



植物纤维化学实验教程

ZHIWU XIANWEI HUAXUE SHIYAN JIAOCHENG

任世学 姜贵全 屈红军 编
方桂珍 方桂珍 方桂珍 审



东北林业大学出版社

植物纤维化学实验教程

任世学 姜贵全 屈红军 编
方桂珍 审

东北林业大学出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

植物纤维化学实验教程/任世学, 姜贵全, 屈红军编. —哈尔滨: 东北林业大学出版社, 2008.1

ISBN 978-7-81076-994-5

I. 植… II. ①任…②姜…③屈… III. 植物纤维—纤维化学—化学实验—高等学校—教材 IV. TQ35-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 014340 号

责任编辑: 任 俐

封面设计: 彭 宇



NEFUP

植物纤维化学实验教程

Zhiwu Xianwei Huaxue Shiyan Jiaocheng

任世学 姜贵全 屈红军 编

方桂珍 审

东北林业大学出版社出版发行

(哈尔滨市和兴路 26 号)

哈尔滨市工大节能印刷厂印装

开本 787 × 1092 1/16 印张 7 字数 161 千字

2008 年 1 月第 1 版 2008 年 1 月第 1 次印刷

印数 1—1 000 册

ISBN 978-7-81076-994-5

TQ·12 定价: 11.50 元

前 言

植物纤维是地球上最为丰富的可再生资源，具有转变成能源、食品、饲料、化工原料的巨大潜力，植物纤维原料的三种主要组分（纤维素、半纤维素和木质素）的化学成分、结构、性质和应用是人们一直关注的重要问题之一，为此需要对植物纤维原料成分进行必要的分析。

本书从植物纤维三种主要组分的实验分析方法入手，共分为四部分：第1部分，植物纤维原料中少量组分分析；第2部分，木质素分析；第3部分，纤维素分析；第4部分，半纤维素分析。本书在编写上力求简繁适当，突出实际应用，注重解决教学和科研工作中遇到的具体问题，尽量挑选对读者今后学习及应用最有帮助的实验进行编排，着重介绍了有关木质素平均相对分子质量的测定方法、木质素官能团（甲氧基、总羟基、总酸性基、羰基、羧基、酚羟基、脂肪族羟基）含量的测定方法以及植物多糖的总糖和还原糖含量、糖基比、糖类组分、多糖平均相对分子质量等的分析方法。为便于本科生实验教学，每个实验项目主要按照目的和要求、实验原理、应用仪器药品及器皿、实验内容、思考题等五个方面编写，由于部分实验会使用一些易燃、有毒、腐蚀性强的化学药品，故该部分实验增加了注意事项这一内容，希望大家在进行实验前仔细阅读该方面的内容，注意防护，以避免不必要的伤害。

本书是为林产化工专业和轻化专业开设的《木材化学》和《植物纤维化学》课程而编写的实验指导教材，可作为林产化工、轻化工程专业研究生有关高等木材化学课程的实验用书，也可供有关科研人员、技术人员和高校有关专业师生参考。

本书各部分的执笔作者：第2、第3部分由任世学编写，第1、第4部分由姜贵全编写，附录部分由屈红军编写。全书由任世学统稿，方桂珍教授审稿。本书在编写过程中，得到了东北林业大学材料科学与工程学院领导和木材化学实验室各位同仁的大力支持，在此对本书主审和在编写过程中给予热心帮助的各位同仁表示衷心感谢。

