

Praktikum Holz- und Pflanzenchemie

„Chemische Grundlagen der Holz- und Fasertechnik“

Praktikumstag 1 – 26. Mai 2008

V1 – Bestimmung des Trockenmasseanteils

V2 – Bestimmung der Extraktstoffanteile

V3 – Bestimmung der Cellulose nach Kürschner und Hoffer

Praktikumstag 2 – 28. Mai 2008

V4 – Bestimmung des Ligninanteils

V5 – Bestimmung des Gesamtzuckers

V6 – Bestimmung der Cellulose mit Peressigsäure

Qualitativer Ligninnachweis

Durchführende: M■■■■ P■■■■ (Matrikel: ■■■■■)
(Gruppe 18) Fabian Knorr (Matrikel: ■■■■■)

Abgabe: 09. Juni 2008

Inhalt

1	V1 – Bestimmung des Trockenmasseanteils	3
1.1	Vorüberlegung.....	3
1.2	Versuchsvorbereitung.....	3
1.3	Durchführung.....	3
1.4	Auswertung	3
1.5	Fehlerbetrachtung	4
2	V2 – Bestimmung der extrahierbaren Anteile mit organischen Lösemitteln	5
2.1	Vorüberlegung.....	5
2.2	Versuchsvorbereitung.....	5
2.3	Durchführung.....	5
2.4	Auswertung	6
2.5	Fehlerbetrachtung	6
3	V3 – Bestimmung der Cellulose nach Kürschner und Hoffer	7
3.1	Vorüberlegung.....	7
3.2	Versuchsvorbereitung.....	7
3.3	Durchführung.....	7
3.4	Auswertung	8
3.5	Fehlerbetrachtung	8
4	V4 / V5 – Bestimmung des Lignin- und Gesamtzuckergehaltes (Modifizierte Bestimmung nach Savard)	9
4.1	Vorüberlegung.....	9
4.2	Versuchsvorbereitung.....	9
4.3	Durchführung zur Bestimmung des Ligningehaltes	10
4.4	Durchführung zur Bestimmung des Gesamtzuckers	10
4.5	Auswertung	11
4.6	Fehlerbetrachtung	12
5	V6 – Bestimmung der Cellulose mit Peressigsäure	13
5.1	Vorüberlegung.....	13
5.2	Versuchsvorbereitung.....	13
5.3	Durchführung.....	13
5.4	Auswertung	14
5.5	Fehlerbetrachtung	14
6	Qualitativer Ligninnachweis	15
6.1	Vorüberlegung.....	15
6.2	Durchführung.....	15
6.3	Auswertung	16

1 V1 – Bestimmung des Trockenmasseanteils

1.1 Vorüberlegung

Das Analysematerial (Fichte-FI) für alle Versuche wurde in einer Schlagkreuzmühle so lange zerkleinert, bis eine Partikelgröße von 0,1 bis 0,8 mm erreicht war. Die Trennung erfolgte dabei durch Prüfsiebe.

Da sich die Bestimmungen der Extraktstoffe, des Lignin- sowie Celluloseanteils und der Gesamtzuckergehalt auf die Trockenmasse beruht, muss die Trockenmasse genau bestimmt werden. In klimatisierten Räumen bei etwa 20 °C sollte sich eine Holzfeuchte von etwa 8 % einstellen, wodurch sich ein Erwartungswert des Trockenmasseanteils von 92 % ergibt.

1.2 Versuchsvorbereitung

- Probenmaterial: • Fichte-Fasern
- Geräte: • Analysenwaage (Genauigkeit 0,1 mg)
 • Becherglas
 • Trockenschrank
- Reagenzien: • Keine

1.3 Durchführung

Das Becherglas zur Aufnahme der Fasern und die Fasern wurden gewogen und folgende Werte dabei ermittelt:

- Masse des Becherglases: 36,4242 g
- Masse des Becherglases mit feuchten FI-Fasern: 37,8000 g

Das Becherglas mit den Fasern wurde in den Trockenschrank gestellt und bei 105 °C bis zur Massekonstanz getrocknet. Das Abkühlen der Probe vor dem Wiegen erfolgte im Exsikkator.

