

木材化学

实验讲义

北京林业大学

一九八九年二月

实 验 目 录

试材采取及分析用试样的制备	1
实验一 水份的测定	2
实验二 灰份的测定	3
实验三 水抽出物的测定	4
实验四 1% NaOH抽出物测定	5
实验五 苯醇抽出物的测定	6
实验六 纤维素含量测定	7
实验七 综纤维素含量测定	9
实验八 木质素含量测定	10
实验九 甲氧基的测定	11
实验十 木质素的显色反应	13
实验十一 硝基苯氧化	14
实验十二 戊聚糖含量测定	14
实验十三 多缩甘露含量测定	19
实验十四 木材水介液单糖分析	21
实验十五 木材半纤维素中糖类组分的气相色谱法测定	22
实验十六 木材 PH值测定	24
实验十七 α -纤维素的测定	26
实验十八 纤维素的铜价测定	27
实验十九 果胶的测定	29
附：几种仪器操作	30

试材采取及分析用试样的制备

一、试材采集：

采集试材、须选能代表该地区该树种一般的生长情况、树令须中壮年，并须避免过热或生长不正常的树木（特殊的分析目的除外）。最好参照或结合木材力学试材采集方法进行采集。试材株数每树种至少需在三株以上。

采集试材时须采集腊叶标本，确定树种名称，并照附表分别编号登记，以供分析结果参考。

试材必须陆运（万不得已采用水运时，其两端必须涂蜡）。不宜露天放置使其风吹日晒，也不易长久放在地面，必须放在室内通风良好的场所，以免霉烂。

每株树锯取三个园盘（厚3—5cm），一在树干基部距地面一公尺处，一在顶梢10厘米以下，一在中段（全长以上）。截下园盘，全部剥皮，并截去节疤腐朽部分，以供制作试样之用。

每株树上中下三个园盘，用锯对剖成四份。各取相对扇形一对用作试样，其它一对留存供参照用。

二、试样制备：

试材用锯锯成木屑（用小园锯或手锯），或刨成片，再用粉碎机粉碎，无论采用何种方法以不发生高热为原则。

全部试样锯屑混合，按四分法取0.5公斤左右，在室内充分气干5—7天（视气候条件决定）用40孔目标标准筛筛选，试样通过的部分其重量不得少于100克，进行综纤维素或纤维素分析时，应筛取40—60孔目的筛分作为试料。如进行单株因部位不同而比较分析时，则按上中下三个园盘分别制备试料。（但园盘厚度至少10—15cm）。

筛选过的木屑试料，须放在干燥密闭的磨口广口瓶内。试料须在干燥场所放置48小时，使水分均匀一后，按下列各项方法进行测定。

附表 试材采集记录表

木材号码（野外）

标本号码（整理后）

通名及别称：

学名：

采集地点：

省

县

雨量：

海拔：

坡度（角度）：

方位：

土壤及地表特征植物：

林型：

一般树型：

树令:

全高:

枝下高:

胸高周围或直径:

试材部位号码

高度(所取部位): 基部:

中部:

梢部:

讨色及变色:

采集日期:

运输及贮藏情况:

备 注:

木材分析实验

木材是由许多在化学上各不相同的组分组成,主要的组分其量达木材总量的 90—95%,它们主要是纤维素、半纤维素及木质素。至于占 5—10%的那一部分则属于木材的抽出物,它们不是一切种类的木材所特有的,它们藏在木材的活细胞中及树脂道内,其中的一部分也可能渗入细胞膜内,属于抽出物的有:芳香油、树脂酸及脂肪酸、蜡、丹宁物质、糖类、色素淀粉等。

对于木材的组份的大多数都制定出了相应的定量测定方法。

木材的主要组份的定量测定方法是基于(一)直接将其从木材中分离,例如测定纤维素、木质素、综纤维素的方法;(二)测定它的分解产品,例如多缩戊糖是由其产生的糖醛量来测定等。必须指出,在直接分离出纤维素或木质素时,常多少含有木材的其它组分的杂质,此外,在分离过程中常起某些变化。

对于测定抽出物采取的方法,是测定其整类的物质,如用热水抽提出丹宁、糖类、淀粉、果胶、某些半纤维素等;用有机溶剂(苯—醇)抽出树脂酸及脂肪酸、芳香油、植物性甾醇及类似物质等。

