\text{giấy}} \text{ (g)}$

$g$ - khối lượng bột khô tuyệt đối (g);  $K_0$ - hệ số trích ly.

Khối lượng bột khô tuyệt đối (g):  $g = m_0 \times K \text{ (g)}$ ,  $m_0$ - khối lượng bột khô gió (g).

#### 4. Kết quả thu được

Bảng 1.7. Xác định hàm lượng xenluloza trong các mẫu

Mẫu	$m_2$ (g)	KL chén cân (g)	KL giấy lọc (g)	$m_1$ (g)	$m_0$ (g)	K	$g$ (g)	X (%)
Tre	7,813	6,849	0,495	7,344	1,034	0,9394	0,971	50,15
	18,885	17,923	0,495	18,418	1,014		0,953	49,01
Nứa	26,513	25,545	0,487	26,032	1,017	0,9395	0,955	52,25
	19,922	18,921	0,498	19,419	1,006		0,945	53,23
Keo	55,331	52,311	1,663	54,474	2,24	0,8914	1,997	42,90
Bồ đề	61,421	56,034	1,153	57,187	10	0,9035	9,035	46,86

#### Tính toán:

Mẫu 4: Lần lượt với mẫu 4.1 và 4.2 có các kết quả như sau:

Khối lượng bột gỗ khô tuyệt đối:

$$g_1 = 1,034 \times 0,9394 = 0,971 \text{ g}$$

$$g_2 = 1,014 \times 0,9394 = 0,953 \text{ g}$$

Hàm lượng xenluloza:

$$X_1 = \frac{7,813 - 7,344}{0,971} \times 100 = 50,15 \%$$

$$X_2 = \frac{18,885 - 18,418}{0,953} \times 100 = 49,01 \%$$

Hàm lượng xenluloza mẫu 4 trung bình:  $X = 49,58 \%$

Tính toán tương tự các mẫu còn lại:

Hàm lượng xenluloza mẫu 5:  $X = 52,74 \%$

Hàm lượng xenluloza mẫu 1:  $X = 42,9 \%$

Hàm lượng xenluloza mẫu 3:  $X = 46,86 \%$

### **5. Nhận xét**

Theo lý thuyết hàm lượng xenluloza trong tre là 50-66% thực tế thí nghiệm hàm lượng xenluloza trong tre nứa là 53,4%. Còn gỗ keo hàm lượng xenluloza khoảng 40-45% nhưng thực tế làm thí nghiệm ra 50,7%. Do sai số dụng cụ, sai số trong khi làm thí nghiệm, axit chưa hòa tan hết các thành phần còn lại dẫn đến sai số lớn.

## Bài 8. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG LIGNIN TRONG GỖ

Ngày thí nghiệm: 16/5/2020

Mẫu thí nghiệm : mẫu keo, bồ đề, mỡ, tre, nứa ở Nghệ An, Hà Tĩnh

### 1. Mục đích thí nghiệm

- Xác định độ ẩm của bột đã trích ly.
- Xác định hàm lượng lignin không tan trong axit theo phương pháp biến tính Komarov.

### 2. Trình tự tiến hành thí nghiệm:

#### a. Xác định độ ẩm bột gỗ đã tách nhựa.

Sấy chén cân đến khối lượng không đổi, cân để biết khối lượng chén không. Tiếp đó, cân khoảng 1g bột gỗ khô gió, chính xác đến 0.1 mg. Đưa chén cân cùng bột vào tủ sấy ở khoảng 105 °C, sau 3-4 giờ. Kết thúc thời gian trên, đưa chén cân cùng bột vào bình hút ẩm, làm nguội khoảng 5 phút rồi cân khối lượng. Cân xong lại tiếp tục sấy lại một vài lần, mỗi lần trong vòng 1 giờ, làm nguội và cân tới khối lượng không đổi. Thời gian làm nguội sau mỗi lần sấy phải cố định như nhau.

#### b. Xác định hàm lượng lignin

B1: Cân 1g bột gỗ khô gió (đã biết trước độ ẩm và đã tách nhựa bằng axeton) chính xác tới miligam. Cho bột gỗ vào cốc có dung tích 50ml, tránh để bột gỗ bị dính trên miệng và thành bình. Bổ sung 20ml dung dịch  $H_2SO_4$  72% ( $d=1,64$ ), giữ hỗn hợp ở nhiệt độ phòng trong 2.5 giờ, thường xuyên khuấy trộn đều bằng đũa thủy tinh để tránh vón cục.