1.4 Auswertung

Der Trockenmasseanteil wird nach der Praktikumsanleitung nach folgender Formel berechnet:

$$t = \frac{(m_{tr} + m_G) - m_G}{(m_f + m_G) - m_G} \cdot 100$$

Mit:

- t - Trockenmasseanteil in %
- m_G - Masse des Gefäßes in g
- m_f - Feuchtmasse der Probe in g
- m_{tr} - Trockenmasse der Probe in g

Gemessene Werte:

- Masse des Becherglases: $m_G = 36,4242 \text{ g}$
- Masse der feuchten Fasern mit Becherglas: $(m_f + m_G) = 37,8000 \text{ g}$
- Masse der getrockneten Fasern mit Becherglas: $(m_{tr} + m_G) = 37,6925 \text{ g}$

Somit berechnet sich der Trockenmasseanteil wie folgt:

$$t = \frac{(m_{tr} + m_G) - m_G}{(m_f + m_G) - m_G} \cdot 100\% = \frac{37,6925 - 36,4242}{37,8000 - 36,4242} \cdot 100\% = \underline{\underline{92,19\%}}$$

Der Trockenmasseanteil der FI-Holzfasern beträgt 92,19 %.

1.5 Fehlerbetrachtung

Außer dem sehr geringen Fehler der Laborwaage liegen mögliche Fehlerursachen beim Bediener der Waage. Er verursacht möglicherweise beim Anschalten oder Trieren eine kleine Erschütterung, die bei den kleinen Gewichten schon Auswirkungen hat. Somit misst die Waage im Folgenden mit einem systematischen Fehler und das angezeigte Gewicht ist nicht korrekt.

Ebenfalls können durch die Hände des Bedieners Feuchtigkeit oder Verschmutzungen an das Becherglas bringt, die beim Wiegen mitgemessen werden und das tatsächliche Gewicht verfälschen.

Eine weitere Fehlerquelle besteht darin, dass die getrockneten Proben von allen am Praktikum teilnehmenden Gruppen in einem Exsikkator abgekühlt wurden und dieser folglich mehrfach geöffnet und geschlossen wurde. So konnte bei jeder Öffnung Feuchtigkeit aus der Luft auf die trockenen Proben gelangen und die später gewogene Trockenmasse verfälschen. Dieser Einfluss ist jedoch sehr gering.

2 V2 – Bestimmung der extrahierbaren Anteile mit organischen Löse- mitteln

2.1 Vorüberlegung

Innerhalb der Hohlräume der extrazellulären Matrix oder in den Zelllumina des Holzes können organische und anorganische Verbindungen eingelagert sein. Da sie meist löslich sind, werden sie auch Extraktstoffe genannt.

Extrahierbare Anteile können mit organischen Lösungsmitteln unter bestimmten Bedingungen aus Holzwerkstoffen, Faserwerkstoffen und Spangemischen gelöst werden. Die Bestimmung des Extraktgehaltes erfolgt auf der Basis des Trockenmasseanteiles. Es wird bei dem Versuch ein Extraktstoffgehalt von etwa 5 % erwartet.

2.2 Versuchsvorbereitung

Probenmaterial: • Fichte-Fasern

Geräte: • Analysenwaage (Genauigkeit 0,1 mg)
 • Trockenschrank
 • Heizpilz
 • Vakuumpumpe
 • Extraktionsapparat nach Soxhlet (bestehend aus: Rundkolben 500 ml, Extraktionsaufsatz und Kugelkühler)
 • Extraktionshülse
 • Quarzglaskugeln

Reagenzien: • Toluol
 • Ethanol

2.3 Durchführung

Der Kolben sowie die FI-Fasern wurden gewogen und folgende Werte dabei ermittelt:

- Masse des Kolbens: 112,907 g
- Masse der FI-Fasern: 5,0 g

Die Extraktionshülse mit den FI-Fasern wurde in den Extraktionsaufsatz gegeben. Es wurde eine 200 ml-Lösung aus gleichen Anteilen von Toluol und Ethanol hergestellt. Mit dieser Lösung wurde, vom ersten Abhebern an, 6 h extrahiert.

