



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)**
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11) 
2-0001928

(51)⁷ **G01N 33/46**

(13) **Y**

(21) 2-2015-00317

(22) 16.10.2015

(45) 25.01.2019 370

(43) 25.02.2016 335

(73) **ĐẠI HỌC QUỐC GIA THÀNH PHỐ HỒ CHÍ MINH (VN)**

Phường Linh Trung, quận Thủ Đức, thành phố Hồ Chí Minh

(72) Nguyễn Quốc Việt (VN), Nguyễn Vũ Việt Linh (VN), Nguyễn Ngọc Kim Tuyến (VN), Phạm Ngọc Sinh (VN), Nguyễn Anh Thư (VN)

(54) **QUY TRÌNH XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG LIGNIN TRONG SỢI XƠ DỪA**

(57) Giải pháp hữu ích đề xuất quy trình xác định hàm lượng lignin trong sợi thực vật có hàm lượng lignin cao, cụ thể là xác định hàm lượng lignin trong sợi xơ dừa, dựa vào tiêu chuẩn Tappi T236. Điểm khác biệt của của quy trình là sử dụng dung dịch axit sulfuric (H_2SO_4) 72% để xử lý bột xơ dừa, sau đó pha loãng dung dịch H_2SO_4 72% bằng nước cất để thu được dung dịch axit nồng độ 3%. Tiếp theo chuẩn độ dung dịch này bằng dung dịch $Na_2S_2O_3$ 0,2N theo tiêu chuẩn Tappi T236. Sử dụng axit H_2SO_4 72% hòa tan xenluloza làm lignin được phân tán vào dung dịch ở kích thước nhỏ hơn, thuận lợi cho phản ứng oxy hóa lignin của kali permanganat ($KMnO_4$) trong giai đoạn chuẩn độ. Kết quả thu được phản ánh chính xác hàm lượng lignin trong sợi ban đầu.

Lĩnh vực kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Giải pháp hữu ích liên quan đến quy trình và kỹ thuật xác định hàm lượng lignin trong bột gỗ và các loại sợi thực vật, cụ thể là quy trình chuẩn độ hàm lượng lignin trong sợi xơ dừa.

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Mặc dù lignin đóng vai trò quan trọng trong gỗ và các sợi thực vật nhưng nhiều tính chất liên quan đến lignin vẫn còn là bí ẩn. Lignin là một polyme phức tạp có chức năng như một chất độn hoặc chất gia cường làm tăng độ cứng trong sợi thực vật. Cấu trúc chính xác của lignin rất khó xác định. Điều này có thể được giải thích bởi sự phức tạp của các polyme, mà không thể được chuyển đổi sang phần monome của nó có cùng đơn vị cấu trúc. Khi bị phá vỡ, có nhiều đơn vị cấu trúc khác nhau và liên kết theo những cách khác nhau. Rất khó để phân lập lignin từ các thành phần khác của sợi thực vật.

Hàm lượng lignin của bột sợi thực vật được xác định bởi trị số Kappa. Kappa là khối lượng tính bằng ml của dung dịch kali permanganat 0,1N tiêu thụ bởi một gam bột sợi thực vật (độ ẩm 0%) theo điều kiện quy định trong quy trình của Hiệp hội kỹ thuật bột giấy và Công nghiệp giấy (TAPPI). Các tiêu chuẩn TAPPI có số T236 om-99 và các phiên bản mới nhất được ban hành vào năm 2002 hoặc ISO-302. Quy trình chuẩn độ bao gồm các bước: Cân lượng mẫu nhất định mà khi chuẩn độ sẽ tiêu thụ từ 30 đến 70% kali permanganat, phân tán mẫu trong 500 ml nước cất, chuyển qua cốc phản ứng loại 2 lít, duy trì ở $25 \pm 0,2^\circ\text{C}$, khuấy liên tục. Sử dụng một cốc thủy tinh 250 ml, bổ sung 100 ml dung dịch kali permanganat và 100 ml dung dịch axit sulfuric 4N vào, duy trì ở nhiệt độ 25°C . Đổ hỗn hợp trong cốc thủy tinh 250 ml vào cốc thủy tinh 2L chứa mẫu, ngay lập tức bấm đồng hồ bấm giờ và bổ sung thêm nước cất vào cốc thủy tinh 2L đạt thể tích $1000 \pm 5 \text{ mL}$. Sau 10 phút cho thêm 20 ml dung dịch kali iod (KI) 1N. Sau khi khuấy đều, chuẩn độ với dung dịch sodium thiosulphat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 0,2N. Xác định điểm kết thúc bằng cách sử dụng một vài giọt chỉ thị tinh bột. Việc xác định mẫu trắng (chỉ chứa dung dịch kali permanganat, không có bột sợi thực vật) cũng sử dụng quy trình tương tự. Từ trọng lượng mẫu và lượng hóa chất tiêu thụ, trị số Kappa được xác định bởi các công thức được đưa ra bởi các quy trình tiêu chuẩn TAPPI. Quy trình này thực hiện khá đơn giản và nhanh (mất khoảng 30 phút). Quy trình này đòi hỏi sợi thực vật hoặc bột gỗ phải được nghiền thật mịn để kali permanganat có

thể phản ứng hết lượng lignin trong mẫu. Tuy nhiên quy trình này sẽ không chính xác với những loại sợi thực vật có hàm lượng lignin cao, cấu trúc sợi đan xen chặt chẽ, với 10 phút kali permanganat không phản ứng hết lượng lignin có trong mẫu làm cho trị số Kappa xác định được nhỏ hơn trị số thực chất của mẫu, làm sai biệt kết quả.

