

ภาคผนวก ก
การวิเคราะห์เซลลูโลสและเฮมิเซลลูโลส
(TAPPI 203 om-88)

ภาคผนวก ก
การวิเคราะห์เซลลูโลสและเอมิเซลลูโลส
(TAPPI 203 om-88)

อุปกรณ์

1. บีกเกอร์ขนาด 250 และ 1000 มิลลิลิตร
2. กระบอกตวงขนาด 100 มิลลิลิตร
3. ขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร
4. ขวดปรับปริมาตรขนาด 1000 มิลลิลิตร
5. แท่งแก้วคน
6. กรวยกรอง
7. ขวดวัดความถ่วงจำเพาะ (pycnometer)
8. กระจกนาฬิกาสำหรับปิดบีกเกอร์
9. เครื่องกวนสารและแท่งเหล็ก
10. กระดาษกรองเบอร์ 1
11. นาฬิกาจับเวลา
12. สารเคมีและวิธีเตรียม
13. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 50 เปอร์เซ็นต์
14. สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 17.5 เปอร์เซ็นต์
15. ไฮโดรมิเตอร์ระดับ 1.100-1.200

ขั้นตอนที่ 1 วิธีการเตรียมสารละลายต่างๆ

วิธีเตรียม : สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก หมายถึงสารละลาย NaOH 100 mL ใช้สารโซเดียมไฮดรอกไซด์ (เกรดวิเคราะห์) น้ำหนัก 50 g ดังนั้น ถ้าต้องการเตรียมสารละลาย NaOH ปริมาตร 1000 mL ซึ่งสารหนัก 500 g ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 1000 mL ปรับปริมาตรให้เท่ากับ 1000 mL เขย่าขวดให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน นำไปใส่ในขวดที่เตรียมไว้ก่อนนำไปใช้ในขั้นตอนต่อไป ไม่เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดวัดปริมาตร เป็นอันขาด

วิธีเตรียม : สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 17.5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก โดยนำสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 50 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนักในขวดที่เตรียมไว้ข้างต้น ปริมาตร 250 mL เทลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 1000 mL ปรับปริมาตรเป็น 1000 mL ด้วยน้ำกลั่นหรือน้ำอาร์โอ (ผ่านการต้ม) วัดความเข้มข้นให้ได้ 17.5 เปอร์เซ็นต์โดยการปรับค่าความถ่วงจำเพาะที่ 20/4 องศาเซลเซียส ให้มีค่าอยู่ในช่วง 1.192 ± 0.001

ด้วยไฮโดรมิเตอร์ นำไปใส่ในขวดที่เตรียมไว้ก่อนนำไปใช้ในขั้นตอนต่อไป ไม่เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดวัดปริมาตร เป็นอันขาด

วิธีเตรียม : สารละลายกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 3 นอร์มัล โดยค่อยๆ เทกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 98 % ปริมาตร 83.5 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรที่มีน้ำกลั่นบรรจุอยู่ แล้วจึงปรับปริมาตรให้เป็น 1000 มิลลิลิตร ด้วยน้ำกลั่น นำไปใส่ในขวดที่เตรียมไว้ก่อนนำไปใช้ในขั้นตอนต่อไป ไม่เก็บสารละลายนี้ไว้ในขวดวัดปริมาตร เป็นอันขาด

วิธีเตรียม : สารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$) มาตรฐานเข้มข้น 0.5 นอร์มัล (คำนวณจากน้ำหนักโมเลกุลของโพแทสเซียมไดโครเมต) โดยชั่งสารโพแทสเซียมไดโครเมต (เกรดวิเคราะห์)หนัก 24.52 กรัม ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 1000 mL ปรับปริมาตรให้เท่ากับ 1000 mL เขย่าขวดให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน นำไปใส่ในขวดที่เตรียมไว้ก่อนนำไปใช้ในขั้นตอนต่อไป เก็บสารละลายที่ได้ไว้ในขวดสีน้ำตาลและเก็บไว้ในที่มืด

วิธีเตรียม : สารละลายโพแทสเซียมไดโครเมตมาตรฐานเข้มข้น 0.1 นอร์มัล โดยชั่งสารโพแทสเซียมไดโครเมต (เกรดวิเคราะห์) หนัก 4.904 กรัม ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 1000 mL ปรับปริมาตรให้เท่ากับ 1000 mL เขย่าขวดให้สารละลายเป็นเนื้อเดียวกัน เก็บสารละลายที่ได้ไว้ในขวดสีน้ำตาลและเก็บไว้ในที่มืดก่อนนำไปใช้