Anschließend wurde das Lösemittel des Extraktes abrotiert und der Rückstand im Kolben im Trockenschrank bei 105 °C bis zur Massekonstanz getrocknet. Vor der Massebestimmung wurde die Probe im Exsikkator abgekühlt.

2.4 Auswertung

Der Extraktgehalt wird auf Grundlage des Trockenmasseanteils berechnet.

Gemessene Werte:

- Masse des Kolbens: $m_K = 112,907 \text{ g}$
- Masse der Siedeperlen: $m_S = 1,4250 \text{ g}$
- Masse des feuchten Holzes: $m_f = 5,0 \text{ g}$
- Masse des extrahierten, getrockneten Rückstandes ($m_{tr,e}$) mit Kolben und Siedeperlen: $(m_{tr,e} + m_K + m_S) = 114,5603 \text{ g}$
- Trockenmasseanteil nach Versuch 1: $t = 92,19 \%$

Der Rückstand im Kolben berechnet sich wie folgt:

$$m_{tr,e} = (m_{tr,e} + m_K) - m_K - m_S = 114,5603 \text{ g} - 112,907 \text{ g} - 1,4250 = 0,2283 \text{ g}$$

Die Trockenmasse des unextrahierten Analysematerials berechnet sich mithilfe des Trockenmasseanteils aus dem Versuch 1:

$$t = \frac{(m_{tr} + m_K) - m_K}{(m_f + m_K) - m_K} \cdot 100 \Rightarrow m_{tr} = \frac{t}{100} \cdot m_f = \frac{92,19}{100} \cdot 5,0 \text{ g} = 4,6065 \text{ g}$$

Somit lässt sich der Extraktgehalt e bestimmen:

$$e = \frac{m_{tr,e}}{m_{tr}} \cdot 100 \% = \frac{0,2283}{4,6065} \cdot 100 \% = \underline{\underline{4,95 \%}}$$

Der Extraktgehalt der FI-Holzfasern beträgt 4,95 %.

2.5 Fehlerbetrachtung

Außer der in Versuch 1 beschriebenen Fehler der Waage und des Bedieners der Waage und des Exsikkators liegen weitere Fehlerquellen beim korrekten Abmessen der Lösungsmittelvolumina und in der Zeitmessung der Extraktion. So muss der Durchführende den Zeitpunkt des ersten Abhebers realisieren und die Zeit richtig messen. Ebenfalls sind Rechen- und Rundungsfehler möglich.

3 V3 – Bestimmung der Cellulose nach Kürschner und Hoffer

3.1 Vorüberlegung

Die Cellulosebestimmung nach Kürschner und Hoffer beruht auf der Oxidation des Lignins mittels alkoholischer Salpetersäure zum alkoholischem Nitrolignin. Nitrolignin kann in Alkohol und Wasser gelöst werden.

Es wird ein Cellulosegehalt von etwa 45 % erwartet.

3.2 Versuchsvorbereitung

- Probenmaterial:
- Fichte-Fasern
- Geräte:
- Analysenwaage (Genauigkeit 0,1 mg)
 - Trockenschrank
 - Bunsenbrenner
 - Heizbad
 - Erlenmeyerkolben 300 ml / NS29
 - Rückflusskühler NS29
 - Pumpe
 - G3 Quarzglasfritte
- Reagenzien:
- Ethanol 96 %-ig
 - Salpetersäure 65 %-ig
 - Entionisiertes Wasser

3.3 Durchführung

Die FI-Fasern sowie die G3-Quarzglasfritte wurden gewogen und folgende Werte dabei ermittelt:

- Masse der FI-Fasern: 1,0070 g
- Masse der G3-Quarzglasfritte: 28,7400 g

Das Analysematerial wurde in den Erlenmeyerkolben überführt und 25 ml der frisch hergestellten Nitriermischung (Alkohol und Salpetersäure mit den Volumenanteilen 4 : 1) dazu gegeben. Nun wurde das Gemisch 1 Stunde im Wasserbad am Rückfluss gekocht.