Do đó, đối với những mẫu có hàm lượng lignin cao thường áp dụng quy trình TAPPI T222 dùng axit sulfuric 72% 24N để hydro hóa và hòa tan các cacbohydrat trong sợi thực vật, lignin không hòa tan trong axit được lọc và cân. Quy trình này gồm các bước: đầu tiên trích ly nhựa trong mẫu, lấy 2g bột sợi thực vật, cho 25ml hỗn hợp etanol-benzen (tỷ lệ thể tích 1-1) vào, để ổn định trong 30 phút, gạn bỏ hỗn hợp trên, cho thêm 25ml etanol để trong 15 phút, gạn bỏ etanol, rửa lại bằng nước nóng, lọc để loại nước. Bột sau trích ly được sấy khô trong tủ sấy ở 60°C. Cân 1g mẫu đã loại bỏ resin cho vào cốc thủy tinh 250 ml, cho từ từ 15 ml H₂SO₄ 72% vào, khuấy thật kỹ và duy trì nhiệt độ cốc thủy tinh ở 2°C cho đến khi mẫu tan, sau đó nâng nhiệt độ cốc thủy tinh về nhiệt độ phòng trong 2 giờ, duy trì khuấy. Cho khoảng 300-400 ml nước vào cốc thủy tinh 1000 ml và chuyển mẫu từ cốc thủy tinh 250 ml vào, rửa và pha loãng tới thể tích 575 ml (nồng độ H₂SO₄ khoảng 3%). Lắp sinh hàn hồi lưu và đun sôi hỗn hợp trong 4 giờ (kể từ lúc sôi). Để yên cho lắng tủa, hút bỏ phần dung dịch phía trên. Rửa axit lẫn trong lignin với nước nóng. Sấy khô lignin ở 105°C đến trọng lượng không đổi. Làm nguội trong bình hút ẩm và cân. Hàm lượng lignin là tỉ số giữa khối lượng lignin thu được và khối lượng mẫu khô. Quy trình này có nhiều nhược điểm như mất nhiều thời gian, trải qua nhiều công đoạn tách lọc rửa nên sai số lớn. Quy trình này chỉ xác định được hàm lượng lignin không tan trong axit, không phản ánh đúng hàm lượng lignin của mẫu (gồm lignin tan và không tan trong axit).

Gần đây một bộ cảm biến Kappa trực tiếp dựa trên sự hấp thụ có chọn lọc các tia cực tím của lignin đã được phát triển bởi Viện nghiên cứu Giấy Thụy Điển và sẵn có trên thị trường mang tên STFI OPTI-Kappa. Nó là rất tốt kém.

Do đó, cần có một quy trình xác định hàm lượng lignin đơn giản, dễ thao tác với các thông số cụ thể nhằm mục đích là xác định nhanh và chính xác hàm lượng lignin trong sợi thực vật có hàm lượng lignin cao cụ thể là hàm lượng lignin trong sợi xơ dừa.

Giải pháp hữu ích đề xuất giải pháp nhằm đáp ứng nhu cầu nêu trên.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Mục đích của giải pháp hữu ích là đề xuất quy trình xác định hàm lượng lignin trong sợi xơ dừa một cách nhanh và chính xác với thiết bị, dụng cụ đơn giản, dễ thao tác và ít tốn kém thời gian và chi phí.

Giải pháp hữu ích đạt được mục đích trên bằng quy trình xác định hàm lượng lignin bao gồm các giai đoạn sau:

Giai đoạn 1: chuẩn bị mẫu trắng (theo quy trình Hình 2) bằng cách cho khoảng 530 ml nước cất vào cốc 1000 ml. Dùng ống chia vạch hút 10-20 ml axit H_2SO_4 72% cho vào cốc trên. Thêm nước cất vào sao cho nồng độ của axit còn 3%.

Dùng ống chia vạch hút 50 ml KMnO_4 0,1N (sai số cho phép 0,0005N) cho vào dung dịch axit trên. Hỗn hợp bao gồm dung dịch axit H_2SO_4 3% và dung dịch KMnO_4 0,1N, màu của hỗn hợp: màu tím của KMnO_4 . Khuấy hỗn hợp trong 10 phút $\pm$ 15 giây. Dùng ống chia vạch hút 10 ml KI 1N cho vào hỗn hợp trên. Hỗn hợp chuyển sang màu đỏ trong suốt. Bắt đầu quá trình chuẩn với dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N (sai số cho phép 0,0005N).

Trong quá trình chuẩn bằng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N, màu sắc của hỗn hợp thay đổi liên tục và đến khi hỗn hợp có màu vàng nhạt (màu vàng chanh), ta thêm vài giọt chất chỉ thị tinh bột vào. Ngay lập tức hỗn hợp chuyển sang màu xanh đen trong suốt. Tiếp tục quá trình chuẩn cho đến khi hỗn hợp trở nên trong suốt. Ghi nhận giá trị thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N đã chuẩn. Lặp lại thí nghiệm 3 lần, lấy giá trị trung bình. Ta được giá trị V_1 .