B2: Đun nóng khoảng 500ml nước cất đến nhiệt độ 60-70°C để pha loãng hỗn hợp. Kết thúc thời gian trên, chuyển hỗn hợp axit sang bình tam giác 500ml, rửa sạch cốc nhỏ bằng nước nóng và chuyển sang bình lớn. Bổ sung nước nóng tới 250ml mỗi bình. Lắp sinh hàn ngược và đun sôi nhẹ (sủi bọt) trên bếp điện trong vòng 1 giờ, thường xuyên lắc đều bình tránh lignin bị kết dính trên thành bình. Sau đó để một lúc cho lignin lắng và kết cục.

B3: Tiến hành lọc lấy lignin qua giấy lọc đã biết khối lượng qua phễu lọc, rửa bằng nước cất nóng cho tới khi hết axit, sau đó cẩn thận lấy cả giấy lọc và phần lignin trong giấy để vào chén cân đã biết khối lượng, đem sấy trong tủ sấy ở  $105 \pm 3^\circ C$  khoảng 4-5 giờ,

Sau khoảng thời gian trên, đem chén cân ra để vào bình hút ẩm khoảng 5 phút rồi đem cân lấy khối lượng, tiến hành sấy như vậy tới khối lượng không đổi và xác định khối lượng.

### 3. Công thức tính toán

Hàm lượng lignin (%) so với gỗ khô tuyệt đối, bỏ qua độ tro, được tính theo công thức sau:

$$L = \frac{m_2 - m_1}{g} \times K_0 \times 100\%$$

Trong đó:

$m_2$ - Khối lượng chén cân có giấy lọc và lignin sau sấy (g);

$m_1$ - khối lượng chén cân và giấy lọc ban đầu (g);  $m_1 = m_{\text{chén cân}} + m_{\text{giấy}} (g)$

$g$ - khối lượng bột khô tuyệt đối (g);  $K_0$ - hệ số trích ly.

Hệ số trích ly  $K_0$  được tính:

$$K_0 = \frac{100 - E}{100}$$

$E$ : Hàm lượng các chất trích ly (%)

Khối lượng bột khô tuyệt đối (g):  $g = m_0 \cdot K (g)$ ,  $m_0$  - khối lượng bột khô gió (g);

### 4. Kết quả thu được

#### Độ ẩm của mẫu sau trích ly

Bảng 1.8. Xác định độ ẩm của các mẫu sau trích ly

Mẫu	$m_2$ (g)	$m_1$ (g)	$m_0$ (g)	W (%)	K	Độ khô (%)
Keo				9,75	0,9025	90,25
Bồ đề	29,637	28,722	1,000	8,5	0,915	91,5
Mỡ	7,796	6,850	1,005	8,56	0,9144	91,44
Tre	31,054	30,137	1,007	8,94	0,9106	91,06
Nứa	36,202	35,290	1,004	9,16	0,9081	90,81

#### Hàm lượng lignin

Bảng 1.9. Xác định hàm lượng lignin của các mẫu

Mẫu	$m_2$ (g)	KL chén cân (g)	KL giấy lọc (g)	$m_1$ (g)	$m_0$ (g)	$g$ (g)	$K_0$	L (%)
-----	-----------	-----------------	-----------------	-----------	-----------	---------	-------	-------

---

Keo	22,971	21,847	0,952	22,799	0,565	0,51	0,963	32,48
Bồ đề	19,508	18,262	1,014	19,276	1,002	0,917	0,955	24,16
Mỡ	37,254	36,232	0,766	36,998	1,000	0,914	0,95	26,61
Tre	19,914	18,645	0,966	19,611	1,004	0,914	0,966	32,02
Nứa	19,345	17,924	1,072	18,996	1,004	0,912	0,983	37,62

### 5. Nhận xét

Kết quả thu được vẫn có sai số do thao tác và dụng cụ, hóa chất không đáng kể.

## BÀI 9. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG PENTOZAN TRONG GỖ

Ngày thí nghiệm: 16/5/2020

Mẫu thí nghiệm: Mẫu gỗ 2, 3, 4 sau trích ly.

### 1. Mục đích thí nghiệm

Xác định hàm lượng pentozen trong gỗ theo phương pháp Bromua - Bromat biến tính.