实验一:水分的测定

(一)以烘干方法测定水份:

测定方法系基于试样经在 100—105℃烘干至恒重时所失去的重量。

1.应用仪器及器皿:

- (1) 带有温度调节的恒温烘箱。
- (2) 干燥器。
- (3) 扁形称量瓶。

2.测定方法和计算:

精确称取 3—5 克(称准至 0.0001 克)粉碎试样,于洁净烘干恒重的扁形称量瓶中,置于烘箱,于 100—105℃烘 4 小时,将称量瓶取出,置于干燥器中,冷却

半小时后，称重，再移入烘箱，继续烘干1小时，冷却称重，如此继续施行，直至恒重为止。两次测定平行试验间误差不得大于0.20%。

水分含量按下试计算，以百分数表示之：

$$\text{水分}\% = \frac{G_1 - G_2}{G_1 - G} \times 100$$

式中：G——扁平称量瓶重量，克；

G_1 ——扁平称量瓶与试样在烘干前的重量，克；

G_2 ——扁平称量瓶与试样在烘干后的重量，克；

(二) 以容量法测定水份

测定方法基于用水互不相溶的有机溶剂如甲苯或二甲苯来蒸馏吸湿水，则吸湿水可以完全由木材中馏出而直接测量其容积。

接冷凝器

1. 应用仪器和器皿：

1) 水分测定器，如图示。

2) 蒸馏瓶：500ml

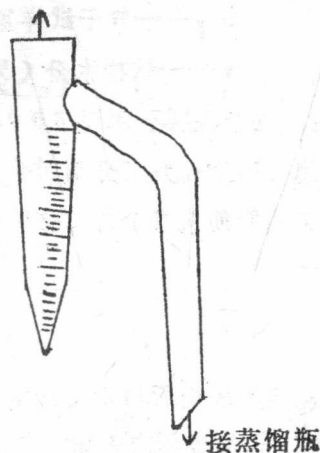
3) 冷凝器：直形

4) 电热套：500ml

2. 药品：甲苯

3. 测定方法

精确称取木粉15—20克（称准至0.0001克）放入蒸馏瓶中倒入不超过烧瓶容积的一半的溶剂装上冷凝管之后开始在电热套上加热。溶剂和水的蒸汽在冷凝、并流入量管中，形成不混合的两层。蒸馏的速度调节到每秒钟内冷凝器中滴下2—4滴。



蒸馏完毕（此后水位不再改变），停止加热仪器冷后直接读出水的体积并计算为试样的%。

实验二 灰份的测定

测定方法基于将试样炭化和灼烧，然后称其矿物性残渣的重量。

1. 应用仪器：

(1) 坩埚

(2) 马弗炉

(3) 分析天平

(4) 干燥器

2. 测定方法和计算：

将空坩埚放入马弗炉内于600℃灼烧，放置干燥器内冷却半小时并称重（称准至

0.0001克)。取约2克试样置此空坩埚内，称取坩埚及试样总重。先在电炉或煤气灯上仔细加热使之炭化。开始加热宜缓，应避免发生火焰。全部测定过程中，坩埚应避免风吹或强气流扇动，以免产生机械损失。全部炭化后，再放入马弗炉灼烧。灼烧温度始终保持600℃。一直烧到灰中看不见未燃透的灰粒并显出均匀的颜色时，停止灼烧。带有灰份的坩埚在干燥器中冷却并称重。重复灼烧坩埚至恒重。两次测定平行试验间的偏差不得大于0.2%。

灰份含量按下式计算：

$$\text{灰份}(\%) = \frac{G \times 100}{G_1(100-w)} \times 100$$

式中：G——灰渣重量(克)

G_1 ——气干试样重量(克)

w——试样水分(%)

注：灼烧温度不超过600℃是因为避免碱金属的氯化物及碳酸盐可能因此挥发，碱土金属的碳酸盐则部分地被分解、同时可以和硅化物或其他酸性成分产生二级反应。所以应采用能使炭素全部除去的最低温度。

实验三 水抽出物的测定

测定方法基于用水(冷水与热水两项)抽提试样，然后将抽提后的残渣烘干、称重，从而测出水抽提物的含量。

一、应用仪器及器皿：

- 1) 电水浴
- 2) 冷凝器
- 3) 1G₃玻璃过滤坩埚
- 4) 吸滤瓶
- 5) 500ml锥形瓶，250ml锥形瓶
- 6) 恒温烘箱
- 7) 1/万分析天秤
- 8) 干燥器