Giai đoạn 2: chuẩn bị mẫu có sợi (theo quy trình Hình 1) bằng cách cân khoảng 0,1g bột sợi xơ dừa cho vào bình cầu thủy tinh. Dùng ống chia vạch hút 10-20 ml axit H_2SO_4 72% cho vào bình cầu thủy tinh, dùng cá từ để khuấy mẫu trong 1-2 giờ tại nhiệt độ $\leq 20^\circ\text{C}$.

Sau thời gian trên cho hỗn hợp bột – axit 72% ra cốc 1000 ml, dùng nước nóng để tráng sạch và lấy hết mẫu bột trong bình cầu nhỏ ra. Dùng nước cất pha loãng dung dịch axit trong cốc 1000 ml sao cho nồng độ của axit còn 3%. Dùng ống chia vạch hút 50 ml KMnO_4 0,1N (sai số cho phép 0,0005N) cho vào dung dịch axit trên. Hỗn hợp bao gồm dung dịch axit H_2SO_4 3% và dung dịch KMnO_4 0,1N, màu của hỗn hợp: màu tím của KMnO_4 .

Khuấy hỗn hợp trên với tốc độ 40-50 vòng/phút trong thời gian 10 phút $\pm$ 15 giây. Chỉ trong vài phút sau khi khuấy, hỗn hợp dần dần chuyển sang màu nâu tím. Dùng ống chia vạch hút 10ml KI 1N cho vào hỗn hợp trên. Hỗn hợp chuyển sang màu đỏ trong suốt. Bắt đầu quá trình chuẩn với dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N (sai số cho phép 0,0005N).

Trong quá trình chuẩn bằng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N, màu sắc của hỗn hợp thay đổi liên tục và đến khi hỗn hợp có màu vàng nhạt (màu vàng chanh), ta thêm vài giọt chất chỉ thị tinh bột vào. Ngay lập tức hỗn hợp chuyển sang màu xanh đen trong suốt. Tiếp tục quá trình chuẩn cho đến khi hỗn hợp trở nên trong suốt. Ghi nhận giá trị thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N đã chuẩn. Lặp lại thí nghiệm 3 lần, lấy giá trị trung bình. Ta được giá trị V_2 .

Giai đoạn 3: xác định hàm lượng lignin trong sợi xơ dừa.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là sơ đồ khối minh họa quy trình chuẩn độ xác định thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sử dụng đối với quá trình chuẩn mẫu có sợi xơ dừa.

Hình 2 là sơ đồ khối minh họa quy trình chuẩn độ xác định thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ sử dụng đối với quá trình chuẩn mẫu trắng (không có sợi xơ dừa).

Hình 3a là hình ảnh xơ dừa sau khi kết thúc quá trình chuẩn độ theo tiêu chuẩn Tappi T236.

Hình 3b là hình ảnh xơ dừa sau khi kết thúc quá trình chuẩn độ theo quy trình của giải pháp hữu ích đề xuất.

Hình 4 là đồ thị thể hiện kết quả đo kích thước hạt bằng quy trình tán xạ laser trong môi trường etanol của bột nghiền xơ dừa sau khi qua sàng 40 mesh.

Hình 5 là đồ thị thể hiện kết quả đo kích thước hạt bằng quy trình tán xạ laser trong môi trường etanol của bột nghiền xơ dừa sau khi qua sàng 60 mesh.

Mô tả chi tiết các phương án thực hiện giải pháp hữu ích

Như được thể hiện trên Hình 1 và Hình 2, quy trình xác định hàm lượng lignin trong sợi xơ dừa bao gồm các giai đoạn sau:

Giai đoạn 1: chuẩn bị mẫu trắng (theo quy trình Hình 2) bằng cách cho khoảng 530 ml nước cất vào cốc 1000 ml. Dùng ống chia vạch hút 10-20 ml axit H_2SO_4 72% cho vào cốc trên. Thêm nước cất vào sao cho nồng độ của axit còn 3%. Dùng ống chia vạch hút 50 ml KMnO_4 0,1N (sai số cho phép 0,0005N) cho vào dung dịch axit trên. Hỗn hợp bao gồm dung dịch axit H_2SO_4 3% và dung dịch KMnO_4 0,1N, màu của hỗn hợp: màu tím của KMnO_4 . Khuấy hỗn hợp trong 10 phút $\pm$ 15 giây. Dùng ống chia vạch hút 10 ml KI 1N cho vào hỗn hợp trên. Hỗn hợp chuyển sang màu đỏ trong suốt. Bắt đầu quá trình chuẩn với dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N (sai số cho phép 0,0005N).

Trong quá trình chuẩn bằng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N, màu sắc của hỗn hợp thay đổi liên tục và đến khi hỗn hợp có màu vàng nhạt (màu vàng chanh), ta thêm vài giọt chất chỉ

thị tinh bột vào. Ngay lập tức hỗn hợp chuyển sang màu xanh đen trong suốt. Tiếp tục quá trình chuẩn cho đến khi hỗn hợp trở nên trong suốt. Ghi nhận giá trị thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N đã chuẩn. Lặp lại thí nghiệm 3 lần, lấy giá trị trung bình, thu được giá trị V_1 .

Giai đoạn 2: chuẩn bị mẫu có sợi (theo quy trình Hình 1) bằng cách cân khoảng 0,1g bột sợi xơ dừa cho vào bình cầu thủy tinh. Dùng ống chia vạch hút 10-20 ml axit H_2SO_4 72% cho vào bình cầu thủy tinh, dùng cá tù để khuấy mẫu trong 1-2 giờ tại nhiệt độ $\leq 20^\circ\text{C}$.