### 2. Hóa chất và dụng cụ

- Dung dịch HCl 12%
- Dung dịch ( $\text{KBr} + 1/5\text{KBrO}_3$ ) 0,2N
- Dung dịch KI 10%
- Dung dịch chuẩn  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1
- Dung dịch tinh bột 1%
- Nước đá sạch 500g
- Bình tam giác cổ nhám, ống đong, bộ chuẩn độ, bếp điện, bể gia nhiệt glycerin

### 3. Trình tự tiến hành thí nghiệm

Cân khoảng 1g bột gỗ khô gió (đã biết trước độ ẩm và tách nhựa bằng cồn tuyệt đối) chính xác tới miligam. Cho bột gỗ vào bình cầu cổ nhám dung tích 500ml, bổ sung 100ml dung dịch HCl 12%, cho vào đó vài mảnh sứ vỡ để tạo sôi mạnh. Lắp bình thành bộ chưng cất fufurol. Đặt bình thu nước chưng vào một bể chứa đá lạnh. Rót một ít dung dịch HCl 12% vào phễu nhỏ giọt và điều chỉnh khóa phễu sao cho nó nhỏ giọt liên tục và tốc độ nhỏ giọt bằng với tốc độ ngưng tụ sản phẩm. Tiến hành chưng và thu lấy khoảng 300ml nước chưng.

Kết thúc quá trình chưng, chuyển nước chưng sang bình tam giác 1 lít, rửa bình đựng nước chưng bằng 50ml nước cất, bổ sung khoảng 250g đá đã đập nhỏ. Lắc đều và theo dõi nhiệt độ trong bình.

Khi nhiệt độ đạt  $0^\circ\text{C}$ , bổ sung bằng buret 20ml dung dịch bromua - bromat ( $\text{KBr} + 1/5\text{KBrO}_3$ ) 0,2N, lắc nhẹ, đậy nắp và giữ hỗn hợp trong 5 phút. Sau đó bổ sung bằng 10ml dung dịch KI 10%, đậy nắp bình và lắc mạnh cho dung dịch hấp thụ khí brom tạo thành.

Chuẩn lượng iốt tạo thành bằng dung dịch  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1N sử dụng chỉ thị màu tinh bột. Song song, tiến hành thí nghiệm trắng, thay nước chưng bằng 270ml dung dịch HCl 12% và 80ml nước cất.

#### 4. Công thức tính toán

Hàm lượng pentozaan (%) so với gỗ khô tuyệt đối) được tính theo công thức sau:

$$P = \frac{0,0075 (a - b)}{g} \times 100 - 1,0 (\%)$$

Trong đó:

a- Lượng dung dịch (ml)  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1N tiêu hao cho thí nghiệm trắng;

b- Lượng dung dịch (ml)  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1N tiêu hao cho thí nghiệm với nước chưng;

g- Khối lượng bột gỗ khô tuyệt đối (g)

hệ số 0,0075= 0,0048.1,375/0,88

1,375- hệ số chuyển đổi từ fufurol sang pentozaan theo lý thuyết;

0,0048- là số gam fufurol tương ứng với 1 ml dung dịch  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1N;

0,88- hệ số hiệu chỉnh chuyển hóa không hoàn toàn của pentozaan thành fufurol;

Kết quả thu được trừ đi 1,0- là hiệu chỉnh cho lượng hydroxyl metyl fufurol tạo thành

#### 5. Kết quả thu được

Bảng 1.10. Xác định hàm lượng pentozaan trong gỗ

Mẫu	KL mẫu khô gió (g)	Độ ẩm (%)	KL mẫu KTD (g)	a (ml)	b (ml)	Hàm lượng pentozaan (%)
Bồ đề	1,010	8,50	0,924	40,8	18,35	17,22
Mỡ	0,667	10	0,600	40,8	26,10	17,37
Tre	1,004	8,94	0,914	40,8	17,95	17,75

#### 6. Nhận xét

Hiện tượng xảy ra khi chuẩn độ:

- Ban đầu dung dịch màu trắng, sau khi làm lạnh để cho dung dịch bromua-bromat thì dung dịch chuyển sang màu vàng cam
- Sau 5 phút cho thêm tiếp dd KI vào thì vẫn còn màu vàng.
- Khi chuẩn độ, dung dịch nhạt màu dần. Cho chỉ thị hồ tinh bột vào ta thấy dung dịch chuyển sang màu tím xanh. Tiếp tục chuẩn độ ta thấy dung dịch từ màu tím xanh thành trong suốt.