二、测定方法和计算：

1) 冷水抽出物：

精确称取已测定水分含量的气干试样2克，放入500ml锥形瓶中，加入300ml蒸馏水，使此混合物在23±2℃的温度下浸渍48小时，不时加以搅动。用倾泻法在已恒

重的 1G₃ 玻璃坩埚内过滤。用真空泵洗滤，然后用 400ml 冷蒸馏水洗涤，于 100—105℃ 烘干至恒重（大约 4 小时）。

冷水抽出物含量按下列计算，以百分率表示。

$$\text{冷水抽提物}\% = \frac{\left[\frac{G_2(100-w)}{100} - (G_1-G) \right] \times 100}{G_2(100-w)} \times 100$$

式中：G——玻璃过滤坩埚重（克），

G₁——带有残渣的过滤坩埚烘干后重（克）

G₂——气干试样重（克）

w——试样水分（%）

2. 热水抽提物：

称取已测定水分含量的气干试样 2 克，放入一个 250ml 锥形瓶中，用 100ml 蒸馏水浸渍，此瓶装上回流冷凝器，将瓶放在煮沸的水浴上，水浴的水面恰好盖过锥形瓶内的液面，煮沸 3 小时。将锥形瓶内容物移入一个已恒重的玻璃过滤坩埚内过滤，用 300ml 热水洗涤，在 100—105℃ 烘箱内烘干至恒重。

热水抽出物含量计算同冷水抽出物含量计算。

实验四 1% NaOH 抽提物测定

测定方法基于用 1% NaOH 溶液处理试样，经洗涤、烘干、称重后，测定抽提物的含量。

一、应用仪器及器皿：

1) 电水浴

2) 冷凝器

3) 300ml 锥形瓶

4) 1G₃ 玻璃过滤坩埚，玻璃漏斗。

5) 吸滤瓶

6) 恒温烘箱

7) 分析天平（万分之一）

8) 干燥器

二、药品及试剂：

1) 1% NaOH 溶液：

溶解 10 克化学纯氢氧化钠于蒸馏水中，移入 1000 毫升量瓶中，加水稀释至其刻度，摇匀。

用吸液管吸取 25 毫升于容量瓶中，加入 5 毫升 10% 氯化钡溶液，再加入水稀释

至其刻度，摇匀，静止以便沉淀下降。用干的滤纸及漏斗过滤，吸取 50ml 滤液，注入 1 滴甲基橙指示液，用 0.1N 盐酸标准液滴定之。按下式计算所配制的氢氧化钠溶液浓度：

$$\text{氢氧化钠}\% = \frac{\text{滴定时所耗用的盐酸量} \times 0.1N \times 0.04 \times 100}{12.5}$$

如与所规定浓度不符合，则应加入较浓碱或水，调节至所需浓度在 0.9—1.1% 之间为度。

(2) 稀醋酸——10%

(3) 测定方法和计算：

精确称取 2 克（称准至 0.0001 克）气干试样放入 300ml 锥形瓶中，加入 100 毫升 1% NaOH 溶液。装上回流冷凝器。置沸水浴上加热一小时，在加热过程中，每隔 10、15、25 分钟摇荡一次，取下，静置片刻以便残渣沉积于瓶底，然后用倾泻法滤经已恒重的 IG₃ 玻璃过滤坩埚，进行抽滤，然后用温水洗涤残渣及锥形瓶，将锥形瓶内残渣全部洗入滤器中，用水洗至无碱性后，再以 50ml 10% 醋酸，分两三次洗涤残渣，最后用水洗至无酸性反应为止（用甲基橙指示剂试之）。吸干洗涤液，取出滤器，用蒸馏水将滤器外部吹洗洁净，移入烘箱中，于 105℃ 烘干至恒重。

1% NaOH 抽提物含量按下式计算：

$$1\% \text{ NaOH 抽提物}\% = \frac{\left\{ \left[\frac{G_2(100-w)}{100} \right] - (G_1 - G) \right\} \times 100}{G_2(100-w)} \times 100$$

