

Prüfung von Zellstoff
Bestimmung des Pentosangehaltes
 Furfurol-Verfahren

DIN
54 361

Testing of pulp; determination of pentosan content; furfural method
 Essai des pâtes; détermination de la teneur en pentosanes par la méthode au furfural

Zusammenhang mit dem von der International Organization for Standardization (ISO) herausgegebenen ISO-Entwurf ISO/DIS 3259 siehe Erläuterungen.

Die Angabe % bedeutet in dieser Norm Masse(Gewichts)-Prozent.

1 Zweck und Anwendungsbereich

Diese Norm beschreibt eine Methode zur Bestimmung des Pentosangehaltes von Zellstoff und ist anwendbar auf alle Arten von Zellstoff, die mehr als 0,5 % Pentosane enthalten.

2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Zellstoffprobe wird mit Bromwasserstoffsäure erhitzt, das entstehende Furfurol abdestilliert und spektralphotometrisch (Verfahren I) oder maßanalytisch durch bromatometrische Titration (Verfahren II) bestimmt.

3 Geräte

Übliches Laborgerät und zusätzlich:

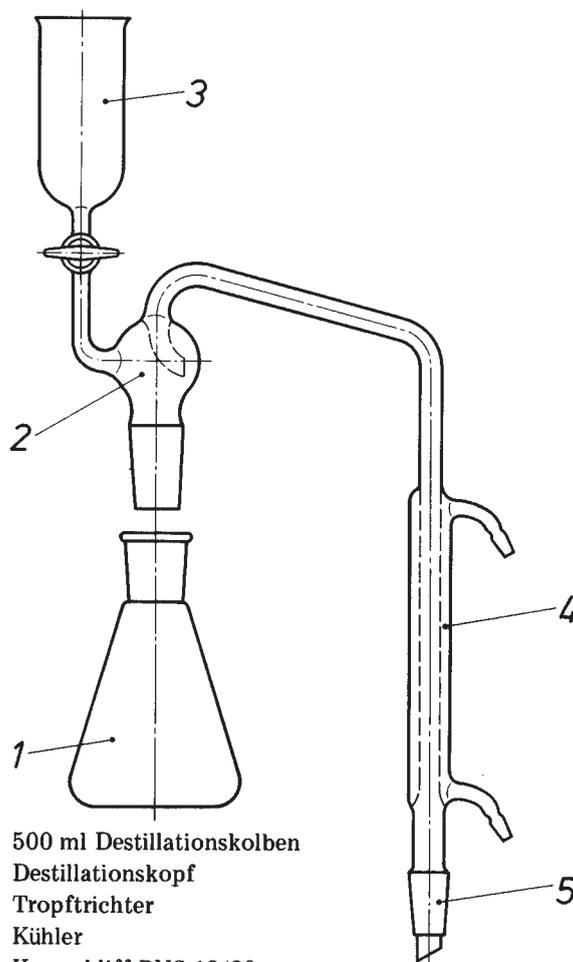
3.1 Apparatur zur Probenvorbereitung und Destillation

Destillationsapparatur (siehe Bild 1), bestehend aus einem 500 ml Destillationskolben (konische oder runde Form) (1) mit Kegelschliffhülse mit Hülsenschliff ANS 29/32 DIN 12 242 zum Anschluß des Destillationskopfes (2). Mit dem Destillationskopf ist ein Tropftrichter (3) und ein Liebig-Kühler (4) fest verbunden. Alternativ kann anstelle des Liebig-Kühlers auch ein Kugel- oder Schlangenkühler verwendet werden. Der Kühler endet mit einem Kernschliff BNS 19/26 DIN 12 242 (5) zur Befestigung der Vorlage.

Vorlage nach Bild 2, mit Graduierung bei 90, 180, 240 und 250 ml. Die Vorlage hat zwei Kugelschliffhülsen, eine mit Hülsenschliff ANS 19/26 DIN 12 242 (1) zum Anschluß an den Kühler und eine mit Hülsenschliff ANS 14/23 DIN 12 242 (2) für die Kapillare (3)

3.2 Geräte für Verfahren I

Spektralphotometer, geeignet für Messungen bei einer Wellenlänge von 277,5 nm, mit abgeglichenem Küvettenersatz von 1,0 cm Schichtdicke der Küvetten aus Quarzglas.