Có sai số trong quá trình thực nghiệm do đã không được làm từ nước cất. Tuy nhiên sai số này nhỏ và có thể bỏ qua.

## **BÀI 10. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CÁC CHẤT TAN TRONG DUNG DỊCH NaOH 1%**

Ngày thí nghiệm: 16/5/2020

Mẫu thí nghiệm: Mẫu gỗ keo, tre, nứa, mỡ, bồ đề

### **1. Mục đích thí nghiệm**

Xác định hàm lượng các chất tan trong dung dịch NaOH 1% để biểu thị mức độ sinh học (thối, mục...) của gỗ khi bảo quản trong điều kiện tự nhiên.

### **2. Hóa chất và dụng cụ**

- Dung dịch NaOH 1%
- Axit axetic
- Giấy lọc không tro
- Giấy đo pH, đĩa thủy tinh, phễu lọc, chén cân

### **3. Cách tiến hành**

Cân một lượng bột gỗ khô gió tương đương  $2 \pm 0,1$ g bột khô tuyệt đối chính xác tới miligam. Cho bột gỗ vào bình tam giác 250ml và bổ sung 100ml dung dịch NaOH  $1 \pm 0,1\%$ . Sau khi lắc nhẹ, lắp sinh hàn và đặt bình lên bếp điện đun sôi hỗn hợp trong vòng 1 giờ, sau 10, 15 và 25 phút khuấy trộn một lần. Sau đó lọc hỗn hợp bằng giấy lọc, rửa phần bột gỗ không tan bằng nước cất nóng. Tiếp đó xử lý hai lần bằng 25ml dung dịch axit axetic 10% trong vòng 1-2 phút, lọc lấy bột gỗ và lại rửa sạch bột bằng nước cất nóng (tới phản ứng trung tính với metyl da cam), cuối cùng sấy ở  $105 \pm 3^\circ\text{C}$  tới khối lượng không đổi.

### **4. Công thức tính toán**

Hàm lượng các chất tan trong dung dịch NaOH 1% (% so với bột gỗ khô tuyệt đối) được tính theo công thức sau:

$$E = \frac{g - (m_2 - m_1)}{g} \times 100 (\%)$$

Trong đó:

$m_2$ - Khối lượng chén cân có giấy lọc và bột gỗ sau sấy (g);

$m_1$ - khối lượng chén cân và giấy lọc ban đầu (g);  $m_1 = m_{\text{chén cân}} + m_{\text{giấy}}$  (g)

$g$ - khối lượng bột khô tuyệt đối (g);



Khối lượng bột khô tuyệt đối (g):  $g = m_0 \cdot K$  (g),  $m_0$  - khối lượng bột khô gió (g);

### 5. Kết quả thu được

Bảng 1.11. Xác định hàm lượng các chất tan trong dung dịch NaOH 1%

Mẫu	$m_2$ (g)	KL chén cân (g)	KL giấy lọc (g)	$m_1$ (g)	$m_0$ (g)	K	g (g)	E (%)	$E_{tb}$
Bồ đề	22,910	18,921	2,362	21,283	2,260	0,8841	2,000	18,65	36,45
	21,428	17,829	1,955	19,784	2,262		2,000	17,80	
Keo	22,966	18,868	2,476	21,344	2,21	0,9036	2,000	18,90	19,75
	21,613	17,740	2,285	20,025	2,212		2,000	20,60	
Tre	54,246	51,458	1,968	53,426	1,065	0,9394	1,000	18,00	18,30
	53,076	50,333	1,928	52,261	1,064		1,000	18,60	
Nứa	53,489	50,336	1,647	51,983	1,064	0,9395	2,000	18,15	18,38

### 6. Nhận xét

Hàm lượng các chất tan trong dung dịch NaOH 1% là khác nhau, tùy thuộc vào từng loại gỗ, hàm lượng chất tan trong cây bồ đề lớn hơn so với các mẫu bằng tre, nứa.