Sau thời gian trên cho hỗn hợp bột – axit 72% ra cốc 1000 ml, dùng nước nóng để tráng sạch và lấy hết mẫu bột trong bình cầu nhỏ ra. Dùng nước cất pha loãng dung dịch axit trong cốc 1000 ml sao cho nồng độ của axit còn 3%. Dùng ống chia vạch hút 50 ml KMnO_4 0,1N (sai số cho phép 0,0005N) cho vào dung dịch axit trên. Hỗn hợp bao gồm dung dịch axit H_2SO_4 3% và dung dịch KMnO_4 0,1N, màu của hỗn hợp: màu tím của KMnO_4 .

Khuấy hỗn hợp trên với tốc độ 40-50 vòng/phút trong thời gian 10 phút $\pm$ 15 giây. Chỉ trong vài phút sau khi khuấy, hỗn hợp dần dần chuyển sang màu nâu tím. Dùng ống chia vạch hút 10 ml KI 1N cho vào hỗn hợp trên. Hỗn hợp chuyển sang màu đỏ trong suốt. Bắt đầu quá trình chuẩn với dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N (sai số cho phép 0,0005N).

Trong quá trình chuẩn bằng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N, màu sắc của hỗn hợp thay đổi liên tục và đến khi hỗn hợp có màu vàng nhạt (màu vàng chanh), ta thêm vài giọt chất chỉ thị tinh bột vào. Ngay lập tức hỗn hợp chuyển sang màu xanh đen trong suốt. Tiếp tục quá trình chuẩn cho đến khi hỗn hợp trở nên trong suốt. Ghi nhận giá trị thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N đã chuẩn. Lặp lại thí nghiệm 3 lần, lấy giá trị trung bình. Ta được giá trị V_2 .

Giai đoạn 3: xác định hàm lượng lignin trong sợi xơ dừa bằng cách sử dụng công thức:

- Tính V_a theo công thức (i):

$$V_a = \frac{(V_1 - V_2) \times 0,191}{0,1} \quad (i)$$

- Tính chỉ số Kappa (X) theo công thức (ii):

$$X = \frac{V_a \times d}{m} \quad (ii)$$

- Tính %lignin theo công thức (iii):

$$\%lignin = \frac{X}{6,67} \quad (iii)$$

trong đó: V_a : thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dùng để chuẩn (ml); d: phụ thuộc vào V_a , thừa số hiệu chỉnh 50% (khối lượng/khối lượng) KMnO_4 tiêu thụ (Bảng 1); m: khối lượng sợi dùng để chuẩn (g) (độ chính xác: 0,001g).

Bảng 1: Giá trị d theo V_a

V _a ml	d									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
10	0,983	0,942	0,946	0,950	0,954	0,958	0,962	0,966	0,970	0,975
20	0,979	0,983	0,987	0,991	0,996	1,000	1,004	1,009	1,013	1,017
30	1,022									

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Ví dụ 1: Xơ dừa được nghiền nhỏ bằng máy nghiền chuyên dụng trong 10 phút. Bột sau khi nghiền được sàng qua rây 40 mesh thu được mẫu 1, sàng qua rây 60 mesh thu được mẫu 2. Xác định kích thước hạt của mẫu 1 và mẫu 2 bằng máy tán xạ laser LA-920 trong môi trường etanol. Kết quả thể hiện ở Hình 5 (mẫu 1) và Hình 5 (mẫu 2). Cân 0,1g (độ chính xác 0,1mg) mẫu 1 chuẩn độ theo tiêu chuẩn Tappi T236 tính được hàm lượng lignin của mẫu 1 là 28,4%. Cân 0,1g (độ chính xác 0,1mg) mẫu 2 chuẩn độ theo tiêu chuẩn Tappi T236 tính được hàm lượng lignin của mẫu 2 là 35,2%.

Nhận xét: Khi sợi xơ dừa được nghiền càng mịn thì hàm lượng lignin xác định được của mẫu càng tăng. Tuy nhiên so với giá trị hàm lượng lignin của xơ dừa trong các tài liệu đã công bố (khoảng 45-47%) thì giá trị xác định được có sự chênh lệch khá lớn. Điều đó cho thấy đối với sợi có hàm lượng lignin cao như sợi xơ dừa, việc xác định hàm lượng lignin theo tiêu chuẩn Tappi T236 cho kết quả không chính xác. Ngoài ra việc nghiền sợi xơ dừa đạt kích thước nhỏ đòi hỏi thiết bị và thời gian cũng như tiêu tốn năng lượng.

Ví dụ 2: Lấy 2 g bột sợi xơ dừa, cho 25 ml hỗn hợp etanol-benzen (tỷ lệ thể tích 1-1) vào, để ổn định trong 30 phút, gạn bỏ hỗn hợp dung môi trên, cho thêm 25ml etanol để trong 15 phút, gạn bỏ etanol, rửa lại bằng nước nóng, lọc để loại nước. Bột sau trích ly được sấy khô trong tủ sấy ở 60°C. Cân 1g mẫu đã loại bỏ nhựa cho vào cốc thủy tinh 250 ml, cho từ từ 15 ml H₂SO₄ 72% vào, khuấy thật kỹ và duy trì nhiệt độ cốc thủy tinh ở 2°C cho đến khi mẫu tan, sau đó nâng nhiệt độ cốc thủy tinh về nhiệt độ phòng trong 2 giờ, duy trì khuấy. Cho khoảng 300-400 ml nước vào cốc thủy tinh 1000 ml và chuyển mẫu từ cốc thủy tinh 250 ml vào, rửa và pha loãng tới thể tích 575 ml (nồng độ H₂SO₄ khoảng 3%). Lấp sinh hàn hồi lưu và đun sôi hỗn hợp trong 4h (kể từ lúc sôi). Để yên cho lắng tủa, hút bỏ phần dung dịch phía trên. Rửa axit lẫn trong lignin với nước nóng. Sấy khô lignin ở 105°C đến