วิธีเตรียม : สารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต ($Fe (NH_4) (SO_4) \cdot H_2O$) เข้มข้น 0.1 นอร์มัล (คำนวณจากน้ำหนักโมเลกุลของโพแทสเซียมไดโครเมต) โดยชั่งสารเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต หนัก 40.5 กรัม ใส่ลงในขวดวัดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 1000 mL เติมน้ำกลั่นก่อนเติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น ปริมาตร 10 มิลลิลิตร และปรับปริมาตรด้วยน้ำกลั่นให้เป็น 1000 mL ทาการหาความเข้มข้นที่แน่นอนทุกครั้งที่ใช้ โดยนำไปไตเตรตกับสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมตมาตรฐาน

วิธีหาความเข้มข้นที่แน่นอน : ปิเปตสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมตมาตรฐานเข้มข้น 0.1 นอร์มัล ปริมาตร 10 มิลลิลิตร ใส่ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่น 90 มิลลิลิตร ค่อยๆ เทกรดซัลฟิวริกเข้มข้นปริมาตร 12 มิลลิลิตรลงไปในขวด โดยเอียงขวดทำมุมประมาณ 45 องศา กับพื้น ตั้งทิ้งไว้ให้เย็น หยดละลาย 1.10-ฟีนานโทรลีนโมโนไฮเดรต ($C_{12}H_5N_2 \cdot H_2O$) เป็นอินดิเคเตอร์ จำนวน 2 ถึง 4 หยด ได้สารละลายสีนำไปไตเตรตกับสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตเข้มข้น 0.1 นอร์มัล เพื่อหาค่าความเข้มข้นที่แน่นอน

วิธีการคำนวณหาค่าความเข้มข้นที่แน่นอน : $N_1 V_1 = N_2 V_2$

โดยที่ N_1 คือ ความเข้มข้นของสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต 0.5 นอร์มัล

N_2 คือ ความเข้มข้นของสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต, นอร์มัล (ที่ต้องการ)

V_1 คือ ปริมาตรของสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต 0.5 นอร์มัล, มิลลิลิตร

V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต 0.1 นอร์มัล, มิลลิลิตร

วิธีเตรียม : สารละลาย 1.10-ฟีนานโทรลีนโมโนไฮดรต ($C_{12}H_5N_2 \cdot H_2O$) อินดิเคเตอร์ (indicator) โดยชั่ง 1,10-ฟีนานโทรลีนโมโนไฮดรต หนัก 1.5 กรัม กับ เฟอร์รัสซัลเฟต ($FeSO_4 \cdot H_2O$) 0.7 กรัม ใส่ลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 100 mL ละลายสารทั้งสองด้วยน้ำกลั่นและกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 98 เปอร์เซ็นต์ (ความถ่วงจำเพาะเท่ากับ 1.84) โดยใช้กรดเข้มข้นปริมาตร 8.35 mL และปรับปริมาตรด้วยน้ำให้ได้ 100 มิลลิลิตร (การเทกรดเข้มข้นต้องทำในตู้ควัน โดยค่อย ๆ เทกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 98 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตร 8.35 มิลลิลิตร ลงในขวดวัดปริมาตรที่มีน้ำกลั่นบรรจุอยู่ก่อนจะปรับปริมาตรอีกครั้งด้วยน้ำกลั่นให้เป็น 100 มิลลิลิตร)

การวิเคราะห์เซลลูโลส (แอลฟาและแกมมาเซลลูโลส) และเฮมิเซลลูโลส (เบต้า - เซลลูโลส)

บันทึกน้ำหนักสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ โดยใช้ตาชั่ง 4 ตำแหน่ง 1.500 ± 0.001 กรัม น้ำหนักแห้ง ใส่ตัวอย่างลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 17.5 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ปิดบีกเกอร์ด้วยกระดาษฟิวส์ จับเวลาทันทีที่เติมสารละลาย นำไปกวนบนเครื่องกวนแม่เหล็ก นาน 30 นาที เติมน้ำกลั่นปริมาตร 100 มิลลิลิตรหลังครบเวลา กวนให้เข้ากันตั้งทิ้งไว้ในอุณหภูมิห้องนาน 30 นาที กรองสารละลายเพื่อแยกตะกอนออกโดยทิ้งสารละลาย 10 มิลลิลิตรแรกของการกรอง เก็บสารละลายส่วนใสไว้สำหรับนำไปวิเคราะห์แอลฟา และแกมมา-เซลลูโลสต่อไป