Anschließend wurde über eine G3-Quarzglasfritte filtriert und der Rückstand erneut mit 25 ml der Nitrierlösung gekocht. Dieser Vorgang wurde zweimal wiederholt.

Der erhaltene Rückstand wurde zunächst mit Ethanol und dann mit Wasser gewaschen. Die erhaltene Cellulose wurde mit 100 ml Wasser in einen Erlenmeyer-

kolben gegeben und erneut 30 min am Rückfluss gekocht. Der Rückstand wurde wieder über der G3-Quarzglasfritte filtriert und mit heißem Wasser bis zur pH-Neutralität gewaschen.

Anschließend wurde das Analysematerial bis zur Massekonstanz im Trockenofen bei 105 °C getrocknet. Das Abkühlen vor dem Wiegen erfolgte im Exsikkator.

3.4 Auswertung

Der Cellulosegehalt wird auf Grundlage des Trockenmasseanteils berechnet.

Gemessene Werte:

- Masse der feuchten FI-Fasern: $m_f = 1,0070 \text{ g}$
- Masse der G3-Quarzglasfritte: $m_Q = 28,7400 \text{ g}$
- Masse des getrockneten Analysematerials mit Fritte: $m_{tr,Q} = 29,1556 \text{ g}$
- Trockenmasseanteil aus V1: $t = 92,19 \%$

Der Rückstand in der G3-Fritte m_C berechnet sich wie folgt:

$$m_C = m_{tr,Q} - m_Q = 29,1556 \text{ g} - 28,7400 \text{ g} = 0,4156 \text{ g}$$

Mit dem Trockenmasseanteil lässt sich die Trockenmasse des Analysematerials bestimmen:

$$t = \frac{(m_{tr} + m_Q) - m_Q}{m_f} \cdot 100 \Rightarrow m_{tr} = \frac{t}{100} \cdot m_f = \frac{92,19}{100} \cdot 1,0070 \text{ g} = 0,9284 \text{ g}$$

Somit ergibt sich der Celluloseanteil c:

$$c = \frac{m_C}{m_{tr}} \cdot 100 \% = \frac{0,4156}{0,9284} \cdot 100 \% = \underline{\underline{44,77 \%}}$$

Der Celluloseanteil der FI-Holzfasern beträgt mit der Bestimmung nach Kürschner und Hoffer 44,77 %.

3.5 Fehlerbetrachtung

Außer der in Versuch 1 beschriebenen Waagen- und Wiegefehler liegen weitere Fehlerquellen in der volumetrischen Abmessung der Reagenzien und in der Zeitmessung der Kochzeiten. Auch sind wiederum Rechen- und Rundungsfehler möglich.

4 V4 / V5 – Bestimmung des Lignin- und Gesamtzuckergehaltes (Modifizierte Bestimmung nach Savard)

4.1 Vorüberlegung

Die Bestimmung des Gesamtzuckers wird mit Hilfe von Hydrolyseverfahren ermittelt. Die Hemicellulose und Cellulose hydrolysieren dabei nach der Entfernung der Extraktstoffe zu Zucker. Dieser Zucker wird als Gesamtzucker bestimmt. Der unhydrolysierbare Ligninanteil als Rest wird gewaschen, getrocknet und gewogen. Die Bestimmungen beziehen sich auf den Trockenmasseanteil.

Der Erwartungswert für den Ligninanteil liegt bei 28 – 33 %, bei der Bestimmung des Gesamtzuckergehaltes wird ein Anteil von etwa 50 % erwartet.

4.2 Versuchsvorbereitung

Probenmaterial: • Fichte-Fasern

Geräte: • Analysenwaage (Genauigkeit 0,1 mg)
• Trockenschrank
• Bunsenbrenner
• Heizbad
• Erlenmeyerkolben 300 ml / NS29
• Rückflusskühler NS29
• Bechergläser 100 ml, 250 ml
• Rundkolben 1.000 ml
• Maßkolben 1.000 ml
• Wittscher Topf
• Voll-Pipette 20 ml
• Pasteur-Pipette 1 ml
• Bürette 50 ml
• Messzylinder 50 ml, 10 ml
• Uhrglasschalen
• Vakuumpumpe
• G4-Quarzglasfritte