由于编写时间仓促，又很多内容都是作者的经验和见解，不妥之处，衷心希望读者予以指正，以使本书更为完善。

编 者
2007年12月

目 录

1 植物纤维原料中少量组分分析	(1)
1.1 分析用试样的采取	(1)
1.2 水分含量的测定	(2)
1.3 水抽出物含量的测定	(3)
1.4 1%NaOH 抽出物含量的测定	(4)
1.5 乙醚抽出物含量的测定	(6)
1.6 苯—乙醇抽出物含量测定	(8)
1.7 灰分含量的测定	(10)
1.8 分光光度法测定果胶的含量	(11)
1.9 重量法测定果胶含量	(13)
1.10 植物少量组分预试验	(15)
1.11 EDTA 络合滴定法测定单宁含量	(20)
1.12 反相高效液相色谱法测定芦丁含量	(21)
1.13 黄酮类化合物含量的测定	(22)
1.14 正丁醇—HCl 法测定低聚原花青素含量	(24)
2 木质素分析	(27)
2.1 酸不溶木质素含量的测定	(27)
2.2 磨木木质素的制备	(29)
2.3 酸溶木质素含量的测定	(31)
2.4 木质素灰分含量的测定	(32)
2.5 木质素平均相对分子质量的测定	(32)
2.6 木质素中甲氧基含量的测定	(36)
2.7 木质素中总羟基含量的测定	(39)
2.8 木质素中总酸性基含量的测定	(41)
2.9 木质素中羰基含量的测定	(43)
2.10 木质素中羧基含量的测定	(45)
2.11 差示光度法测木质素中酚羟基的含量	(46)
2.12 木质素中脂肪族羟基含量的测定	(47)
2.13 木质素苯丙烷结构单元展开式的推导	(49)
3 纤维素分析	(53)
3.1 纤维素含量的测定	(53)
3.2 克贝纤维素含量的测定	(54)
3.3 α -纤维素含量的测定	(56)
3.4 铜价的测定	(58)

3.5	纤维素平均相对分子质量的测定	(60)
3.6	纤维素黏度与聚合度的测定	(65)
4	半纤维素分析	(68)
4.1	多戊糖含量的测定	(68)
4.2	综纤维素含量的测定	(70)
4.3	半纤维素的制备	(72)
4.4	半纤维素中各种单糖的薄层色谱分离与定性	(73)
4.5	苯酚—硫酸法测定总糖和还原糖含量	(75)
4.6	3, 5 - 二硝基水杨酸法测定总糖和还原糖含量	(77)
4.7	直接滴定法测定还原糖含量	(79)
4.8	多糖平均相对分子质量的测定	(81)
4.9	高效液相色谱法测定低聚木糖	(83)
4.10	高效液相色谱法测定壳聚糖	(84)
4.11	气相色谱 (GC) 法测定植物多糖的糖基比	(85)
4.12	气相色谱 (GC) 法测定植物糖类组分	(86)
	参考文献	(89)
	附录	(90)

1 植物纤维原料中少量组分分析

1.1 分析用试样的采取

1.1.1 目的和要求

了解有关植物原料采样的方法及国家标准。

1.1.2 实验原理

按“GB/T 2677.1 - 1993 造纸原料分析用试样的采取”进行。

1.1.3 应用仪器、药品及器皿

- (1) 剥皮刀。
- (2) 手锯。
- (3) 粉碎机。
- (4) 40 目及 60 目标准铜丝筛。
- (5) 剪刀。
- (6) 1 000 mL 具有磨砂玻璃塞的广口瓶。

1.1.4 实验内容

1.1.4.1 木材原料

(1) 采取同一产地、同一树种的原木 3~4 棵, 查明原木的树种、树龄、产地、砍伐年月、外观品质等级, 用剥皮刀将所取得的原木表皮全部剥尽。

(2) 用手锯在每棵原木梢部、腰部、底部各锯 2~3 块厚 2~3 cm 的原木, 风干后, 切成小薄片。充分混合, 按四分法取得均匀样品约 1 000 g。

(3) 将样品置于粉碎机中磨至全部通过 40 目筛的细末。过筛, 截取能通过 40 目筛但不能通过 60 目筛的部分细末风干, 贮于 1 000 mL 具有磨砂玻璃塞的广口瓶中, 留供分析用。

1.1.4.2 非木材纤维原料

(1) 无髓的草类原料(如稻草、麦草、芦苇等)