## PHẦN II. HÓA HỌC XENLULOZA

### BÀI 1. XÁC ĐỊNH ĐỘ ẨM CỦA BỘT XENLULOZA BẰNG PHƯƠNG PHÁP SẤY

Ngày thí nghiệm: 23/5/2020

Mẫu thí nghiệm: Mẫu bột An Hòa

#### 1. Mục đích thí nghiệm

Xác định độ ẩm (độ khô) của bột xenluloza khô gió bằng phương pháp sấy

#### 2. Hóa chất và dụng cụ

- Chén cân có nắp: 2 cái;
- Tủ sấy, bình hút ẩm, cân phân tích

#### 3. Trình tự tiến hành

Lấy 1 chén cân có nắp rửa sạch và cho vào tủ sấy ướt. Sấy chén cân đến khối lượng không đổi (khoảng 30 phút, lấy chén cân ra rồi cho vào bình hút ẩm khoảng 5 phút, rồi đem cân), cân để biết khối lượng chén không.

Cân  $1 \pm 0,1\text{g}$  bột xenluloza chính xác tới  $0,1\text{mg}$  (cân trực tiếp bằng chén cân có nắp đã được sấy ở  $105 \pm 3^\circ\text{C}$  đến khối lượng không đổi). Đưa chén cân cùng bột xenluloza vào sấy trong tủ sấy ở nhiệt độ  $105 \pm 3^\circ\text{C}$  trong vòng 3-4 giờ. Kết thúc thời gian trên, đưa chén cân cùng bột vào bình hút ẩm, làm nguội khoảng 5 phút rồi cân khối lượng. Làm lại như vậy, từ lần thứ 2 chỉ cần sấy trong 1 giờ, sau đó đem cân đến khối lượng không đổi.

#### 4. Công thức tính toán

Độ ẩm tương đối của bột xenluloza được tính theo công thức:

$$W = \frac{m_0 - (m_2 - m_1)}{m_0} \times 100 \%$$

Trong đó:

$m_0$ : khối lượng bột xenluloza khô gió (g)

$m_2$ : khối lượng chén và bột xenluloza sau sấy (g)

$m_1$ : khối lượng chén (g)

W: độ ẩm tương đối (%)

Hệ số khô của bột gỗ được tính theo công thức:

$$K = \frac{100 - W}{100}$$

$$\text{Độ khô của mẫu bột (\%)} = 100K$$

### 5. Kết quả thu được

*Bảng 2.1. Xác định độ ẩm của mẫu xenluloza*

Mẫu	m <sub>2</sub> (g)	m <sub>1</sub> (g)	m <sub>0</sub> (g)	W (%)	K	Độ khô (%)
Bột An Hòa 3	7,769	6,850	1,005	8,56	0,9144	91,44

#### Tính toán mẫu 3:

Độ ẩm tương đối của bột xenluloza:

$$W = \frac{1,005 - (7,769 - 6,850)}{1,005} \times 100 \% = 8,56 \%$$

Hệ số khô của bột:

$$K = \frac{100 - 8,56}{100} = 91,44 \%$$

### 6. Nhận xét

Độ ẩm của các mẫu bột nhỏ hơn 10 % dễ dàng và phù hợp cho việc phân tích mẫu bột giấy.

## **BÀI 2. XÁC ĐỊNH ĐỘ TRO CỦA XENLULOZA BẰNG PHƯƠNG PHÁP ĐỐT**

Ngày thí nghiệm: 23/5/2020

Mẫu thí nghiệm: Mẫu bột An Hòa 1, 3

### **1. Mục đích thí nghiệm**

Xác định độ tro của mẫu để xác định hàm lượng các chất vô cơ trong mẫu bột xenluloza

### **2. Hóa chất và dụng cụ**

- Chén nung bằng sứ có nắp: 2 cái
- Lò nung, bình hút ẩm, cân phân tích

### **3. Trình tự thí nghiệm**

Thí nghiệm được tiến hành trong tủ hút

Từ bột xenluloza, cân 2g bột xenluloza khô tuyệt đối chính xác tới mg và cho vào chén nung đã biết khối lượng. Cẩn thận đốt trên bếp điện cho thành than (tiến hành trong tủ hút và mở nắp chén nung). Khi đốt, nguyên liệu trong chén không vượt quá  $\frac{1}{2}$  chén nung. Sau đó đưa chén nung vào lò nung ở 600°C trong vòng 3-4 giờ tới khi cacbon đã cháy hết. Sau đó đẩy nắp chén cân, lấy chén ra khỏi lò nung bằng kẹp kim loại, để nguội trên đế gạch men từ 1-2 phút rồi đưa vào bình hút ẩm làm nguội đến nhiệt độ phòng. Cân khối lượng tro trong chén cân đến khối lượng không đổi.