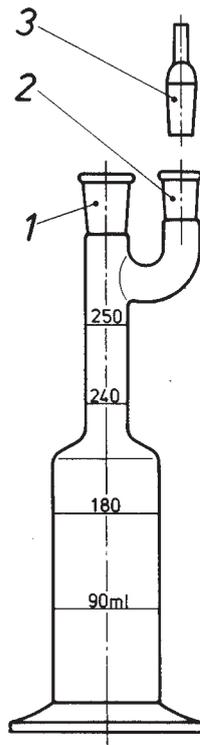


- 1 500 ml Destillationskolben
- 2 Destillationskopf
- 3 Tropftrichter
- 4 Kühler
- 5 Kernschliff BNS 19/26
DIN 12 242

Bild 1. Destillationsapparatur

Fortsetzung Seite 2 bis 4
 Erläuterungen Seite 4

Fachnormenausschuß Materialprüfung (FNM) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.
 Fachnormenausschuß Papier und Pappe (FNPa) im DIN



- 1 Kegelschliffhülse mit Hülsenschliff ANS 19/26
DIN 12 242
- 2 Kegelschliffhülse mit Hülsenschliff ANS 14/23
DIN 12 242
- 3 Kapillare mit Kernschliff BNS 14/23 DIN 12 242

Bild 2. Vorlage

3.3 Geräte für Verfahren II

Titrationssystem (siehe Bild 3), bestehend aus folgenden Einzelteilen

- a) Reaktionsgefäß, z. B. dickwandiger Erlenmeyerkolben (1), Nenninhalt 1000 ml, nach DIN 12 385 mit Normschliff oder alternativ dickwandige Steilbrust-Weithalsflasche, Nenninhalt 1000 ml, mit Normschliff
- b) Zylindrischer Tropftrichter (2), Nenninhalt 50 oder 100 ml, mit Normschliff und Verbindungsstück mit zum Tropftrichter passendem Normschliffkern (3)
- c) Magnetrührer (4), der eine wirksame Rührung gestattet, wenn Magnet und Aufstellungstisch etwa 40 mm voneinander entfernt sind.

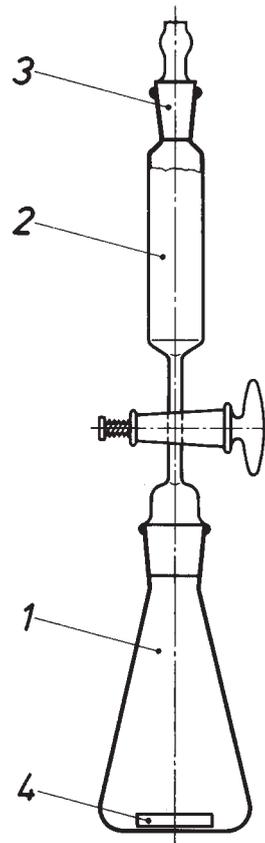
Anmerkung: Eine verbesserte Rührwirkung erreicht man mit kunststoffbeschichteten Rührmagneten, die eine verringerte Auflagefläche haben.

4 Reagenzien

Als Reagenzien sind ausschließlich solche des Reinheitsgrades „zur Analyse“ und als Wasser ist destilliertes oder durch Ionenaustauscher vollentsalztes Wasser (Deionat) zu verwenden.

4.1 Reagenzien für die Destillation

3 N Bromwasserstoffsäurelösung HBr. Falls die handelsübliche konzentrierte Bromwasserstoffsäure freies Brom enthält, so wird die Säure bei gleichzeitigem Durchleiten von Stickstoff unter Rückfluß gekocht. Die Konzentra-



- 1 Reaktionsgefäß
- 2 Tropftrichter
- 3 Verbindungsstück
- 4 Magnetrührer

Bild 3. Titrationssystem

tion der verdünnten Bromwasserstoffsäurelösung wird mit 1 N NaOH-Standardlösung geprüft.

Anmerkung: Zur Prüfung auf freies Brom gibt man einige Tropfen der Bromwasserstoffsäure zu einer Natriumjodidlösung; eine blaue Färbung nach Zugabe von Stärkelösung zeigt die Anwesenheit von Brom an.

4.2 Reagenzien für Verfahren I

Furfural $C_5H_4O_2$. Trockenes Furfural wird durch Destillation bei einem Druck $\leq 0,06$ bar gereinigt; dabei werden die ersten 20 % des Destillats verworfen.

4.3 Reagenzien für Verfahren II

Saure Natriumchlorid-Kaliumbromid-Lösung: In einem 1-l-Meßkolben gibt man nacheinander 87 ml konzentrierte Salzsäure (Dichte $1,19 \text{ g/cm}^3$), 195 g Natriumchlorid NaCl und 80 g Kaliumbromid KBr. Danach wird in Wasser gelöst und bis zur Marke aufgefüllt.

Kaliumbromatlösung 0,025 N: 0,696 g Kaliumbromat $KBrO_3$ werden in einen 1-l-Meßkolben eingewogen, in Wasser gelöst und bis zur Marke aufgefüllt.

Kaliumjodidlösung 1 N: 166 g Kaliumjodid KJ werden in einen 1-l-Meßkolben eingewogen, in Wasser gelöst und bis zur Marke aufgefüllt.

Natriumacetatlösung 4 N:

328 g Natriumacetat CH_3COONa oder 544 g Natriumacetat-Trihydrat $CH_3COONa \cdot 3 H_2O$ werden in einen 1-l-Meßkolben eingewogen, in Wasser gelöst und bis zur Marke aufgefüllt.