采取能代表准备进行实验的原料约 500 g, 记录其草种、产地、采集年月、贮存年月、品质情况(变质情况及清洁程度等), 若其中夹杂铁丝、铁屑等硬物, 应先用磁铁吸除, 再用切草机(或剪刀)去掉根及穗部。

将已去根及穗的原料全部切碎。风干后, 置粉碎机中磨成细末。过筛, 截取通过 40 目而不能通过 60 目筛的细末。凉至室温后, 并用磁铁除去铁屑, 贮存于 1 000 mL 具

有磨砂玻璃塞的广口瓶中，备分析使用。

(2) 有髓的草类原料（如棉杆、麻类等）

将已去根及穗的试样皮、秆（包括髓剥离）分别置粉碎机中磨成全部能通过 40 目筛的细末。凉至室温，装瓶、称重，确定皮、秆（包括髓）比例。进行分析时，按确定的皮、秆（包括髓）比例取样。

思考题

植物纤维原料风干后应如何保存？

1.2 水分含量的测定

1.2.1 目的和要求

了解植物纤维自然干燥的水分含量的测定方法。

1.2.2 实验原理

测定方法是根据试样在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘干至恒重所失去的质量与试样原质量之比而求得的，以百分数表示。

参考了“GB/T 2677.2-1993 造纸原料水分的测定”的规定。

1.2.3 应用仪器、药品及器皿

- (1) 可控恒温烘箱。
- (2) 干燥器（内装变色硅胶应保持蓝色）。
- (3) 扁形称量瓶。
- (4) 分析天平：感量 0.0001 g 。

1.2.4 实验内容

- (1) 将洁净的扁形称量瓶烘干，并于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘干至恒重。
- (2) 精确称取 $3\sim 5\text{ g}$ （称准至 0.0001 g ）试样于上述扁形称量瓶中，置于烘箱，于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘干 4 h。
- (3) 将扁形称量瓶移入干燥器中，冷却半小时后，称重。再移入烘箱，继续烘干 1 h，冷却 0.5 h 后称重。如此重复进行，直至恒重为止。

水分含量（X）以%表示，按下式计算：

$$X = \frac{G_1 - G_2}{G_1 - G} \times 100$$

式中：G——扁形称量瓶质量，g；

G_1 ——扁形称量瓶与试样在烘干前的质量，g；

G_2 ——扁形称量瓶与试样在烘干后的质量，g。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果，准确到小数点后第二位，两次

测量计算误差不应超过 0.2%。

思考题

植物纤维原料风干后的含水率一般约为多少?

1.3 水抽出物含量的测定

1.3.1 目的和要求

了解植物原料中水抽出物含量的测定方法。

1.3.2 实验原理

用水处理试样,然后将抽提后的残渣烘干,从而确定其被抽出物的含量。

参考了“GB/T 2677.4-1993 造纸原料水抽出物含量的测定”的规定。

1.3.3 应用仪器、药品及器皿

- (1) 恒温水浴(温度范围:室温~100℃可调)。
- (2) 30 mL 玻璃滤器(1G₂)。
- (3) 恒温烘箱。
- (4) 容量 500 mL 及 250 mL 锥形瓶。
- (5) 冷凝管。
- (6) 分析天平:感量为 0.0001 g。

1.3.4 实验内容

1.3.4.1 冷水抽出物含量测定

精确称取约 2 g(称准至 0.0001 g)试样(同时另称取测定水分)于洁净光滑的纸上,然后仔细将其移入 500 mL 锥形瓶中,加入 300 mL 蒸馏水,置于恒温水浴中,保持温度为 23℃±2℃,加盖放置 48 h,并经常摇荡用倾斜法滤经已恒重的玻璃滤器 1G₂;用蒸馏水洗涤残渣及锥形瓶并将瓶内残渣全部洗入滤器中,继续洗涤至洗液无色后,再多洗涤 2~3 次。吸干滤液,用蒸馏水洗涤滤器外部。移入烘箱,于 105℃±3℃烘干至恒重。