trọng lượng không đổi. Làm nguội trong bình hút ẩm và cân. Hàm lượng lignin tính theo quy trình này là 45%, giá trị này gần với giá trị hàm lượng lignin của xơ dừa trong các tài liệu đã công bố (khoảng 45-47%). Quy trình này có nhiều nhược điểm như mất nhiều thời gian, trải qua nhiều công đoạn tách lọc rửa nên dễ dẫn tới sai số. Quy trình này chỉ xác định được hàm lượng lignin không tan trong axit, không phản ánh đúng hàm lượng lignin của mẫu (gồm lignin tan và không tan trong axit).

Ví dụ 3: Cân khoảng 0,1g bột sợi xơ dừa cho vào bình cầu thủy tinh. Dùng ống chia vạch hút 15 ml axit H_2SO_4 72% cho vào bình cầu thủy tinh, dùng cá từ để khuấy mẫu trong 1 giờ tại nhiệt độ $\leq 20^\circ\text{C}$. Sau thời gian trên cho hỗn hợp bột – axit 72% ra cốc 1000 ml, dùng nước nóng để tráng sạch và lấy hết mẫu bột trong bình cầu nhỏ ra. Dùng nước cất pha loãng dung dịch axit trong cốc 1000 ml sao cho nồng độ của axit còn 3%. Dùng ống chia vạch hút 50 ml KMnO_4 0,1N cho vào dung dịch axit trên. Hỗn hợp bao gồm dung dịch axit H_2SO_4 3% và dung dịch KMnO_4 0,1N, màu của hỗn hợp: màu tím đậm của KMnO_4 . Khuấy hỗn hợp trên với tốc độ 40-50 vòng/phút trong thời gian 10 phút $\pm$ 15 giây. Chỉ trong vài phút sau khi khuấy, hỗn hợp dần dần chuyển sang màu nâu tím. Dùng ống chia vạch hút 10ml KI 1N cho vào hỗn hợp trên. Hỗn hợp chuyển sang màu đỏ trong suốt. Bắt đầu quá trình chuẩn với dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N. Trong quá trình chuẩn bằng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N, màu sắc của hỗn hợp thay đổi liên tục và đến khi hỗn hợp có màu vàng nhạt (màu vàng chanh), ta thêm vài giọt chất chỉ thị tinh bột vào. Ngay lập tức hỗn hợp chuyển sang màu xanh đen trong suốt. Tiếp tục quá trình chuẩn cho đến khi hỗn hợp trở nên trong suốt. Kết quả tính toán hàm lượng lignin của mẫu này là 46,6% , giá trị này gần với giá trị hàm lượng lignin của xơ dừa trong các tài liệu đã công bố (khoảng 45-47%).

Những hiệu quả có thể đạt được

Ưu điểm vượt trội của quy trình xác định hàm lượng lignin sợi xơ dừa theo giải pháp hữu ích là có thể thực hiện được một cách dễ dàng mà không tiêu phí năng lượng vô ích cho quá trình nghiền sợi thành bột mịn theo yêu cầu như trong tiêu chuẩn Tappi T236.

Sợi xơ dừa được xem như một loại vật liệu hỗn hợp giữa hai thành phần chính là lignin và xenluloza đan xen vào nhau. Sử dụng axit H_2SO_4 72% hòa tan xenluloza làm lignin được phân tán vào dung dịch ở kích thước nhỏ hơn, thuận lợi cho phản ứng oxy hóa lignin của KMnO_4 trong giai đoạn chuẩn độ. Nên kết quả thu được phản ánh chính xác hàm lượng lignin trong sợi ban đầu.

Một ưu điểm vượt trội của quy trình là xác định hàm lượng lignin trong sợi xơ dừa một cách nhanh và chính xác với thiết bị, dụng cụ đơn giản, dễ thao tác và ít tốn kèm thời gian và chi phí.

YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Quy trình xác định hàm lượng lignin trong sợi xơ dừa bao gồm các giai đoạn sau:

giai đoạn 1: chuẩn bị mẫu trắng bằng cách cho khoảng 530 ml nước cất vào cốc 1000 ml, dùng ống chia vạch hút 10-20 ml axit H_2SO_4 72% cho vào cốc trên, thêm nước cất vào sao cho nồng độ của axit còn 3%, dùng ống chia vạch hút 50 ml KMnO_4 0,1N cho vào dung dịch axit trên, hỗn hợp bao gồm dung dịch H_2SO_4 3% và dung dịch KMnO_4 0,1N, màu của hỗn hợp: màu tím của KMnO_4 , khuấy hỗn hợp này trong 10 phút $\pm$ 15 giây, dùng ống chia vạch hút 10 ml KI 1N cho vào hỗn hợp trên, hỗn hợp chuyển sang màu đỏ trong suốt, bắt đầu quá trình chuẩn với dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N; trong quá trình chuẩn bằng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N, màu sắc của hỗn hợp thay đổi liên tục và đến khi hỗn hợp có màu vàng nhạt (màu vàng chanh), thêm vài giọt chất chỉ thị tinh bột vào; ngay lập tức hỗn hợp chuyển sang màu xanh đen trong suốt; tiếp tục quá trình chuẩn cho đến khi hỗn hợp trở nên trong suốt, ghi nhận giá trị thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N đã chuẩn, lặp lại thí nghiệm 3 lần, lấy giá trị trung bình, được giá trị V_1 ;

