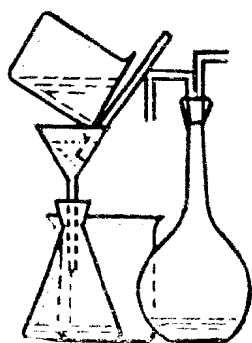


9105/74
27041



造纸工业化学分析

北京造纸研究所 编

轻工业出版社

造纸工业化学分析

北京造纸研究所编

轻工业出版社

内 容 介 绍

本书系统介绍制浆造纸生产过程中原材料、纸浆、纸和纸板、蒸煮液和黑液等的化学分析方法的原理和具体操作。书后并有附录，介绍常用标准溶液和指示剂的配制等。

造 纸 工 业 化 学 分 析

北 京 造 纸 研 究 所 编

•

轻工业出版社出版

(北京阜成路白堆子75号)

地质印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 • 各地新华书店经售

•

850×1168毫米 1/32 印张: $11\frac{7}{16}$ 字数: 300千字

1975年2月第一版 第一次印刷

印数: 1—10,500 定价: 0.91元

统一书号: 15042·1315

毛主席语录

鼓足干劲，力争上游，多快好省地建设社会主义。

一切产品，不但求数量多，而且求质量好，耐穿耐用。

分析的方法就是辩证的方法。所谓分析，就是分析事物的矛盾。不熟悉生活，对于所论的矛盾不真正了解，就不可能有中肯的分析。

前 言

毛主席教导我们：“一切产品，不但求数量多，而且求质量好，耐穿耐用”。产品质量问题，不仅是技术问题，而且是政治问题，是路线问题。因此，所有造纸企业，一定要认真贯彻毛主席的革命路线，在增加产量、品种的同时，努力提高质量，保证产品质量完全符合国家规定的标准，切实做到优质、高产、低消耗。

造纸原料、纸浆、纸及造纸工业中所用原材料等的化学分析，是保证产品质量所不可缺少的环节，对于控制生产过程有一定的指导意义。它不是消极的质量监督办法，而是一项积极的工作，通过这项工作，可以及时地对生产过程进行调整，生产出符合质量标准的成品。

在毛主席无产阶级革命路线指引下，我国造纸工业有了很大的发展。特别是无产阶级文化大革命以来，发展更为迅速。为了适应当前造纸工业的发展形势，满足加强质量检验工作的需要，我们编写了《造纸工业化学分析》一书。

本书编写时以有关的国家标准和轻工业部部颁标准为主要依据。此外，本书还适当介绍了国内外简捷、准确的分析方法。为了适应造纸工业大力开展废液回收和综合利用工作的需要，本书也介绍了一些蒸煮废液的分析检验方法，不尽完善，但可供参考。

为节省篇幅，本书在每个测定方法前所介绍的需用仪器和需用试剂中，对于一般常用的仪器和试剂不作介绍。

本书可能有错误和不当之处，欢迎广大读者指正，以便今后修改。

目 录

第一章 概述

(一) 造纸原料、纸浆及造纸工业中所用原材料的	
化学分析的意义	(1)
(二) 试验工作中一般注意事项	(2)
1. 对蒸馏水的要求	(2)
2. 使用试剂注意事项	(2)
3. 安全预防措施	(3)
4. 意外伤害急救法	(4)
5. 玻璃仪器的洗涤	(4)
6. 洗液的配制	(5)
7. 变色硅胶的制备	(5)
(三) 几种常用分析仪器使用时注意事项	(5)
1. 分析天平	(5)
2. 加热设备	(7)
3. 过滤用仪器	(8)
4. 铂器皿	(9)
5. 容量分析仪器	(10)
(四) 重量分析一般操作	(12)
1. 试样的称取	(12)
2. 抽提	(12)
3. 沉淀	(12)
4. 过滤和洗涤	(13)
5. 烘干、灼烧和恒重	(14)
(五) 容量分析一般操作	(15)
1. 滴定时注意事项	(15)
2. 标准溶液浓度表示法	(16)
3. 标准溶液的配制	(18)
(六) 比色分析一般操作	(19)
1. 比色分析的理论根据	(19)