式中：G——玻璃过滤坩埚重（克）

G₁——带有残渣玻璃过滤坩埚烘干后重（克）

G₂——风干试样重（克）

w——试样水分重（%）

注：此法测定木材试样对热稀释碱溶液的抵抗力，木材若有腐朽，碱溶物的百分率增加。

实验五 苯——醇抽提物的测定

测定方法基于用苯——醇溶液抽提试样，将抽提液蒸发，烘干后，称量其不易挥发的残渣。

一、应用仪器和器皿：

(1) 索氏抽提器

- (2) 电水浴
- (3) 恒温烘箱
- (4) 1/万分析天秤

(5) 干燥器

(6) 扁形称量瓶

二、应用试剂:

苯——醇溶液: 取 33 份化学纯乙醇及 67 份化学纯苯, 混合均匀后备用。

三、测定方法和计算:

精确称取 5 克试样, 放入予先用苯醇溶液抽提过并气干的滤纸筒内, 装入索氏抽提器中。滤纸筒必须高过抽提器的虹吸管, 而试料高度须低于虹吸管, 以免试料在抽提时随溶剂溢出。在底瓶中加入 150ml 苯醇溶液。

将抽提器和冷凝器、底瓶接上, 并把底瓶放入电水浴上加热抽提 6 小时。抽提过程保持底瓶内苯——醇溶液沸腾, 每小时回流虹吸次数 4—6 次。

抽提完毕, 折下冷凝器, 用镊子取出滤纸筒。再接上冷凝器进行蒸馏以回收溶剂, 直至底瓶中仅剩有少量苯——醇混合液为止。

取下底瓶, 将其内容物移入已烘干恒重的扁形称量瓶中, 并用苯——醇混合液洗底瓶 3—4 次, 每次用极少量苯——醇混合液, 并将洗液亦倾入扁形称量瓶中, 然后将称量瓶置于水浴上仔细加热 (防止内容物溅出), 以蒸去多余的溶剂。最后, 将称量瓶外部擦净, 置于烘箱中, 于 100—105℃ 温度下烘干至恒重。

按下式计算苯醇抽提物含量。

$$\text{苯醇抽提物}\% = \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_2(100 - w)} \times 100$$

式中: G——扁形称量瓶重 (克)

G_1 ——盛有烘干残渣的扁形称量瓶重 (克)

G_2 ——气干试样重 (克)

w——试样水分 (%)

实验六 纤维素含量测定

测定方法基于用 20% 硝酸及 80% 乙醇混合液处理木粉, 使其中所含木素变为硝化木素, 从而溶于乙醇中, 剩余残渣过滤后, 用水洗涤并烘干, 测定其含量。

(一) 应用仪器及器皿:

- (1) 电水浴
- (2) 真空泵
- (3) 冷凝器
- (4) 250ml 锥形瓶
- (5) 1G₂ 玻璃过滤坩埚

(6) 500ml 吸滤瓶

(二) 应用试剂:

(1) 20%硝酸和80%乙醇混合液: 用量筒量取800毫升化学纯乙醇(95%)于容量1000ml烧杯中, 再用另一量筒(不许用一量筒)量200毫升化学纯硝酸(比重1.42), 徐徐分次倾入乙醇中, 每次加入少量(约10毫升), 并用玻璃搅匀后始可续加。全部硝酸加入乙醇后, 再用玻璃棒充分和匀, 冷后, 贮于棕色试剂瓶中。

(三) 测定方法及计算:

精确称取1.0000~1.0500克试样于洁净平滑的纸上(同时另称取试样测定水分), 再将其移入容量为250毫升或300毫升洁净干燥锥形瓶中, 加入25ml 硝酸——乙醇混合液(混合液应现配), 装上回流冷凝器, 置沸水浴上加热一小时, 在加热过程中, 应随时摇荡锥形瓶, 以防止残渣蹦跳。

移去冷凝器, 并将锥形瓶自水浴上取下, 静置片刻以便使残渣沉积于瓶底, 然后用倾泻法滤经业已恒重的1G₂玻璃过滤坩埚, 尽量不使残渣换出。利用真空泵将滤器中滤液吸干, 再用玻棒将流入滤器内的残渣全部移入原锥形瓶中, 量取25ml 硝酸——乙醇混合液, 分数次将滤器中及锥形瓶口上附着的残渣, 尽量洗回锥形瓶中, 装上回流冷凝器, 再在沸水浴上加热, 一小时, 在加热过程中, 应注意不停地摇荡锥形瓶, 此此重复进行数次, 直至纤维变白为止。每次过滤, 皆用原所用的恒重滤器。