วิธีวิเคราะห์ปริมาณ แอลฟา-เซลลูโลส: ปิเปิดสารละลายตัวอย่างปริมาตร 10 มิลลิลิตร ใส่ลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมตเข้มข้น 0.5 นอร์มัล ปริมาตร 10 มิลลิลิตร เติมน้ำกลั่นปริมาตร 50 มิลลิลิตร เขย่าให้เข้ากัน แล้วจึงค่อย ๆ เทกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 98% ปริมาตร 30 มิลลิลิตร ลงไป โดยเอียงขวดทำมุมประมาณ 45 องศา กับพื้นเพื่อป้องกันการเดือดอย่างรุนแรงของสารละลาย (ทำในตู้ควัน) ตั้งทิ้งไว้ให้เย็นหรือทำให้เย็นใน cooling bath จากนั้นจึงหยดสารละลาย 1.10-ฟีนานโทรลีนโมโนไฮดรต อินดิเคเตอร์ 2 ถึง 4 หยด จะได้สารละลายเป็นสีเหลืองอมส้มนำไปไตเตรทกับสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตที่ทราบความเข้มข้นแน่นอน จนกระทั่งสารละลายเปลี่ยนจากสีเหลืองอมส้มเป็นสีน้ำตาลอมม่วง (ก่อนการเปลี่ยนสีสุดท้ายเพียง 1 หยด สีสารละลายจะเป็นเขียว แล้วเป็นสีฟ้าน้ำทะเล) บันทึกปริมาตรสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตเข้มข้น 0.1 นอร์มัล

เตรียมสารละลายแบลนด์ (blank) ที่มีน้ำกลั่น 5 mL ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL จากนั้นปิเปิดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 17.5 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ แล้วนำไปไตเตรท วิธีการเดียวกับสารละลายตัวอย่างในข้อ 1 ถึง

คำนวณแอลฟา-เซลลูโลส จากสูตร

$$\text{แอลฟา-เซลลูโลส (\%)} = 100 - [6.85(V_2 - V_1) \times N \times 20 / (A \times W)]$$

โดยที่ V_1 คือ ปริมาตรสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตที่ใช้ในการไตเตรทกับสารละลาย

ตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

V_2 คือ ปริมาตรสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตที่ใช้ในการไตเตรทกับสารละลาย

แบลนด์ (มิลลิลิตร)

N คือ ความเข้มข้นที่แน่นอนของสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟต (นอร์มัล)

A คือ ปริมาตรสารละลายตัวอย่างที่ใช้ในการไตเตรท (มิลลิลิตร)

W คือ น้ำหนักสารตัวอย่าง (กรัม)

วิธีวิเคราะห์ปริมาณ แกมมา-เซลลูโลส: ปิเปตสารละลายตัวอย่างปริมาตร 50 มิลลิลิตรลงในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL เติมสารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 3 นอร์มัล ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ผสมให้เป็นเนื้อเดียวกัน ปิดปากขวดด้วยสำลีและหุ้มด้วยแผ่นอะลูมิเนียมบาง นาไปให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 70 ถึง 90 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ถึง 3 นาที เพื่อให้เกิดการตกตะกอนอย่างสมบูรณ์ กรองตะกอนออกจากสารละลาย (ระวังกระดาษกรองขาดจากกรดเข้มข้นที่ใช้) เก็บสารละลายส่วนใสไปการวิเคราะห์แกมมา-เซลลูโลส ตามวิธีเดียวกับแอลฟา-เซลลูโลส

เตรียมสารละลายเบลงค์ (blank) ที่มีน้ำกลั่น 5 mL ในขวดรูปชมพู่ขนาด 250 mL จากนั้นปิเปตสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 17.5 เปอร์เซ็นต์ ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ลงในขวดรูปชมพู่ แล้วนำไปไตเตรท วิธีการเดียวกับสารละลายตัวอย่างในข้อ 1

วิธีการคำนวณแกมมา-เซลลูโลส

$$\text{แกมมา-เซลลูโลส (\%)} = [6.85(V_4 - V_3) \times N \times 20 / (A \times W)]$$

โดยที่ V_3 คือ ปริมาตรสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตที่ใช้ในการไตเตรทกับสารละลายตัวอย่าง (มิลลิลิตร)

V_4 คือ ปริมาตรสารละลายเฟอร์รัสแอมโมเนียมซัลเฟตที่ใช้ในการไตเตรทกับสารละลายเบลงค์ (มิลลิลิตร)

การคำนวณเบต้า-เซลลูโลส (เฮมิเซลลูโลส) จาก

$$\text{เบต้า-เซลลูโลส} = 100 - (\text{แอลฟา-เซลลูโลส} + \text{แกมมา-เซลลูโลส})$$