2. 几种影响准确度的因素	(19)
3. 几种常用的比色计	(20)
(七) 色谱法一般操作	(25)
1. 纸色谱法	(26)
2. 薄层色谱法	(28)

第二章 造纸原料的分析

(一) 试样的采取	(31)
1. 木材原料	(35)
2. 非木材原料	(35)
(二) 分析项目	(35)
1. 水份	(36)
2. 灰份	(36)
3. 水抽出物	(38)
4. 1%氢氧化钠溶液抽出物	(39)
5. 乙醚抽出物	(41)
6. 苯-乙醇抽出物	(43)
7. 纤维素	(44)
8. 木素	(52)
9. 多戊糖	(60)
10. 综纤维素	(66)
11. 多糖	(72)
12. 果胶	(80)
13. 单宁	(84)
14. 双氢橡胶精	(88)

第三章 化学纸浆的分析

(一) 化学浆平均试样的采取方法	(92)
(二) 分析项目	(93)
1. 水份	(94)
2. 灰份	(94)
3. 灰份中的二氧化硅	(95)
4. 灰份中铜、铁含量	(96)
5. 灰份中钠、钾含量	(99)
6. 乙醚抽出物	(101)
7. 甲种纤维素	(102)

8. 多戊糖	(105)
9. 木素	(105)
10. 铜价	(119)
11. 粘度	(121)
12. 水溶性氯化物	(129)
13. 酸碱度及pH值	(131)
14. 羧基	(133)

第四章 纸和纸板的分析

(一) 平均试样的采取方法	(138)
(二) 分析项目	(140)
1. 水份	(140)
2. 灰份	(140)
3. 水抽出液酸碱度和pH值	(141)
4. 水抽出液导电率	(143)
5. 水溶性氯化物	(144)
6. 含铁量及含铜量	(144)
7. 含铅量及含砷量	(144)
8. 填料及涂布剂中无机颜料的鉴定	(150)
9. 水溶性胶粘剂的分析	(154)
10. 蜡类胶粘剂及蜡类涂布物的分析	(165)
11. 湿强度剂的分析	(168)
12. 树脂整理剂的分析	(177)
13. 松香胶的分析	(179)
14. 荧光增白剂的分析	(179)
15. 纤维配比测定法	(181)

第五章 蒸煮液及废液的分析

(一) 碱蒸煮液	(195)
(二) 硫酸盐蒸煮液	(196)
(三) 亚硫酸盐蒸煮液	(203)
(四) 亚硫酸盐废液	(208)
(五) 硫酸盐法与碱法黑液	(227)
(六) 碱木素	(237)
(七) 粗塔罗油	(240)

第六章 水的分析

(一) 水样的采取	(246)
(二) 分析项目	(247)
1. 悬浮物	(247)
2. 游离二氧化碳	(247)
3. pH值	(248)
4. 总碱度、重碳酸根、碳酸根、氢氧根	(254)
5. 总硬度	(256)
6. 钙	(259)
7. 镁	(261)
8. 铁(总铁、高铁、亚铁)	(262)
9. 铜	(263)
10. 锰	(264)
11. 氯化物	(265)
12. 硫酸盐	(265)
13. 总固体物	(267)
14. 耗氧量	(268)
15. 溶解氧	(270)

第七章 辅助材料分析

(一) 烧碱	(273)
(二) 纯碱	(277)
(三) 硫化钠	(280)
(四) 芒硝	(285)
(五) 生石灰	(287)
(六) 硫铁矿	(288)
(七) 硫磺	(293)
(八) 石灰石、白云石、苦土	(294)
(九) 氨水	(299)
(十) 无水亚硫酸钠	(300)
(十一) 硫代硫酸钠	(303)
(十二) 漂白粉	(304)
(十三) 液氯	(306)
(十四) 次氯酸钠	(307)

(十五) 固体过氧化钠	(308)
(十六) 双氧水 (容量 30%计)	(309)
(十七) 松香	(310)
(十八) 松香胶	(313)
(十九) 松香胶乳液	(317)
(二十) 硫酸铝	(319)
(二十一) 硅酸钠(泡化碱)	(324)
(二十二) 滑石粉及高岭土	(326)
(二十三) R-2 法制备二氧化氯及漂白过程的分析	(327)