最后将锥形瓶自水浴上取下, 过滤, 以10ml 硝酸——乙醇混合液洗涤残渣及锥形瓶, 然后以热水洗涤, 并将残渣全部移入滤器中。继续以热水洗涤, 直至洗液用甲基橙试之不呈酸性反应为止。最后再用乙醇洗涤两次(每次10ml)

吸干洗液, 取出滤器, 用蒸馏水将滤器外部吹洗洁净, 移入烘箱中, 于105℃烘干至恒重。

纤维素含量按下式计算:

$$\text{纤维素}\% = \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_2(100 - w)} \times 100$$

式中: G——玻璃滤器烘干后的重量(克)

G₁——经烘干后玻璃滤器连同残渣重, (克)

G₂——风干试样重(克)

w——试样水分 (%)

实验七 综纤维素含量的测定

综纤维素是指植物在除去木质素后所保留的全部半纤维素及纤维素的总量。测定方法是用亚氯酸钠处理已抽出树脂的试样以除去其中所含有的木质素，从而定量地测定残余物（综纤维素）量。

一、应用仪器和器皿：

- (1) 电水浴
- (2) 索氏抽提器
- (3) 250ml 锥形瓶
- (4) 1G₂ 玻璃过筛坩埚

二、应用试剂：

1. 化学纯乙醚
2. 化学纯乙醇
3. 化学纯亚氯酸钠
4. 化学纯冰醋酸

三、测定方法和计算：

精确称取 2 克（称准至 0.0001 克）试样，用筛纸包好，用线扎好，放入索氏抽提器中（同时另称取试样测定水分），加入乙醇，置沸水浴中抽提 6 小时（控制抽提液循环次数约为每小时 4 次）乙醇抽提完毕后，另换一底瓶，加入乙醚，置水浴上抽提 2 小时（控制抽提循环次数约为每小时 6 次），但不含树脂的木材可以省略予抽提。将木粉放入 250ml 锥形瓶中用 160ml 含有 1.5 克 NaClO₂ 的水溶液及 10 滴（0.5ml）冰醋酸在 70 至 80℃ 水浴上，于通风橱内加热处理 1 小时。定期地摇动锥形瓶，发生的蒸汽用自然放置的玻璃皿或倒置的 25ml 锥形瓶冷凝之，过一小时后趁热再加 10 滴冰醋酸及 1.5 克 NaOCl₂ 至锥形瓶中搅匀，并在 75—80℃ 下再加热一小时。对针叶材常需处理四次，对于大多数阔叶材三次处理已足。亚氯酸钠处理完全后，残余物应为白色，并应保留原来木材的结构状态。悬浮物立即在冰浴中冷却，经予先恒重玻璃过筛坩埚过筛，先用冰水后用丙酮洗涤。在 100—105℃ 烘干至恒重。

综纤维素含量按下式计算：

$$\text{综纤维素 \%} = \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_2 (100 - w)} \times 100$$

式中：G——烘干后的玻璃过筛坩埚（克）

G₁——盛有烘干综纤维素的玻璃筛器重（克）

G_2 ——风干试样重(克)

w ——试样水分(%)

实验八 木质素含量测定

用72%的硫酸处理已经脱去提取物的木粉(用苯醇)其中,不溶于酸溶液的部分称为酸不溶木质素,(即克拉森木质素),溶解在酸溶液中的部分木质素称为酸溶木质素。注意在分析具有高的单宁含量的木材时(如榉树,栗木等)须予先用乙醇抽提,在分析报告中应说明曾否使用过乙醇抽提。

一、应用仪器及器皿:

1. 索氏抽提器
2. 带有温度调节器的恒温
3. 玻璃漏斗 IG_3
4. 称量瓶
5. 电热套
6. 冷凝器
7. 比重计
8. 1000ml锥形瓶
9. 2000ml吸液瓶
10. 100ml烧杯, 500ml烧杯
11. 1000ml容量瓶

二、试剂:

(1)72%硫酸溶液:徐徐倾665毫升 H_2SO_4 (比重1.84)于300ml蒸馏水中,冷却,加水稀释至1000毫升,充分摇匀,调节酸液温度为20℃,倾此溶液于量筒中,用比重计测定其比重是否为1.6338,若不是此数,则应加入硫酸或蒸馏水调节至所规定比重。