Reagenzien: • Schwefelsäure 67 %-ig
• Fehlingsche Lösung I: 69,3 g $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$ mit dest. Wasser auf 1.000 ml aufgefüllt
• Fehlingsche Lösung II: 346 g $KNaC_4H_4O_6 \cdot 4 H_2O$ und 142 g NaOH mit dest. Wasser auf 1.000 ml aufgefüllt
• Konzentrierte Salpetersäure
• 2,5 M Salpetersäure
• Indikatorgemisch Murexid-NaCl (1:100)
• 0,02 M Chelaplex III-Lösung
• Entionisiertes Wasser

4.3 Durchführung zur Bestimmung des Ligningehaltes

Die FI-Fasern sowie die G4-Quarzglasfritte wurden gewogen. Das Analysematerial wurde in einem Becherglas mit 20 ml 67 %-iger Schwefelsäure versetzt und bei Raumtemperatur 16 Stunden stehen gelassen.

Das Gemisch wurde dann in einen 1.000 ml-Rundkolben überführt und mit dem entionisiertem Wasser auf 650 ml verdünnt. Anschließend wurde die Lösung 5 h am Rückfluss gekocht und dann inklusive des Ligninrückstandes in einen 1.000 ml Maßkolben überführt. Nach dem Abkühlen auf 20 °C wurde der Maßkolben mit entionisiertem Wasser aufgefüllt und 16 h ruhen gelassen.

Nach der Ruhephase wurde das Lignin über eine G4-Quarzglasfritte abgesaugt. Dabei wurden ca. 200 ml zur Bestimmung des Gesamtzuckers entnommen, indem dieser Teil in einem Becherglas aufgefangen wurde, das in einem Wittschen Topf stand. Der Rest der Lösung wurde nochmals abgesaugt.

Das Lignin wurde mit entionisiertem Wasser säurefrei gewaschen und anschließend bis zur Massekonstanz im Trockenofen bei 105 °C getrocknet. Das Abkühlen vor dem Wiegen erfolgte im Exsikkator.

4.4 Durchführung zur Bestimmung des Gesamtzuckers

Mit einer Pipette wurde aus der 200 ml aufgefangenen Lösung aus der Ligninbestimmung 20 ml in einem 300 ml Erlenmeyerkolben überführt. Es wurden je 10 ml Fehling I und Fehling II zugesetzt. Das erhaltene Gemisch wurde in 1,5 bis 2 Minuten zum Sieden erhitzt, 3 Minuten gekocht und dann langsam abgekühlt. Der entstandene Niederschlag wurde unter Abschluss von Luftsauerstoff über eine G4-Fritte abgetrennt. Das Cu_2O wurde mit entionisiertem Wasser gewaschen, bis alle Cu-Ionen aus dem Niederschlag entfernt waren. War das erreicht, wurde der Niederschlag mit 0,5 ml konz. Salpetersäure und zweimal 1 ml 2,5 M Salpetersäure aufgelöst und mit ca. 50 ml entionisiertem Wasser nachgespült.

Mit der Zugabe von konz. Ammoniaklösung wurde ein pH-Wert von 8 eingestellt. Die Lösung nahm dabei eine kornblumenblaue Farbe an. Durch Zugabe einer Spatelspitze des Indikatorgemisches verfärbte sich die Lösung grün. Diese Lösung wurde mit Chelaplex III-Lösung bis zum Farbumschlag nach violett titriert.

Diese Bestimmung wurde doppelt ausgeführt.

4.5 Auswertung

Der Ligninanteil wird auf Grundlage des Trockenmasseanteils berechnet.

