

造纸原料多戊糖含量的测定

代替 GB 2677.9—81

Fibrous raw material—Determination of pentosan

1 主题内容与适用范围

本标准规定了造纸原料多戊糖含量的测定方法。
本标准适用于各种木材和非木材植物纤维造纸原料。

2 引用标准

GB/T 2677.1 造纸原料分析用试样的采取
GB/T 2677.2 造纸原料水分的测定

3 原理

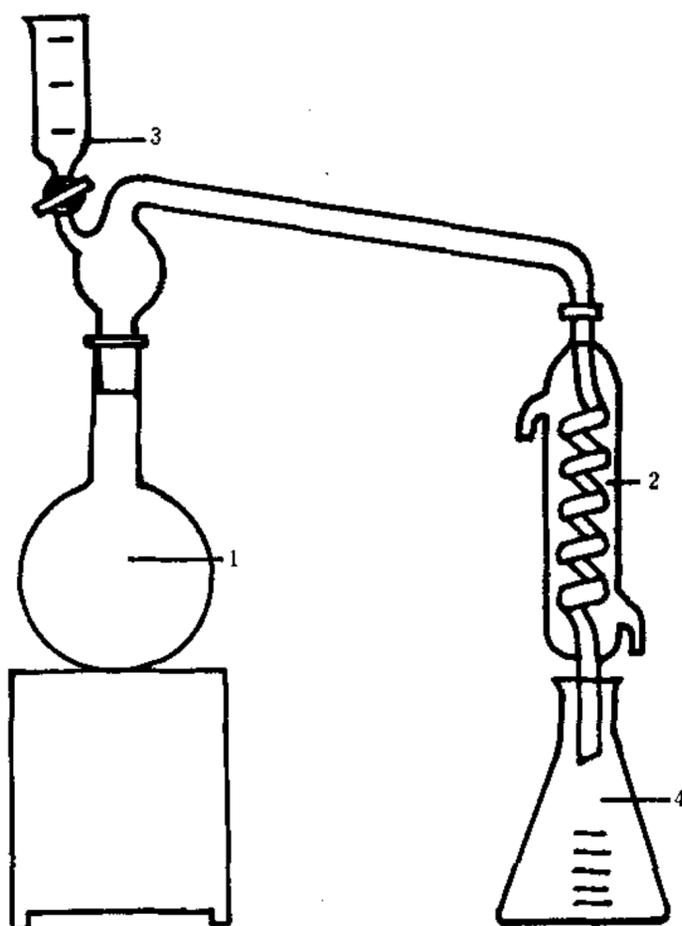
本测定方法是将试样与 12% (m/m) 盐酸共热,使试样中的多戊糖转化为糠醛。用容量法或比色法定量地测定蒸馏出来的糠醛含量,然后换算成多戊糖含量。

4 试剂

- 4.1 12% (m/m) 盐酸溶液:量取 307 mL 盐酸($\rho_{20}=1.19$ g/mL),加水稀释至 1 000 mL,加酸或加水调整,使其 $\rho_{20}=1.0570$ g/mL。
- 4.2 1,3-二羟基甲苯[$\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_3(\text{OH})_2$]溶液:称取 0.400 g 1,3-二羟基甲苯和 0.500 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),溶于 11 mol/L 盐酸溶液 1 000 mL 中,[此溶液由 915 mL 盐酸($\rho_{20}=1.19$ g/mL)加水稀释至 1 000 mL 配制成]。注意配制好的溶液应贮存于冰箱中,超过两星期需另行配制。
- 4.3 溴酸钠-溴化钠溶液:称取 2.5 g 溴酸钠和 12.0 g 溴化钠(或称取 2.8 g 溴酸钾和 15.0 g 溴化钾),溶于 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度。
- 4.4 硫代硫酸钠标准溶液[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1000$ mol/L]:称取 25.0 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)和 0.1 g Na_2CO_3 ,溶于新煮沸而已冷却的 1 000 mL 蒸馏水中,充分摇匀后静置一周,过滤,标定其浓度。
- 4.5 乙酸苯胺溶液:量取 1 mL 新蒸馏的苯胺于小烧杯中,加入 9 mL 冰乙酸搅拌均匀。
- 4.6 1 mol/L 氢氧化钠溶液。
- 4.7 0.1% 酚酞指示剂:溶解 0.1 g 酚酞于 100 mL 50% 乙醇中。
- 4.8 10% 碘化钾溶液。
- 4.9 0.5% 淀粉溶液。
- 4.10 95% 乙醇。
- 4.11 氯化钠。
- 4.12 木糖($\text{C}_5\text{H}_{10}\text{O}_5$)。

5 仪器

5.1 糠醛蒸馏装置(如图),其组成如下:



糠醛蒸馏装置图

1—圆底烧瓶；2—冷凝器；3—分液漏斗；4—接收瓶

- 5.1.1 500 mL 圆底烧瓶。
- 5.1.2 蛇形冷凝器。
- 5.1.3 容量为 60 mL 的分液漏斗。
- 5.1.4 500 mL 具有 30 mL 间隔刻度的接收瓶。
- 5.2 可控温电炉。
- 5.3 可控温多孔水浴。
- 5.4 分光光度计。
- 5.5 容量瓶：50 mL 及 500 mL。
- 5.6 具塞锥形瓶：500 mL 及 1 000 mL。

6 取样及处理

按 GB/T 2677.1 的规定取样及处理。

7 试验步骤及结果计算

7.1 容量法

7.1.1 糠醛的蒸馏

称取试样(试样中多戊糖含量高于 12% 者称取 0.5 g, 低于 12% 者称取 1 g), 精确至 0.1 mg, (同时另称取试样按 GB/T 2677.2 测定水分), 置入 500 mL 圆底烧瓶(5.1.1)中。加入 10 g 氯化钠(4.11), 装上冷凝器(5.1.2)和分液漏斗(5.1.3), 倒一定量的 12% 盐酸于分液漏斗中, 调节电炉温度, 使圆底烧瓶内容物沸腾, 并控制蒸馏速度为每 10 min 蒸馏出 30 mL 馏出液。此后每当蒸馏出 30 mL, 即从分液漏斗中加入 12% 的盐酸 30 mL 于烧瓶中, 至总共蒸出 300 mL 馏出液时, 用乙酸苯胺溶液(4.5)检验糠醛是否蒸馏完全。为此用一试管从冷凝器的下端集取 1 mL 馏出液, 加入 1~2 滴酚酞指示剂(4.7), 滴入