附录

(一) 溶液及试剂的配制	(336)
(二) 标准溶液的配制	(337)
(三) 指示剂的配制	(342)
(四) 我国造纸原料化学成份分析表	(344)
(五) 常用酸碱在 20℃ 时的浓度和比重表	(349)
(六) 原子量表	(353)

第一章 概 述

(一) 造纸原料、纸浆及造纸工业中 所用原材料的化学分析的意义

造纸原料的合理利用，首先是根据它的化学组成来决定的。例如，已知某种原料纤维素含量是多少，就可以测知它在制浆时的收获率；已知木素含量多少，就可以估计蒸煮时所需的化学药品用量；已知半纤维素的类别与含量高低，可以估计出制浆时化学药品用量与成纸的透明性；知道了松香、油脂及蜡含量的高低，就可以判定制浆应采用何种方法；已知灰份含量的高低，就可以测知纸的绝缘性及人造丝浆的过滤性。

各种纸浆的硬度以及其它化学成份，因成纸的性质要求，在工艺过程中必须加以严格控制，才能达到每种纸的质量指标。此外，在造纸工业中所用的化学原材料，如烧碱、硫铁矿、漂白粉等都必须加以严格检查和分析，才能确定其使用价值。

水的分析，也是十分重要的。特别是一些浆和纸如人造丝浆、电缆纸、电容器纸等，对水质要求很高。如果水的质量达不到要求标准，任何工艺上的改进，都难于制成合格品。

碱法及硫酸盐法黑液中含有可回收的碱及碱木素等，亚硫酸盐法黑液中含有各种可利用的糖及木素磺酸盐等。为了合理地利用这些物质，将它们制成适宜的副产品，变无用为有用，就必须首先对其组成详加分析。

综上所述，可以看出化学分析是造纸工业生产过程中一项重要的工作，对于控制生产过程，保证成品质量起着重要作用。

(二) 试验工作中一般注意事项

1. 对蒸馏水的要求

天然水及粗质药剂中均含有一定量的不纯物。其种类及量的多少均无一定，不能用于分析，否则会对测定结果的准确度影响很大。因此，一般分析上的用水必须是蒸馏水。特别精密的分析，如配制标准比色液或标准缓冲液时，用普通蒸馏水，还嫌其纯度不够，必须重新蒸馏。即于每升水中先加入约 50 毫升碱性高锰酸钾溶液（每升溶液中含有 8 克高锰酸钾及 300 克氢氧化钾），然后在硬质玻璃蒸馏器中，加热蒸馏。此时水中所含有的有机物，就会成为不挥发或不凝结的气体，而不致将重蒸馏水污染。用此法制成的重蒸馏水导电系数约在 10^{-6} 姆欧以下，不含有氯化物。一般分析用蒸馏水要求规格如表 1-1。

表 1-1

杂 质 名 称	最 高 容 许 量 (毫克/升)
Cl ⁻	无
NH ₃	0.03
CO ₂	2.0
固 形 物	4.0
导 电 度	1.0×10^{-6} 姆欧

2. 使用试剂注意事项

分析用试剂，按其纯度大致可分为保证试剂、分析纯及化学纯二种。其中以保证试剂最纯，每瓶瓶签上都附有杂质最高含量表，在进行特殊精密分析时，应采用此种试剂。但一般分析，用分析纯或化学纯即可符合要求。粗质试剂，在空白试验中亦不宜

采用。

为了确保试剂纯度，在使用时必须注意下列事项：

(1) 分析方法中未指明药剂用量，使用时应尽可能取少量。已取出的试剂或溶液，如未用完，不能放回原容器中。

(2) 试剂在开封前，应先将瓶上的封蜡或灰尘除净，以免混入瓶中。使用完毕后，应严密封闭放回原处。

(3) 对一些易自空气中吸收二氧化碳（如氢氧化钠，氢氧化铵等），或易于自行氧化（如碘化物，亚铁盐类等）及自行分解（如过硫酸铵等）的试剂，更应严密封闭，注意保存，防止变质。