giai đoạn 2: chuẩn bị mẫu có sợi bằng cách cân 0,1 g bột sợi xơ dừa cho vào bình cầu thủy tinh, dùng ống chia vạch hút 10-20 ml axit H_2SO_4 72% cho vào bình cầu thủy tinh, dùng cá từ để khuấy mẫu trong 1-2 giờ tại nhiệt độ $\leq 20^\circ\text{C}$, sau thời gian trên cho hỗn hợp bột – axit 72% ra cốc 1000 ml, dùng nước nóng để tráng sạch và lấy hết mẫu bột trong bình cầu nhỏ ra, dùng nước cất pha loãng dung dịch axit trong cốc 1000 ml sao cho nồng độ của axit còn 3%, dùng ống chia vạch hút 50 ml KMnO_4 0,1N cho vào dung dịch axit trên; hỗn hợp bao gồm dung dịch axit H_2SO_4 3% và dung dịch KMnO_4 0,1N, màu của hỗn hợp: màu tím đậm của KMnO_4 , khuấy hỗn hợp trên với tốc độ 40-50 vòng/phút trong thời gian 10 phút $\pm$ 15 giây, chỉ trong vài phút sau khi khuấy, hỗn hợp dần dần chuyển sang màu nâu tím, dùng ống chia vạch hút 10 ml KI 1N cho vào hỗn hợp trên, hỗn hợp chuyển sang màu đỏ trong suốt, bắt đầu quá trình chuẩn với dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N; trong quá trình chuẩn bằng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N, màu sắc của hỗn hợp thay đổi liên tục và đến khi hỗn hợp có màu vàng nhạt (màu vàng chanh), thêm vài giọt chất chỉ thị tinh bột vào, ngay lập tức hỗn hợp chuyển sang màu xanh đen trong suốt; tiếp tục quá trình chuẩn cho đến khi hỗn hợp trở nên trong suốt; ghi nhận giá trị thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N đã chuẩn; lặp lại thí nghiệm 3 lần, lấy giá trị trung bình, được giá trị V_2 ;

giai đoạn 3: xác định hàm lượng lignin trong sợi xơ dừa bằng cách sử dụng công thức:

- tính V_a theo công thức (i):

$$V_a = \frac{(V_1 - V_2) \times 0,191}{0,1} \quad (i)$$

- tính chỉ số Kappa (X) theo công thức (ii):

$$X = \frac{V_a \times d}{m} \quad (ii)$$

- tính % lignin theo công thức (iii):

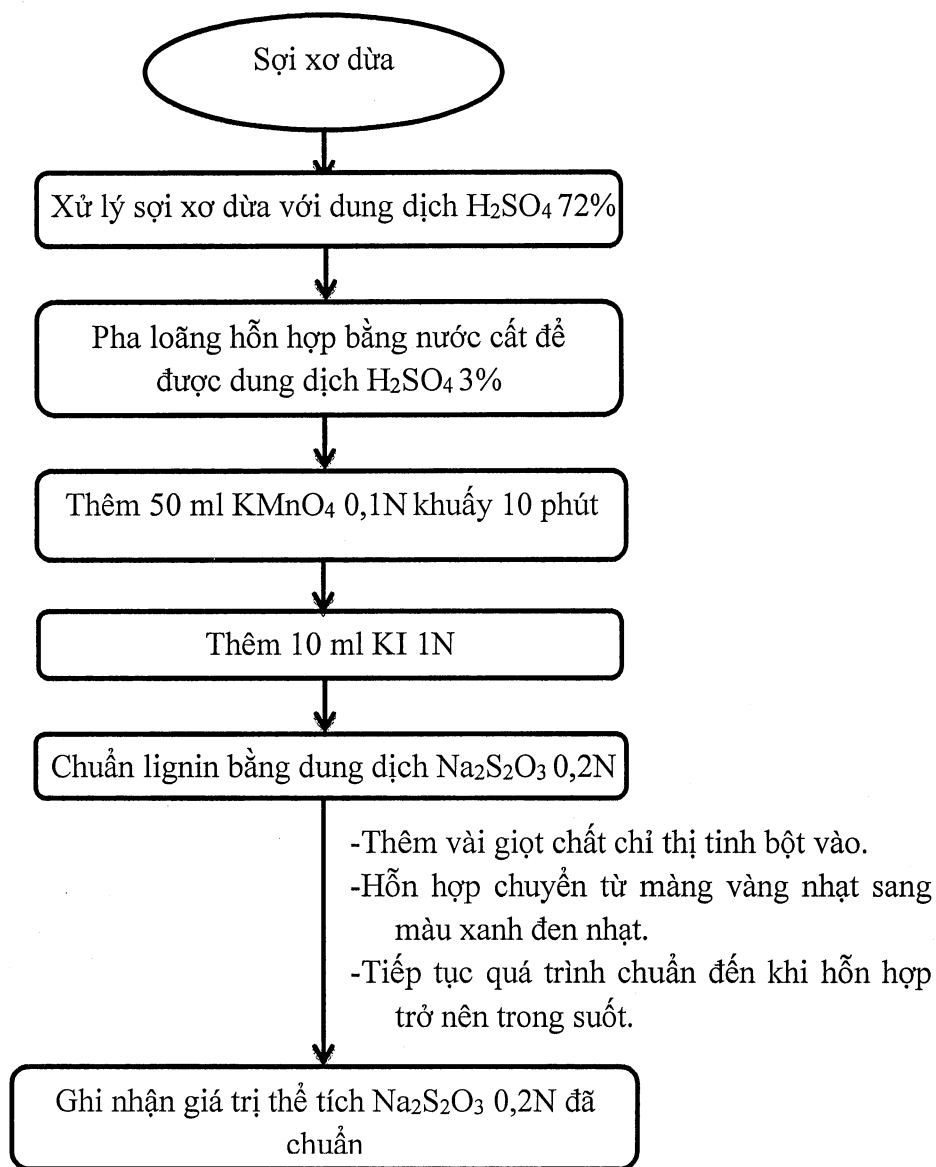
$$\%lignin = \frac{X}{6,67} \quad (iii)$$