冷水抽出物含量(X)以%表示,按下式计算:

$$X = \frac{G_2 (100 - W) / 100 - (G_1 - G)}{G_2 (100 - W)} \times 100$$

式中:G——玻璃器重, g;

G₁——带有残渣的玻璃滤器烘干后重, g;

G₂——风干试样重, g;

W——试样水分, %。

1.3.4.2 热水抽出物含量的测定

精确称取约 2 g (称准至 0.000 1 g) 试样 (同时另称取测定水分试样), 仔细移入 250 mL 锥形瓶中, 加入 200 mL 水, 装上冷凝管, 置沸水浴中煮沸 3 h, 并经常摇荡。用倾斜法滤经已恒重玻璃滤器 1G₂, 用热蒸馏水洗涤残渣及锥形瓶内残渣全部洗入滤器中。继续洗涤无色后, 再多洗 2~3 次, 吸干滤液, 用蒸馏水洗涤滤器外部, 移入烘箱, 于 105 °C ± 3 °C, 烘干至恒重。

热水抽出物含量 (X) 以 % 表示, 按下式计算:

$$X = \frac{\left\{ \left[\frac{G_2 (100 - W)}{100} \right] - (G_1 - G) \right\}}{G_2 (100 - W)} \times 100$$

式中: G——玻璃滤器重, g;

G₁——带有残渣的玻璃滤器烘干后重, g;

G₂——风干试样重, g;

W——试样水分, %。

水抽出物要同时进行两次测定, 取其算术平均值作为测定结果。要求准确至小数点后第二位。两次测定的计算值间误差不应超过 0.2%。

思考题

- (1) 植物纤维原料中的水抽出物包含哪些成分?
- (2) 植物纤维原料中的热水抽出物和冷水抽出物有哪些区别?

1.4 1% NaOH 抽出物含量的测定

1.4.1 目的和要求

了解植物原料中 1% NaOH 抽出物含量的测定方法。

1.4.2 实验原理

测定方法是用 1% NaOH 溶液处理试样, 经洗涤烘干后, 从而确定其被抽出物的含量。

参考了“GB/T 2677.5 - 1993 造纸原料 1% 氢氧化钠抽出物含量的测定”的规定。

1.4.3 应用仪器、药品及器皿

- (1) 容量 300 mL 锥形瓶。
- (2) 冷凝管。
- (3) 电热水浴。
- (4) 30 mL 玻璃滤器 (1G₂)。
- (5) 恒温烘箱。
- (6) 1% NaOH 溶液标定方法 1: 溶解 10 g 化学纯 NaOH 蒸馏水中, 移入容量

1 000 mL瓶中,加水稀释至其刻度,均匀。用移液管吸取 25 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 10% BaCl₂ 溶液,再加水稀释至其刻度,摇匀。静置以便沉淀下降。用干的滤纸及漏斗过滤。吸取 50 mL 滤液,注入 1 滴甲基橙指示剂液,用 0.1 mol/L HCl 标准溶液滴定之,按下式计算所配制的 1% NaOH 溶液浓度。

$$\text{NaOH}\% = (\text{滴定所耗用的 NaOH 量} \times 0.1 \text{ mol/L HCl} \times 0.04 \times 100) / 12.5$$

如与所规定浓度不符合,则应加入较浓碱或水,调节至所需浓度为 0.9% ~ 1.1% 为宜。

(7) 甲基橙指示剂: 1.0 g/L

称取 0.1 g 甲基橙溶于 100 mL 水。

(8) 氯化钡溶液: 100 g/L

称取 11.7 g 的 BaCl₂·2H₂O 溶解于 100 mL 水中。

(9) 酚酞指示液: 1.0 g/L

称取 0.1 g 的酚酞溶解于 95% 的乙醇溶液中,并用乙醇稀释至 100 mL。

(10) 溴甲酚氯指示液: 1 g/L

称取 0.1 g 的溴甲酚氯溶解于 95% 的乙醇溶液中,并用乙醇稀释至 100 mL。

(11) 甲基红指示液: 2 g/L

称取 0.2 g 的甲基红溶解于 95% 的乙醇溶液中,并用乙醇稀释至 100 mL。

(12) 溴甲酚氯—甲基红指示液: 取 3 份的 1 g/L 溴甲酚氯乙醇溶液与 1 份 2 g/L 甲基红乙醇溶液混合,摇匀。

(13) 恒温水浴(温度范围:室温 ~ 100 °C 可调)