(4) 易见光分解的试剂如固体硝酸银及其溶液等，应贮于棕色试剂瓶中，防止见光。

3. 安全预防措施

在化学试验室工作时，必须注意安全操作，否则有可能造成中毒、烧伤、燃烧或爆炸等意外事故。下面介绍一些经常要注意的安全操作事项：

(1) 一切具有毒性，或能发出恶臭的试验，均应在通风橱中进行。

(2) 在使用挥发性及易燃性试剂作试验时，应在离火较远的地方进行。利用有机溶剂作抽提试验时，应在水浴上进行，不得使用直接火或开口电炉。

(3) 在扑灭已燃着的苯、乙醚或乙醇时，应用沙盖住。

(4) 倾出试剂或溶液时，切勿在容器上俯视，以免飞沫溅在脸上或衣服上。

(5) 试管加热时，不要使管口向着自己或别人，也不要俯视正在加热的物体。

(6) 不要直接俯在容器上嗅吸放出的气体，应在距离较远处，慢慢地摇动手掌，将气体引向鼻孔。

(7) 稀释浓的强酸，特别是硫酸时，应将浓酸慢慢注入水

中，并随加随搅和，切勿将水加入酸中，以免溅出或爆炸。

(8) 用吸滤法过滤时，应使用厚壁吸滤瓶，不得使用普通锥形瓶。

4. 意外伤害急救法

遇有意外伤害时，可按下列两法进行急救。

(1) 受碱液腐伤时，应立即用大量水冲洗，再用醋酸溶液(20克/升)冲洗，必要时加以包扎。

(2) 受酸液腐伤时，应立即用大量水冲洗，再用碳酸氢钠饱和溶液冲洗或用稀氢氧化铵润湿后，再用水洗。

(3) 受烫伤或烙伤时，应用浓高锰酸钾溶液将伤口略加润湿，使皮肤变为棕色。或用苏打溶液洗涤，抹上烫伤药，必要时加以包扎。

(4) 中毒时应用解毒剂处理。如毒质为氨时，可吸入水蒸气或1%醋酸及小冰块。如为溴蒸气、氯、氯化氢，可吸入少量乙醇与乙醚混合的蒸气。吸入少量氨也有效。

5. 玻璃仪器的洗涤

玻璃仪器于使用完毕后，应立即洗净。洗涤时先用自来水洗，在仪器内装满水，用适当大小的刷子擦出不溶于水的物质，然后冲洗数次。将水倾出，再用湿的毛刷擦洗的方法是不正确的，因为这样洗，垢物仍会粘附在内壁上。

洗净的玻璃仪器，可以完全被水沾湿，在表面上留下一层均匀的水的薄膜。如洗完后，仍能看到一些小水珠附在它的内壁上，即表示仪器上沾有油脂或其它垢物。为此就必须用肥皂、去污粉或洗液来处理。

如附在器壁上的污物是不溶于水的无机物，特别是氧化剂，可用少量粗盐酸洗涤。

已用自来水洗净的玻璃仪器，应用蒸馏水冲洗3~4次，擦干

外部后备用。

以上洗涤玻璃仪器的方法也适用于洗涤磁制仪器。磁坩埚当初次使用时，应先在洗液中浸泡数小时，再用水洗净，干燥灼烧后方能使用。

6. 洗液的配制

通常采用粗质重铬酸钾 10 克，溶于 20 毫升热水中，冷后，徐徐加入 175 毫升工业浓硫酸，贮于具有磨口玻塞的试剂瓶中备用。用时应先将玻璃仪器用水冲洗数次，沥干后，倾入少许洗液加以转动，使洗液均匀布于仪器的内壁，放置片刻后，多余的洗液仍倾回原瓶中，然后用自来水冲洗仪器数次。洗液中应严密注意防止掺入还原剂或有机溶剂。

7. 变色硅胶的制备

变色硅胶是实验室中使用较普遍的干燥剂。制备方法是将无色硅胶摊平在盘中，在大气中放置约四天，任其吸收水份，以减退其应力（否则部分干燥的硅胶因内应力，一浸入溶液中即会发生爆裂成碎粒状），使其重量增加到原重量的 $\frac{1}{2}$ 左右时，浸入 20% 硝酸钴或氯化钴的乙醇溶液中，15~30 分钟后，取出置空气中风干，再置于 105℃ 烘箱中活化至恒重，即得变色硅胶。干燥时是蓝色，若吸水变成红色，可再烘干使用。