trong đó: V_a : thể tích $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,2N dùng để chuẩn (ml); d: phụ thuộc vào V_a , thừa số hiệu chỉnh 50% (khối lượng/khối lượng) KMnO_4 0,1N tiêu thụ (Bảng 1);

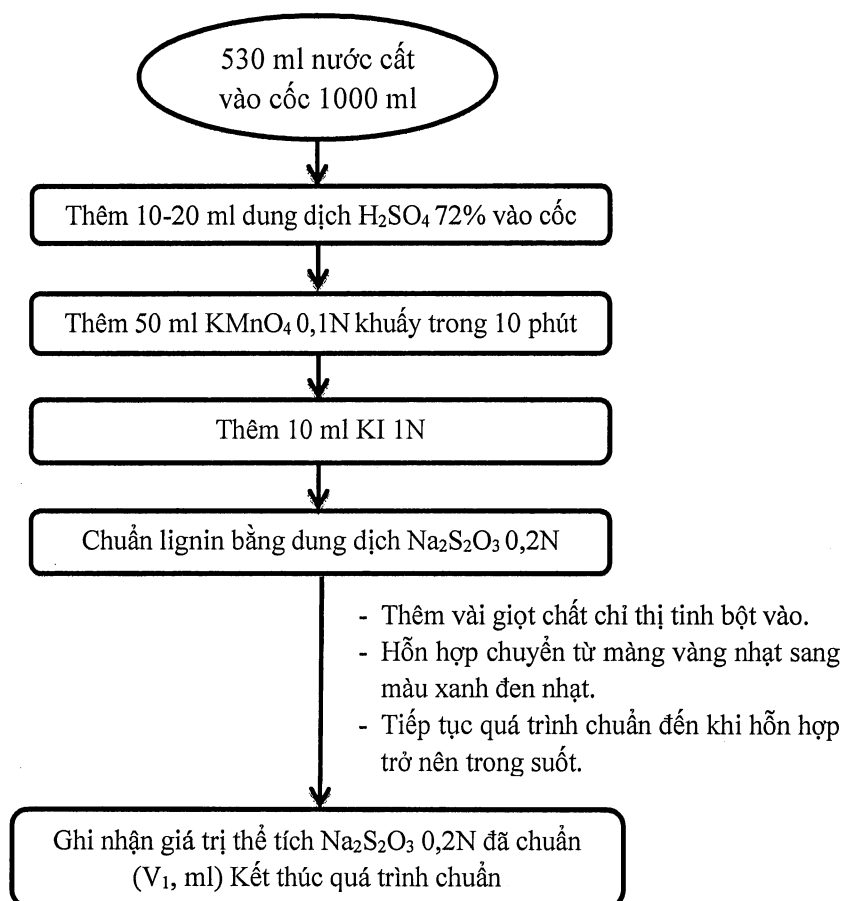
Bảng 1: giá trị d theo V_a

V_a ml	D									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
10	0,983	0,942	0,946	0,950	0,954	0,958	0,962	0,966	0,970	0,975
20	0,979	0,983	0,987	0,991	0,996	1,000	1,004	1,009	1,013	1,017
30	1,022									

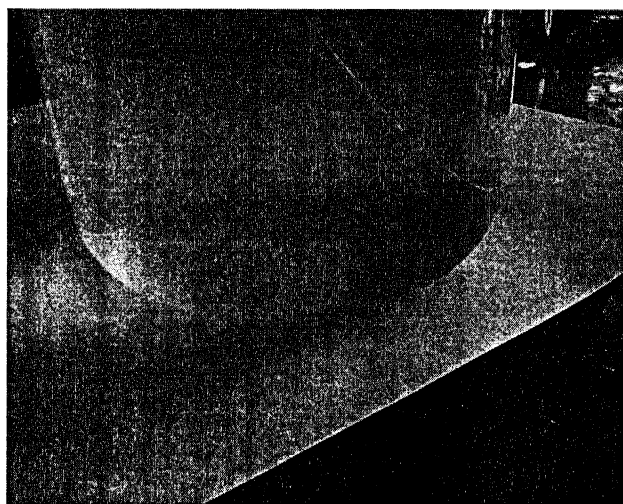
m: khối lượng sợi dùng để chuẩn (g) (độ chính xác: 0,001g).