(2)10%氯化钡溶液:溶介10克纯氯化钡于90ml蒸馏水中。

三、测定方法和计算:

精确称取相当于绝干1克重的试样(称准至0.0001克)用定性滤纸包好,并用线扎紧,放入索氏抽提器中,用苯醇溶液抽提6小时后,去除剩余溶剂。将试样移入烧杯中,加入400ml热水。

在100℃水浴上浸渍3小时,过滤,用热水洗涤,用500ml乙醇洗涤后,使试样在空气中风干。

将气干试样移入具有玻璃盖的称量瓶或 100ml 烧杯中，慢慢加入 15ml (12—15℃) 72% 的硫酸，随加随搅拌，至少 1 分钟。使试样与酸充分混合均匀，在 18—20℃ 放置 2 小时，并不时加以搅拌。

冲洗此物于 1000ml 锥形瓶中，用 560ml 蒸馏水稀释至酸浓度为 3%，装上回流冷凝器，煮沸 4 小时。

不溶物沉淀后，用予先已恒重的玻璃过滤坩埚过滤，再用 500ml 热水洗涤残渣至无酸性反应为止。（洗液用 BaCl_2 试之不见浑浊），将坩埚及内容物置 100—105℃ 烘箱中烘干至恒重。

酸不溶木质素（克拉森木质素）计算如下：

$$\text{木质素}\% = \frac{(G_1 - \bar{G}) \times 100}{G_2 (100 - w)} \times 100$$

式中 G ——烘干后玻璃坩埚重（克）

G_1 ——烘干后玻璃坩埚与残渣重（克）

G_2 ——风干试样重（克）

w ——试样水分（%）

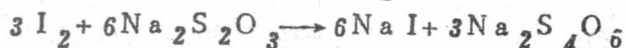
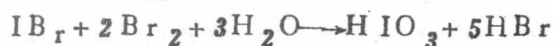
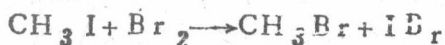
实验九 甲氧基测定

甲氧基对于木质素是最特性的基，它在针叶树木质素中之含量为 15—16%，在阔叶树木质素中是 17—19%，而有时竟达 21%，近年来的研究指出，木材中的甲氧基不全部属于木质素，其中 10—15% 是与木材的糖类部分相结合。如与聚糖醛酸、多木糖、果胶等，故木材中甲氧基是其整体的共有的特性。

甲氧基的定量测定是基于在碘氢酸的作用下，醚能被分介成醇及易挥发的碘化甲基。碘化甲基可用硝酸银的重量法或用容量法测定，用溴测定的方法是其中最准确和最快的方法。

此法是采用溴的容量法来测定甲氧基。

反应式如下： $\text{R}-\text{OCH}_3 + \text{HI} \rightarrow \text{ROH} + \text{CH}_3\text{I}$



在整个试验中，回流冷凝器之温度要严格控制，因 CH_3I 之沸点为 42℃，回流低于 42℃ 使 CH_3I 始终不会蒸馏出来，致使结果偏低，但如温度太高，会生成 $\text{C}_2\text{H}_5\text{I}$ 蒸馏而出（ $\text{C}_2\text{H}_5\text{I}$ 蒸馏而出（ $\text{C}_2\text{H}_5\text{I}$ 之沸点为 72℃）而发生与 CH_3I 同样的反应，致使结果偏高。

一、仪器及器皿:

1. 甲氧基测定器
2. 磨口玻塞三角瓶 (250ml)
3. 气体发生器 (用以发生 CO_2) 及内盛 NaHCO_3 及 H_2SO_4 之两个洗瓶。

二、试剂:

1. 碘氢酸 (比重 1.7)
2. 醋酸钾——醋酸溶液 (10%KAC) 100克无水醋酸钾 1立升溶液中, 含 900ml 冰醋酸和 100ml 醋酸,
3. 无碘的溴
4. 5% CdSO_4
5. 5% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
6. 甲酸
7. 碘化钾溶液 10%
8. NaAc 25%
9. 标准 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液 (0.1N)
10. 淀粉指示剂
11. 硝酸银酒精溶液: 17g 化学纯 AgNO_3 溶于 50ml 水中用 95% 乙醇稀释至 1升。