### **4. Công thức tính toán**

Hàm lượng tro (%) so với gỗ khô tuyệt đối được tính theo công thức:

$$A = \frac{m_2 - m_1}{g} \times 100$$

Trong đó:

$m_2$ : khối lượng chén sau nung có tro (g)

$m_1$ : khối lượng chén (g)

$g$ : khối lượng bột gỗ khô tuyệt đối (g)

$m_0$ : khối lượng bột xenluloza khô gió (g)

Khối lượng bột khô tuyệt đối (g):  $g = m_0 \cdot K$  (g),  $m_0$  - khối lượng bột khô gió (g),  $K$ : hệ số khô.

### **5. Kết quả thu được**

Bảng 2.2. Xác định độ tro của mẫu xenluloza

Mẫu	m <sub>2</sub> (g)	m <sub>1</sub> (g)	m <sub>0</sub>	K	g (g)	A (%)
Bột An Hòa 1	21,067	21,060	0,802	0,94	0,754	0,93
Bột An Hòa 3	25,639	25,630	1,009	0,9461	0,955	0,94

**6. Nhận xét**

Trong bột xenluloza đã trích ly thì hàm lượng vô cơ trong mẫu bột còn tương đối thấp điều đó thể hiện quá trình nấu bột có đạt được hiệu suất tốt hay không.

### **BÀI 3. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG $\alpha$ -XENLULOZA TRONG BỘT XENLULOZA TẮY TRẮNG**

Ngày thí nghiệm: Ngày 23/5/2020

Mẫu thí nghiệm: Mẫu bột An Hòa đã tẩy trắng

#### **1. Mục đích thí nghiệm**

Xác định hàm lượng  $\alpha$ -xenluloza trong bột xenluloza tẩy trắng. Từ đó đánh giá sự phù hợp cho việc sử dụng bột vào các mục đích khác nhau.

#### **2. Hóa chất và dụng cụ**

- Dung dịch NaOH 17,5%
- Dung dịch NaOH 8,3%
- Dung dịch  $\text{CH}_3\text{COOH}$  2N
- Chén cân có nắp, cốc thủy tinh, cốc sứ, ống đong, phễu lọc, bình tam giác, bình hút ẩm.

#### **3. Trình tự tiến hành thí nghiệm**

Cân khoảng 3g bột xenluloza tẩy trắng khô gió đã biết độ khô, chính xác đến miligam, xé nhỏ cho vào cốc sứ 250 ml. Đong bằng ống 75 ml dung dịch NaOH 17,5%. Đặt cốc lên máy khuấy từ để ở nhiệt độ phòng. Rót vào cốc 35 ml dung dịch NaOH, khuấy trộn trong vòng 5 phút cho đến khi bột hoàn toàn phân tán. Bổ sung 10 ml NaOH 17,5% khuấy trong 10 phút. Cứ sau 2,5 phút lại bổ sung thêm 10 ml cho đến khi hết 30 ml còn lại. Đậy cốc và giữ trong vòng 30 phút. Tổng thời gian từ khi cho NaOH 17,5% là 45 phút. Sau đó phải bổ sung 100 ml nước cất, khuấy trộn và giữ trong vòng 30 phút.

Sau đó chuyển sang phễu lọc, tráng cốc sứ bằng 25 ml dung dịch NaOH 8,3%, rửa 5 lần mỗi lần 50 ml nước cất. Toàn bộ lượng nước lọc thu lại để phân tích hàm lượng  $\beta$ ,  $\gamma$ -xenluloza.

Tiếp tục rửa bột còn lại bằng 400 ml nước cất, sau đó lấy bột ra cho vào cốc thủy tinh 250 ml, xử lý bằng 40 ml dung dịch  $\text{CH}_3\text{COOH}$  2N trong vòng 5 phút, rồi lại lọc và rửa bột bằng nước tới phản ứng trung hòa (kiểm tra bằng giấy đo pH). Bột  $\alpha$ -xenluloza thu được cho vào chén cân và sấy ở nhiệt độ  $105^\circ\text{C}$  đến khối lượng không đổi.

