

Holocellulose and Lignin 함량 측정

Holocellulose

목재 중의 cellulose 와 hemicellulose 를 합하여 holocellulose 라 부른다. 이 holocellulose 의 정량법에는 염소-모노에탄올아민법, 아염소산염법, 과초산법 등이 있다. 이들 방법 모두 가능한 한 선택적으로 리그닌을 산화 분해시켜 물가용화 함으로써, 다당류 성분을 잔사로써 단리 정제하는 것이다. 실험에서 사용하게 될 방법은 아염소산염법이다. 아염소산염법에서는 당질 부분의 손실량이 많은데, 특히 탈리그닌율이 60%를 넘으면 당질부분의 용출량이 상당히 증가되는 것으로 인정되고 있다. 하지만 조작이 간단하여 대량의 시료에 적용할 수 있는 이점을 가지고 있고, 이러한 당질 부분의 손실량을 보정하기 위해 처리 횟수를 줄여 잔존하는 리그닌을 보정할 수 있다.

1. 실험재료

- ① 목분 시료 : 1 주차에 탈지한 **백합나무**(1 조), **유채대**(2 조), **삼나무**(3 조)
- ② 실험 기기 : Water bath, Oven(105°C), Desiccator, Aspirator

2. 실험방법

- ① Glass filter (1G3) 방냉 후 무게 측정.
- ② 1.25g 의 탈지 sample 을 250mL 플라스크에 넣는다.
- ③ H₂O 75mL, NaClO₂ 0.5g, CH₃COOH 0.1mL 첨가하고 water bath(80 °C)에서 1 시간 진탕.
- ④ ③의 과정 반복 : 침엽수 4 회, 활엽수 3 회 (유채대 3 회)
- ⑤ 반응 후 aspirator 에서 1G3 로 filtering : H₂O 약 250mL + Acetone 약 25mL 로 순차 세정.
- ⑥ Filtering 이 끝난 glass filter 는 전건(105°C, 24h) 후, desiccator 에서 방냉시키고 무게를 측정한다.
- ⑦ Holocellulose 성분 함량을 아래와 같이 계산한다.

$$\text{Holocellulose 함량 (\%)} = \frac{(\text{전건 Holocellulose(g)} + \text{전건 Glass filter(g)}) - \text{전건 Glass filter(g)}}{\text{전건 sample(g)}} \times 100$$

- ※ 함량 식의 분모의 경우, **전건 sample** 의 무게가 필요하지만 실제 실험하며 측정하는 것은 시료의 **기건 탈지 sample** 무게이다. 따라서 기건 탈지 sample 의 무게를 전건 sample 의 무게로 바꿔주려면
- ① **함수율**, ② **추출물 함량**을 계산해 주어야 한다. 함수율 구하는 방법은 아래와 같다.

$$\text{함수율 (\%)} = \frac{\text{sample 기건 중량(g)} - \text{sample 전건 중량(g)}}{\text{sample 기건 중량(g)}} \times 100$$

Lignin

리그닌의 정량에는 목재 중의 다른 성분을 용해시키고 잔사로써 얻어지는 리그닌을 칭량하는 방법, methoxyl 기의 정량이나 각종 시약과 리그닌과의 반응량의 측정에 의해 간접적으로 리그닌량을 산출하는 방법, 용해 리그닌의 분광학적 측정에 의하여 리그닌량을 산출하는 방법 등이 있다. 본 실험에서는 제 1 의 방법 중 조작이 간편하고 신뢰성이 높아 가장 표준적인 정량법으로 채용되고 있는 황산법으로 리그닌 정량을 실험한다.

황산법에는 일반적으로 먼저 약 72% 황산으로 처리하여 다당성분의 팽윤, 용해와 일부의 가수분해를 행하고 이어서 비등한 희석용액 중에서 황산에스테르 그룹이나 셀로덱스트린을 가수분해 시킨다. 잔사로써 얻어지는 리그닌을 황산 리그닌 또는 클라손 리그닌 (Klason lignin)이라 부르며, 이 황산법을 클라손법이라고도 부른다.

※ 72% 황산 제조법

- 증류수 30mL 에 황산 66.5mL 를 반응시킨 뒤 증류수를 첨가하여 총 100ml 를 만든다.

1. 실험재료

- ① 목분 시료 : 1 주차에 탈지한 **백합나무**(1 조), **유채대**(2 조), **삼나무**(3 조)
- ② 실험 기기 : Water bath, Oven(105°C), Desiccator, Auto-clave, Aspirator

2. 실험방법

- ① Glass filter (1G4) 방냉 후 무게 측정.
- ② 0.3g 의 탈지 sample 을 100ml 삼각플라스크에 넣는다.
- ③ 플라스크에 72% H₂SO₄ 3mL 첨가하고 유리막대로 충분히 교반한 후, water bath(30°C)에서 1 시간 반응.
- ④ 시료에 H₂O 84mL 를 가해 4%의 H₂SO₄로 희석한다.
- ⑤ 삼각플라스크를 auto-clave (121°C, 1 시간)에서 반응시킨다.
- ⑥ 충분히 냉각 후 aspirator 에서 1G4 로 filtering. : H₂O 약 250mL 로 세정.
- ⑥ Filtering 이 끝난 glass filter 는 전건(105°C, 24h) 후, desiccator 에서 방냉시키고 무게를 측정한다.
- ⑦ Lignin 성분 함량을 아래와 같이 계산한다.

$$\text{Lignin 함량 (\%)} = \frac{(\text{전건 Lignin(g)} + \text{전건 Glass filter(g)}) - \text{전건 Glass filter(g)}}{\text{전건 sample(g)}} \times 100$$

- ※ 함량 식의 분모의 경우, **전건 sample** 의 무게가 필요하지만 실제 실험하며 측정하는 것은 시료의 **기건 탈지 sample** 무게이다. 따라서 기건 탈지 sample 의 무게를 전건 sample 의 무게로 바꿔주려면
- ① **함수율**, ② **추출물 함량**을 계산해 주어야 한다. (함수율 구하는 방법은 holocellulose 참고)

※ Report는 MS워드 (글자크기10, 줄간격1) 또는 한글 (글자크기10, 줄간격120)을 이용하여 작성하십시오.

※ 실험 report의 작성 순서는 (영문 또는 한글로) 1. Introduction (서론), 2. Materials and methods (재료 및 방법), 3. Results and discussion (결과 및 고찰), 4. Conclusions (결론), 5. References (참고문헌)의 순서대로 하십시오.

※ 1주차 data는 2주차 실험결과와 합쳐서 실험 report를 작성하고, 조별간의 data를 공유하여 시료별 성분들을 비교하는 실험 report로 작성하십시오.

※ 실험 report는 copy시에 점수에 크게 (-)반영되며, '정확한 계산' 및 '과학적인(합리적인) 근거의 분석'에는 높은 점수가 부여됩니다. 다양한 references의 활용에도 높은 점수가 부여됩니다.

※ 실험 report에서 다루는 data 중, 평균을 계산하여 사용하는 경우 반드시 표준편차도 나타내십시오.

※ 기타문의사항 연락처 : ① 6203 호 장수경, ② liesecn@gmail.com ③ 010-4916-1290