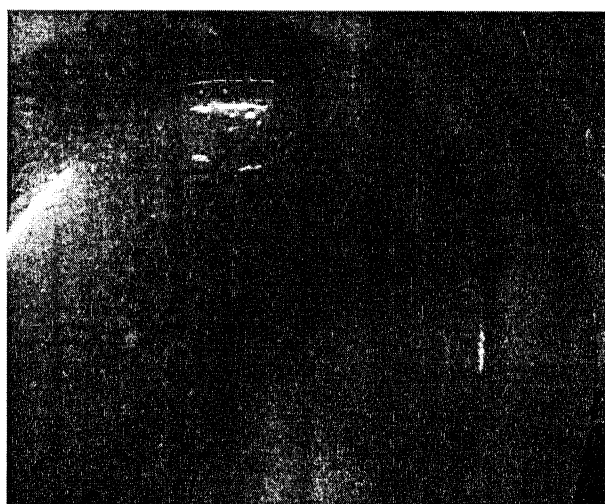
Hình 1



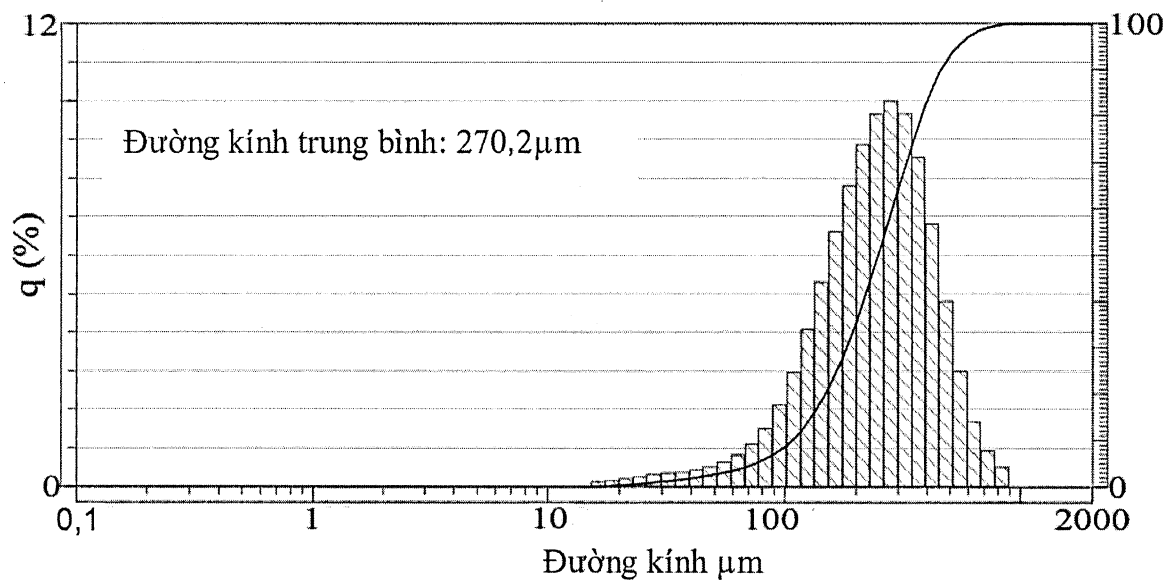
Hình 2



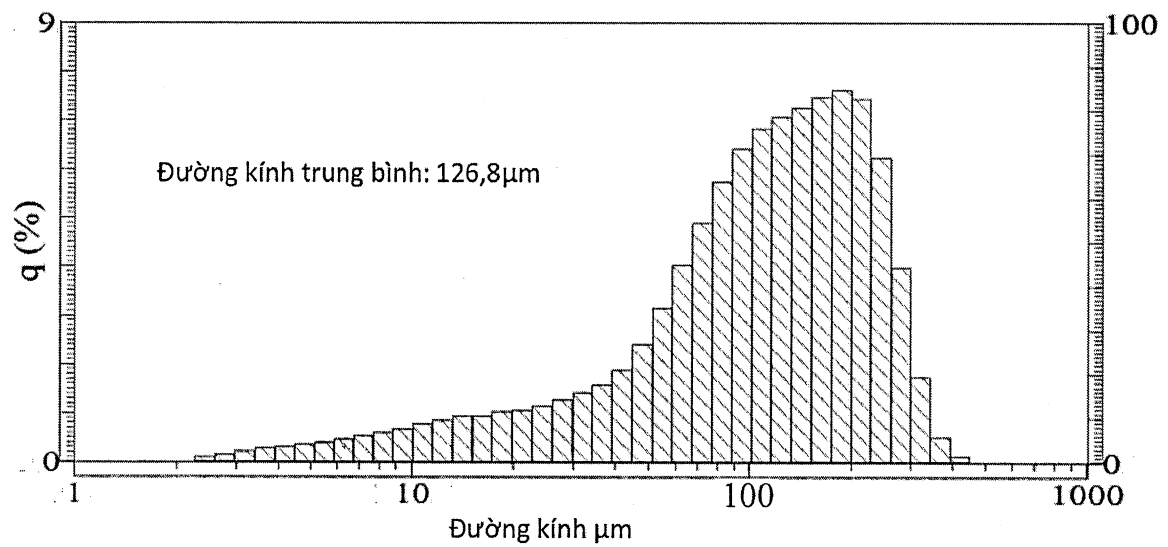
Hình 3a



Hình 3b



Hình 4



Hình 5