Gemessene Werte:

- Masse der feuchten FI-Fasern: $m_f = 1,0406 \text{ g}$
- Masse der G4-Quarzglasfritte: $m_Q = 28,9031 \text{ g}$
- Masse des getrockneten Analysematerials mit Fritte: $m_{tr,Q} = 29,1777 \text{ g}$
- Trockenmasseanteil aus Versuch 1: $t = 92,19 \%$

Der Rückstand in der G4-Fritte m_L berechnet sich wie folgt:

$$m_L = m_{tr,Q} - m_Q = 29,1777 \text{ g} - 28,9031 \text{ g} = 0,2746 \text{ g}$$

Mit dem Trockenmasseanteil lässt sich die Trockenmasse des Analysematerials bestimmen:

$$t = \frac{(m_{tr} + m_Q) - m_Q}{m_f} \cdot 100 \Rightarrow m_{tr} = \frac{t}{100} \cdot m_f = \frac{92,19}{100} \cdot 1,0406 \text{ g} = 0,9593 \text{ g}$$

Somit ergibt sich der Ligninanteil I:

$$I = \frac{m_L}{m_{tr}} \cdot 100 \% = \frac{0,2746}{0,9593} \cdot 100 \% = \underline{\underline{28,6250 \%}}$$

Der Ligningehalt der FI-Holzfasern beträgt 28,6250 %.

Der Gesamtzucker wird nach der Praktikumsanleitung gemäß folgender Formel berechnet:

$$Z = \frac{b \cdot a \cdot f \cdot 0,632 \cdot 100}{c \cdot m_{tr} \cdot 1.000} \\ = \frac{a \cdot f \cdot 0,632 \cdot 100}{c \cdot m_{tr}}$$

Mit:

- Z - Gesamtzucker in %
- b - Gesamtvolumen der Prüflösung (1.000 ml)
- a - Verbrauch an 0,02 M Chelaplex III-Lösung für c
- f - Faktor der Chelaplex III-Lösung
- 0,632 - Umrechnungsfaktor auf Glucose
- c - Volumen der zu titrierenden Lösung
- m_{tr} - Trockenmasse des Analysematerials in g

Gemessene Werte:

- Volumen der Chelaplex III-Lösung in der ersten Bestimmung: $a_1 = 2,3 \text{ ml}$
- Volumen der Chelaplex III-Lösung in der zweiten Bestimmung: $a_2 = 1,8 \text{ ml}$
- Faktor der Chelaplex III-Lösung: $f = 1,0$
- Volumen der zu titrierenden Lösung: $c = 20 \text{ ml}$

Mit dem Trockenmasseanteil lässt sich die Trockenmasse des Analysematerials bestimmen:

$$t = \frac{(m_{tr} + m_Q) - m_Q}{m_f} \cdot 100 \Rightarrow m_{tr} = \frac{t}{100} \cdot m_f = \frac{92,19}{100} \cdot 1,0406 \text{ g} = 0,9593 \text{ g}$$

Somit ergibt sich der Gesamtzuckeranteil Z in den zwei Bestimmungen nach folgender Berechnung:

$$Z_1 = \frac{a_1 \cdot f \cdot 0,632 \cdot 100\%}{c \cdot m_{tr}} = \frac{2,3 \cdot 1,0 \cdot 0,632 \cdot 100\%}{20 \cdot 0,9593} = \underline{\underline{7,57\%}}$$

$$Z_2 = \frac{a_2 \cdot f \cdot 0,632 \cdot 100\%}{c \cdot m_{tr}} = \frac{1,8 \cdot 1,0 \cdot 0,632 \cdot 100\%}{20 \cdot 0,9593} = \underline{\underline{5,98\%}}$$

Es ergab sich bei der Bestimmung ein Gesamtzuckeranteil von 7,57 bzw. 5,98 %.

4.6 Fehlerbetrachtung

Fehlerquellen liegen in der volumetrischen Abmessung der Reagenzien, der Zeitmessung und möglichen Rechen- bzw. Rundungsfehlern.

Nach der Ruhephase von 16 h musste die Lösung vor Entnahme der 200 ml für die Bestimmung des Gesamtzuckeranteiles gründlich gerührt oder geschüttelt werden, um sedimentierte Bestandteile wieder in der Lösung zu verteilen. Sonst ist der im Folgenden bestimmte Zuckeranteil nicht korrekt.

Eine weitere Fehlerquelle liegt in der Einhaltung der vorgegebenen Koch- und Siededauern der mit Fehling I und II versetzten Lösung zur Zuckerbestimmung.