三、测定方法和计算:

在反应瓶中加入 15ml HI , 7克酚及数个小玻璃球或 1—2 块沸石, 以防崩溅。将等容积的 5% CdSO_4 及 5% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液的混合液放入洗涤器中, 应使用最少量, 使液面盖过洗涤器入口约 4mm。自支管通入 CO_2 , 调节其速度约每分钟 60 个气泡, 用小煤气灯加热反应瓶使 HI 沸腾, 并使导管稍烫手 (约 $50 \pm 5^\circ\text{C}$), 使洗涤器微热为度。继续加热 30—40 分钟。

停止加热, 让反应瓶冷至 100°C , 同时取 20ml 10% 醋酸钾的冰醋酸溶液, 于其中加入 15 滴溴液混匀。将此混合液约 12ml 加到第一个吸收器中, 将 8ml 加到第二个吸收器中, 把吸收器与仪器连接, 用水密封。精确称取气干试样 0.1 克。

取下蒸馏瓶, 放入称好的试样, 立即将此瓶与冷凝管相连, 用熔化的酚密封。以热浴或小煤气灯加热, 使酸煮沸, 反应过程中间保持均匀的 CO_2 气流流经此仪器, 通常 50 分钟可使反应完成。

将两个接受器的内容物洗入一个盛有 15ml 25% 醋酸钠溶液的 250ml 锥形瓶内, 用水稀释至约 125ml。加入 6 滴 90% 的甲酸, 摇动烧瓶, 直至溴的颜色消失后, 继续

加入 12 滴甲酸，放置 1—2 分钟，加入 10ml 10% KI 溶液及 10ml 10% 的 H_2SO_4 ，用 0.1N $Na_2S_2O_3$ 滴定游离碘，在终点到达前加入 1ml 淀粉指示剂，滴定至兰色消失为止。

按下式计算甲氧基含量：

$$-\text{OCH}_3\% = \frac{M \times N \times 31.03 \times 100}{G \times 1000 \times 6} = \frac{M \times N}{G} \times 0.517$$

式中：N—— $Na_2S_2O_3$ 溶液的当量浓度。

M—— $Na_2S_2O_3$ 溶液需用量 (ml)

G——绝干试样重 (克)

实验十 木质素的显色反应

当有浓盐酸或浓硫酸存在时，原本木质素和酚类、胺类能呈显色反应。Maule 反应是最有实用意义的显色反应，此反应常用来鉴别针、阔叶材样品。阔叶材木质素中大约含有 20—70% 的紫丁香基，在反应中能形成 3—O—甲基醌结构，呈显出美丽的玫瑰红色；针叶材木质素基本上都是愈创木基型结构单元。对 Maule 染色不产生正反应，反应后的木片则显黄色，或黄褐色，借以可鉴别针、阔叶材。

一、应用仪器和器皿：

1. 工业天秤 (0.01克)

2. 烧杯：50—100ml

3. 恒温烘箱。

二、试剂：

1. 1% $KMnO_4$ 水溶液

2. 6N HCl

3. 10% NH_4OH

三、测定方法：

将 3—5 克混合试样置于烧杯中，在室温下先用适量 1% $KMnO_4$ 溶液处理 10 分钟，倾出 $KMnO_4$ 溶液，用自来水洗至不显紫色，将洗涤水倒掉，再用 6N HCl 处理 1 分钟，倾出酸液，用水洗净，将剩余的水挤出。再用 10% NH_4OH 处理 1—2 分钟，此时木片呈两种颜色，将氨水倒出，用水洗涤木片，将红色的阔叶材木片与黄色 (或褐色) 针叶材木片分开，烘干，然后分别称重，计算出两种木材所占的重量百分比含量。

实验十一 硝基苯氧化

测定方法基于用碱性硝基苯使木质素氧化生成香草醛, 紫丁香醛等, 然后用气相色谱对其产物进行定性、定量分析, 从而推木质素的结构、组成。

(一) 应用仪器和器皿:

1. 带有回流冷凝器的 500ml 蒸馏瓶。
2. 10ml 不锈钢高压贮管, 加热炉。
3. 旋转式膜蒸发器。
4. 气相色谱仪。

(二) 试剂:

1. 二氯甲烷
2. 硝基苯
3. 2N NaOH
4. 浓 HCl
5. 间-康宁 (做内标)

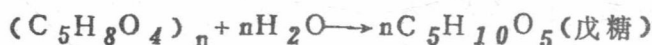
三、测定方法:

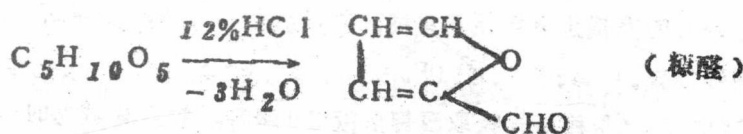
1. 将已抽提过的磨木质素试样放在真空干燥器中干燥 24 小时;
2. 准确称取 0.2 克 (称准至 0.0001 克) 试样二份分别放入容量为 10ml 的不锈钢高压贮管中, 加入 2N NaOH 4ml, 硝基苯 0.25ml, 拧紧螺旋帽在 170℃ 的恒温下加热 3 小时, (加上预热时间共 3 小时 10 分) 并不时取出管子摇动。
3. 反应完毕, 将反应物倾入 500ml 的蒸馏瓶中, 加 200ml 二氯甲烷, 冷凝回流, 连续萃取 24 小时后, 用分液漏斗将水溶液与二氯甲烷分开, 弃去二氯甲烷层 (其中含有过剩的硝基苯及其反应产物)
4. 将留下的碱性溶液用浓 HCl 酸化到 PH = 4 并进一步用二氯甲烷连续萃取 24 小时后, 用分液漏斗分离二氯甲烷层和水层, 并弃去水层。
5. 用旋转式薄膜蒸发器在 70℃ 下蒸干二氯甲烷溶液, 将剩余物转入 10ml 的容量瓶中 (在容量瓶中先放入 2ml 的 m-meconnine 作内标)。
6. 用气相色谱进行定性、定量分析,

实验十二 戊聚糖含量测定

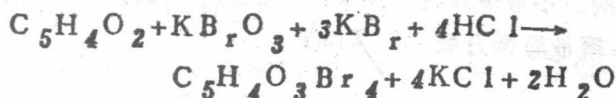
测定方法基于用 12% 盐酸溶液, 在加热时处理木材, 使其中戊聚糖转化为糠醛, 并用容量法及分光光度法来测定蒸馏出来的糠醛量, 根据糠醛产量来推算戊聚糖的含量。

反应方程式:

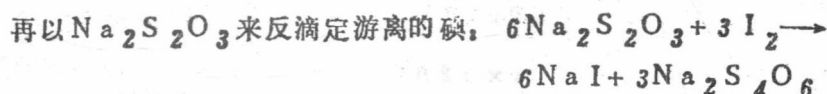
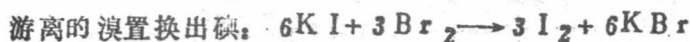




采用容量法中的四溴化法来测定糠醛。反应式如下：



过量的溴化钾、溴酸钾溶液在盐酸作用下，分介出游离溴：



一、应用仪器和器皿：

1. 糠醛蒸馏装置：

- (1) 容量 500ml 园底烧瓶
- (2) 具有 30ml 间隔刻度，容量 150 毫升滴液漏斗。
- (3) 直形或球形冷凝器。
- (4) 容量 500ml 量筒

2. 电热套

3. 200℃ 水银温度计

4. 容量 500 毫升量瓶

5. 250 毫升碘价瓶

6. 50ml 及 25ml 吸移管

7. 容量 50ml 滴定管

8. 紫外可见分光光度计 (751、721、A102 型)

二、试剂：

1. 12% 盐酸：量取 307 毫升化学纯盐酸 (比重 1.19) 于容量 1000 毫升量瓶中，加水稀释至其刻度，摇匀后备用。

2. 溴化钠——溴酸钠混合液：称取 2.5 克溴酸钠及 13.9 克溴化钠 (或称取 2.8 克溴酸钾及 11.9 克溴化钾) 溶于蒸馏水中，加水稀释至成为 1000ml，摇匀后备用。

3. 0.1N 硫代硫酸钠标准溶液：称取 25.0 克化学纯 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ，溶于新煮沸而已冷却的蒸馏水中，并加入 0.1 克碳酸钠，移入容量 1000 毫升量瓶中，加入新煮