（三）几种常用分析仪器

使用时注意事项

1. 分析天平

在定量分析试验中，分析天平是不可缺少的基本精密仪器之一，因此必须仔细维护和合理使用，以免降低其应有的准确度和

灵敏度。使用天平必须注意下列规则：

(1) 天平应放在适宜地点，最好与试验室分开，以免受烟雾侵蚀。天平室应选择窗向北的房屋，以免阳光直射。室内温度不应变化太大，应避免冷或热的强空气流和尘土。天平应置于水泥台上或坚固的桌上，并应远离暖气管或窗。

(2) 称量前应注意天平是否水平，继用小驼毛刷刷净两盘及砝码，并用干净绸布拭净天平的底板。称时，先关天平门，轻轻放下升降枢，任梁摆动。如摆动幅度过小或过大，可将梁托起再放下。试验数次，即可获得适当的摆动幅度。有时天平不摆动，可开启边门，抬手生风，使其摆动，决不可用手或镊子触盘。如指针倒向一边，就立即将梁慢慢托起，系统地更换砝码（由大到小），最后用游码使达平衡。将梁托起，记录所用砝码及总重量，记录时应先根据砝码盒中定的位置求出，再将砝码依次取下放回盒中原位，重新校对一遍所记录的数字。最后将称量物取出，关好天平门。

(3) 无论取或放物体（或砝码）均应先将梁托起，以免天平刀口受损伤。

(4) 称量物质放在左盘，砝码放在右盘，称量物不得直接放在盘上称重，应盛在称量瓶或表玻璃等容器上称重，较重的物体，应尽可能放在盘的中央，以免天平摆动。

(5) 称量物应与天平温度相等，绝不可把温的（尤其是热的）或冷的物体放在盘上。因热的物体放在天平盘上，会造成一股上升的气流，使称量不准确。此外，热的空气可使梁的一臂受热，改变它的长度。至于冷的物体，则会在表面结上露，造成称量不准确。

(6) 分析天平的安全系数很小，少许超重就会使天平损坏。因此必须注意天平说明书的最大载重量，不能称过重物品。

(7) 砝码只能用前部镶有骨或塑料的镊子取用，不能用手接触砝码，以免或多或少把皮肤上的湿气、油脂和污物带到砝码上

去，而增加其重量。此外，砝码盒只能在取出砝码放到盘上或放回砝码时，才可开启。

(8) 一项分析或一组互相有关分析，应使用同一架天平和同一套砝码。

(9) 天平箱内应放置变色硅胶作干燥剂。为此，在天平内放一盛有蓝色硅胶的小瓶，并且硅胶应定期烘干。

2. 加热设备

实验室中经常用的加热设备有烘箱，水浴，高温炉等。现将各种仪器使用规则简述于下：

(1) 烘箱

烘箱是用来烘干湿物的，决不能用来蒸发溶液。否则，箱内被水蒸气饱和，就不能再继续蒸发。烘干时能放出酸性蒸气的物体，不能放在烘箱内加热。否则烘箱中金属部份将受到侵蚀。放在烘箱内烘干的物体，一定要放在表玻璃上，不宜直接放在隔层板上。用电加热并附有温度调节器和鼓风装置的烘箱使用方便，这种烘箱一般能加热到 180°C ，在造纸分析中，经常用的烘干温度为 $100\sim 125^{\circ}\text{C}$ 。此外，还有利用红外线加热的烘箱。开启烘箱门时，内部温度降低很快，因此要避免开门时间过长。在恒重阶段中，非达规定时间不得开启。

(2) 高温炉

一般是用镍铬丝绕成的。镍铬丝在短时间内虽能烧到一千度以上，但时间稍久就会烧断，因此一般灼烧温度不应超过一千度。在使用高温炉前，应先用干布擦干净炉腔壁，以防在灼烧过程中，有垢物堕入坩埚中。熔融操作最好不在高温炉进行。如一定要在高温炉内进行熔融时，要将坩埚放在耐火板上，不能直接放在炉腔上。测定黑液灰份时，一定要预先蒸干，并在较低温度下灼烧至炭化，再放入高温炉中灼烧成灰。

(3) 水浴