Beim anschließenden Abtrennen des Niederschlages über eine G4-Fritte bestand die Gefahr der Reaktion mit Luftsauerstoff, was das Ergebnis der Gesamtzuckerbestimmung verfälscht.

Der größte Fehler bestand darin, dass sich der Rückstand an Cu_2O durch die Fritte gesaugt wurde. Die erhaltenen Werte entsprechen demnach nicht dem realen Wert.

5 V6 – Bestimmung der Cellulose mit Peressigsäure

5.1 Vorüberlegung

Die Cellulosebestimmung mit Peressigsäure beruht auf der Oxidation des Lignins mittels Peressigsäure. Dabei kommt es zur Spaltung der aromatischen Ringe.

Es wird ein Cellulosegehalt von etwa 45 % erwartet.

5.2 Versuchsvorbereitung

- Probenmaterial:
- Fichte-Fasern
- Geräte:
- Analysenwaage (Genauigkeit 0,1 mg)
 - Trockenschrank
 - Bunsenbrenner
 - Heizbad / Thermometer
 - Rundkolben 100 ml / NS29
 - Rückflusskühler NS29
 - Pumpe
 - G2 Quarzglasfritte
- Reagenzien:
- Natriumacetat
 - Konz. Essigsäure
 - Peressigsäure 40 %-ig
 - Entionisiertes Wasser

5.3 Durchführung

Die FI-Fasern sowie die G2-Quarzglasfritte wurden gewogen und folgende Werte dabei ermittelt:

- Masse der FI-Fasern: 0,5007 g
- Masse der G2-Quarzglasfritte: 29,9256 g

Das Analysematerial wurde in den 10 ml Erlenmeyerkolben überführt und 10 ml einer Lösung von 10 %-igem Natriumacetat in konzentrierter Essigsäure dazu gegeben. Nun wurde das Gemisch mit 6 ml 40 %-iger Peressigsäure versetzt und 1 Stunde am Rückfluss im Wasserbad auf 70 °C erwärmt.

Nach dem Abkühlen wurde über dem Rückflusskühler ca. 50 ml entionisiertes Wasser zugegeben und das Gemisch durch eine G2-Quarzglasfritte abgesaugt.

Der Rückstand im Filter wurde mit entionisiertem Wasser säurefrei gewaschen. Anschließend wurde das Analysematerial im Trockenschrank bei 105 °C bis zur Massekonstanz getrocknet. Vor dem Wiegen wurde es im Exsikkator abgekühlt.

5.4 Auswertung

Der Cellulosegehalt wird auf Grundlage des Trockenmasseanteils berechnet.

Gemessene Werte:

- Masse der feuchten FI-Fasern: $m_f = 0,5007 \text{ g}$
- Masse der G2-Quarzglasfritte: $m_Q = 29,9256 \text{ g}$
- Masse des getrockneten Analysematerials mit Fritte: $m_{tr,Q} = 30,2836 \text{ g}$
- Trockenmasseanteil aus V1: $t = 92,19 \%$

Der Rückstand in der G2-Fritte m_C berechnet sich wie folgt:

$$m_C = m_{tr,Q} - m_Q = 30,2836 \text{ g} - 30,0430 \text{ g} = 0,2406 \text{ g}$$

Mit dem Trockenmasseanteil lässt sich die Trockenmasse des Analysematerials bestimmen:

$$t = \frac{(m_{tr} + m_Q) - m_Q}{m_f} \cdot 100 \Rightarrow m_{tr} = \frac{t}{100} \cdot m_f = \frac{92,19}{100} \cdot 0,5007 \text{ g} = 0,4615 \text{ g}$$

Somit ergibt sich der Celluloseanteil c:

$$c = \frac{m_C}{m_{tr}} \cdot 100 \% = \frac{0,2406}{0,4615} \cdot 100 \% = \underline{\underline{52,13 \%}}$$

Der Celluloseanteil der FI-Holzfasern beträgt nach der Bestimmung mit Peressigsäure 52,13 %.