#### **4. Công thức tính toán**

Hàm lượng  $\alpha$ -xenluloza (%) so với bột xenluloza khô tuyệt đối được tính theo công thức sau:

$$X = \frac{m_2 - m_1}{g} \times 100 \%$$

Trong đó:

$m_2$ : khối lượng chén cân có giấy lọc và bột xenluloza sau sấy (g)

$m_1$ : khối lượng chén và giấy lọc ban đầu (g)

$g$ : Khối lượng bột xenluloza khô tuyệt đối (g)

Khối lượng bột khô tuyệt đối (g):  $g = m_0 \cdot K$  (g),  $m_0$  - khối lượng bột khô gió (g),  $K$ : hệ số khô.

### 5. Kết quả thu được

Bảng 2.3. Xác định hàm lượng  $\alpha$  - Xenluloza trong các mẫu

Mẫu	$m_2$ (g)	KL chén cân (g)	KL giấy lọc (g)	$m_1$ (g)	$m_0$ (g)	K	$g(g)$	$\alpha$ -X
Bột An Hòa 3	38,873	37,195	0,526	37,721	1,511	0,9461	1,43	80,56
	38,590	35,879	1,789	37,668	1,249		1,175	78,47

### 6. Nhận xét

Hàm lượng xenluloza trong mẫu bột thường chiếm rất cao thường từ 80% đến 92%. Theo kết quả thực nghiệm tiến hành với mẫu bột, hàm lượng xenluloza trong mẫu bột lớn cho thấy được hiệu suất nấu bột đạt hiệu quả.

## **BÀI 4. XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG LIGNIN TRONG BỘT XENLULOZA CHƯA TẮY TRẮNG**

Ngày thí nghiệm: Ngày 23/5/2020

Mẫu thí nghiệm: mẫu bột xenluloza chưa tẩy trắng

### **1. Mục đích thí nghiệm**

- Xác định vết lignin của bột chưa tẩy trắng

### **2. Hóa chất và dụng cụ**

- HCl 36%: 20 ml;
- H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 72%: 200 ml;
- Chén cân không nắp: 02 cái;
- Chén cân có nắp: 02 cái;
- Bình tam giác 500 ml: 02 cái
- Ống đong 10 ml: 01 cái;
- Ống đong 100 ml: 01 cái;
- Ống đong 500 ml: 01 cái;
- Bếp điện: 01 cái;
- Giấy lọc không tro Φ12: 04 tờ;
- Phễu lọc: 01 cái;
- Bình hút chân không: 01 cái;
- Bình hút ẩm, cân phân tích.

### **3. Trình tự tiến hành**

Xé mẫu xenluloza cần phân tích thành từng mảnh nhỏ.

Cân khoảng 1g xenluloza, chính xác tới miligam và cho vào bình tam giác dung tích 500 ml. Sau đó từ từ rót vào bình 10 ml dung dịch HCl đậm đặc ( $d=1,19 \text{ g/cm}^3$ ), khuấy nhẹ bằng đũa thủy tinh cho toàn bộ lượng bột thấm đều axit và giữ ở nhiệt độ  $30 \pm 0,5^\circ\text{C}$  (ở nhiệt độ phòng hoặc trong bể ổn nhiệt), cứ sau mỗi 5-6 phút lại khuấy trộn đều hỗn hợp phản ứng bằng đũa thủy tinh để tránh vón cục. Khuấy trộn cần tiến hành nhẹ nhàng tránh bột bị dính kết nhiều trên thành bình. Sau đó làm lạnh hỗn hợp phản ứng tới nhiệt độ phòng và bổ sung 90 ml dung dịch H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 72% ( $d=1,64$ ) và khuấy trộn đều. Giữ hỗn hợp ở nhiệt độ phòng trong vòng 1,5h, sau 15-20 phút lại khuấy trộn đều một lần.



Kết thúc thời gian trên, bổ sung 150 ml nước cất và đun sôi trên bếp điện trong vòng 1,5-2 phút (tính từ khi bắt đầu sôi). Điều chỉnh nhiệt độ sao hỗn hợp trong bình chỉ sôi nhẹ và thường xuyên lắc đều bình tránh lignin bị kết dính trên thành bình. Sau đó lấy ra khỏi bếp điện, để nguội cho lignin lắng kết, rồi lọc lấy lignin bằng giấy lọc không tro 02 lớp, rửa bằng nước cất nóng nhiều lần tới khi hết axit (kiểm tra bằng chỉ thị màu metyl da cam), sấy ở  $105 \pm 2^\circ\text{C}$  tới khối lượng không đổi và xác định khối lượng.