5.5 Fehlerbetrachtung

Außer der in Versuch 1 beschriebenen Waagen- und Wiegefehler liegen weitere Fehlerquellen in der volumetrischen Abmessung der Reagenzien und in der Zeitmessung der Erwärmungszeit.

Ebenso liegt eine mögliche Fehlerursache in der Einhaltung der 70 °C während der einstündigen Erwärmung, um nicht andere Bestandteile zum Sieden zu bringen.

Auch sind wiederum Rechen- und Rundungsfehler möglich.

6 Qualitativer Ligninnachweis

6.1 Vorüberlegung

In einigen Fällen in der Forschung und Wirtschaft ist es ausreichend, einen qualitativen Ligninnachweis durchzuführen, ohne die Quantität zu bestimmen. Auch ist der im Folgenden beschriebene Versuch als schnelle Voruntersuchung geeignet.

6.2 Durchführung

Es standen vier verschiedene Substanzen zur Untersuchung auf einen Ligninanteil bereit:

- Filterpapier
- Papier eines Schreibblockes
- Zeitungspapier
- Natives Holz

Mithilfe zweier Reagenzien konnten in voneinander unabhängigen Versuchen ein eventuelle Ligningehalt nachgewiesen werden.

Von jeder der zu untersuchenden Substanzen lagen je zwei Proben bereit, jeweils eine für jedes Nachweismittel.

Die erste Nachweisreagenz war die gelbliche Flüssigkeit Phloroglucin in 20 %-iger Salzsäure. Auf jede der vier Proben wurde je ein Tropfen pipettiert. Nach etwa einer halben Minute war auf dem Holz und Zeitungspapier ein Farbumschlag ins Rötliche an der benetzten Stelle sichtbar. Nach etwa zwei Minuten war die Nachweisreaktion weitestgehend abgeschlossen: Das Phloroglucin ist auf dem Holz kräftig und auf dem Zeitungspapier schwächer rot geworden. Auf dem Filter- und Schreibpapier blieb die Nachweisreagenz unverändert gelblich.

Das zweite Nachweismittel war die farblose Flüssigkeit Anilinsulfat in Wiesner, wovon ebenfalls je ein Tropfen auf die Proben gegeben wurde. Nach ähnlicher Zeit wie im ersten Versuch konnte auf dem Holz ein kräftiger und auf dem Zeitungspapier ein leichter Farbumschlag ins Gelbliche festgestellt werden. Auf Filter- und Schreibblockpapier blieb die Nachweisreagenz unverändert farblos.

Zusammenfassend lässt sich die qualitative Ligninbestimmung mit den zwei Nachweisreagenzien auf den gegebenen Substraten in folgender Tabelle darstellen:

Nachweisreagenz	Filterpapier	Schreibpapier	Zeitungs-papier	Natives Holz
Phloroglucin in 20 %-iger Salzsäure	Keine Reaktion	Keine Reaktion	Schwache Reaktion	Starke Reaktion
Anilinsulfat in Wiesner	Keine Reaktion	Keine Reaktion	Schwache Reaktion	Starke Reaktion

6.3 Auswertung

Beide Nachweisreaktionen kamen zum gleichen Ergebnis. Das native Holz enthält einen hohen Ligninanteil, was zu erwarten war, da Lignin zu den drei Hauptbestandteilen des Holzes gehört (neben Cellulose und Hemicellulose).

Im Zeitungspapier lässt sich ebenfalls die Verbindung Lignin nachweisen, wenn auch in geringerer Konzentration. Das lässt sich an den weniger intensiven Farbumschlägen der Reagenzien erkennen. Da es sich bei dem gräulichen Zeitungspapier um ein qualitativ geringer wertiges Papier handelt, bei dessen Herstellung das Lignin nicht komplett entfernt wird, ist Lignin noch im fertigen Papier nachweisbar.

Bei der Herstellung von Filter- und Schreibpapier wird das Lignin vollständig entfernt, um einen höheren Weißheitsgrad zu erhalten und dem Vergilben vorzubeugen. Dieser Aspekt war auch an der weißeren Erscheinung der zur Verfügung stehenden Proben zu erkennen. Folglich ist in den fertigen Papieren kein Lignin mehr nachweisbar.