Nên để vài giờ hoặc sang ngày hôm sau rồi mới lọc. Ban đầu cẩn thận rót nhẹ phần chất lỏng phía trên vào phễu lọc, sau đó mới rót phần lignin kết tủa phía dưới. Rửa bình cẩn thận bằng nước nóng và tránh mất mát.

#### 4. Công thức tính toán

Hàm lượng lignin (% so với bộ xenluloza khô tuyệt đối), được tính theo công thức sau:

$$L = \frac{m_2 - m_1}{g} \times 100 (\%)$$

Trong đó:

$m_2$ - Khối lượng chén cân có giấy lọc và lignin sau sấy (g);

$m_1$ - khối lượng chén cân và giấy lọc ban đầu (g);  $m_1 = m_{\text{chén cân}} + m_{\text{giấy}}$  (g)

$g$ - khối lượng bột khô tuyệt đối (g);  $K_0$ - hệ số trích ly.

Khối lượng bột khô tuyệt đối (g):  $g = m_0 \times K$  (g),  $m_0$ - khối lượng bột khô gió (g).

#### 5. Kết quả thu được

Bảng 2.4. Xác định độ ẩm của các mẫu

Mẫu	$m_2$ (g)	$m_1$ (g)	$m_0$ (g)	W (%)	K	Độ khô (%)
Bột xenluloza 1	19,741	18,925	1,004	18,725	0,8128	81,28
Bột xenluloza 2	18,592	17,740	1,005	15,224	0,8478	84,78
Bột xenluloza 3	19,432	18,649	1,004	22,01	0,7799	77,99

- Hàm lượng lignin

Bảng 2.5. Xác định hàm lượng lignin của các mẫu

Mẫu	$m_2$ (g)	KL chén cân (g)	KL giấy lọc (g)	$m_1$ (g)	$m_0$ (g)	K	g (g)	L (%)
Bột xenluloza 1	18,877	19,922	0,711	20,633	1,003	0,8128	0,815	28,43
Bột xenluloza 2	19,600	18,646	0,704	19,35	1,004	0,8478	0,851	27,91
Bột xenluloza 3	19,732	18,708	0,796	19,504	1,007	0,7799	0,785	27,59

**6. Nhận xét**

- Kết quả thu được có sai số do thao tác lọc rửa chưa chính xác

## TỔNG KẾT

Quá trình thí nghiệm sử dụng các loại nguyên liệu có kết quả được tổng hợp dưới đây:

### 1. Thí nghiệm hóa học gỗ

*Bảng 1. Bảng tổng kết các kết quả thí nghiệm hóa học gỗ các mẫu*

STT	Các thông số	Keo -1	Bồ đề-2	Mỡ-3	Tre-4	Nứa-5
1	Độ ẩm, %				6,06	6,05
2	Độ tro, %				3,22	1,94
3	Hàm lượng các chất trích ly, %				3,39	1,68
4	Hàm lượng các chất tan trong nước lạnh, %				8,09	6,59
5	Hàm lượng các chất tan trong nước nóng, %				7,95	3,76
6	Hàm lượng xenluloza trong gỗ, %	42,90	46,86		49,58	52,74
7	Độ ẩm mẫu sau trích ly, %	9,75	8,50	8,56	8,94	9,16
8	Hàm lượng pentozan, %		17,22	17,366	17,75	
9	Hàm lượng lignin trong gỗ, %	32,48	24,16	26,61	32,02	37,62
10	Hàm lượng các chất tan trong NaOH 1%, %		18,23	19,75	18,25	18,15

### 2. Thí nghiệm phân tích bột xenluloza

*Bảng 2. Bảng tổng kết kết quả thí nghiệm phân tích bột xenluloza*

STT	Các thông số	Bột An Hòa 1	Bột An Hòa 3
1	Độ ẩm	6,00	5,39
2	Độ tro	0,93	0,94
3	Hàm lượng $\alpha$ -xenluloza		79,52

*Hàm lượng lignin:*

STT	Các thông số	Bột xenluloza 1	Bột xenluloza 2	Bột xenluloza 3
1	Độ ẩm, %	18,73	15,22	22,01
2	Hàm lượng lignin, %	28,43	27,91	27,59