(14) 1% NaOH 溶液标定方法 2: 称取经 110 °C 烘干至质量恒定的苯二甲酸氢钾(KHC₈H₄O₄) 2 g,称准至 0.000 1 g,溶于 80 mL 经煮沸过的水中,加入 2~3 滴酚酞指示剂,直接用所配的 1% 氢氧化钠滴定至出现微红色,记下所消耗 1% 氢氧化钠的体积,按下式计算其浓度 C₁:

$$C_1 = \frac{m_0 \times 40}{V_1 \times 204.22} \times 100$$

式中: m₀——所称取的苯二甲酸氢钾质量, g;

V₁——滴定时消耗的 1% 氢氧化钠体积, mL;

40——氢氧化钠的摩尔质量, g/mol;

100——换算因子。

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% 为宜。

(15) 分析天平: 感量为 0.000 1 g。

(16) 醋酸溶液: 醋酸与水按体积比 1:3 比例配制。

1.4.4 实验内容

(1) 精确称取约 2 g (称准至 0.000 1 g) 试样放入洁净干燥的容量 300 mL 锥形瓶中,准确加入 100 mL 1% NaOH 溶液,装上冷凝回流管,置于沸水浴中加热 1 h。

(2) 在加热过程中,每隔 10 min、15 min、25 min 摇荡一次,到达规定时间后,取出

锥形瓶，静置片刻以便残渣沉积于瓶底。

(3) 用倾斜法将溶液滤入已恒重的玻璃滤器 1G₂。用温水洗涤残渣及锥形瓶数次，最后将锥形瓶中残渣全部洗入滤器中，用水洗至无碱性后，再用 50 mL 醋酸溶液分两次洗涤残渣。

(4) 最后用冷水洗至水无碱性为止（用甲基橙指示剂试之）。洗吸干滤液，取出滤器，用蒸馏水将滤器外部吹洗干净，移入烘箱中，于 105 °C ± 3 °C 下烘干至恒重。

1% NaOH 抽出物含量 (X)，以 % 表示，按下式计算：

$$X = \frac{\left\{ \left[\frac{G_2 (100 - W)}{100} \right] - (G_1 - G) \right\}}{G_2 (100 - W)} \times 100$$

式中：G——玻璃滤器重，g；

G₁——带有残渣的玻璃滤器烘干后重，g；

G₂——风干试样重，g；

W——试样水分，%。

同时进行两次测定，取其算术平均值作为测定结果。要求准确至小数点后第二位。两次测定的计算值间误差不应超过 0.4%。

思考题

- (1) 植物纤维原料中的 1% NaOH 抽出物包括哪些组分？
- (2) 什么情况下需要测定 1% NaOH 抽出物的含量？

1.5 乙醚抽出物含量的测定

1.5.1 目的和要求

了解植物原料中乙醚抽出物含量的测定方法。

1.5.2 实验原理

测定方法是用乙醚抽提试样，然后将抽出液蒸发，烘干。称量不挥发的残渣量。乙醚抽出物包括原料中所含有的树脂、蜡、脂肪等。

参考了“GB/T 2677.6 - 1994 造纸原料有机溶剂抽出物含量的测定”的规定。

1.5.3 应用仪器、药品及器皿

- (1) 容量 150 mL 索氏提取器。
- (2) 恒温水浴（温度范围：室温 ~ 100 °C 可调）。
- (3) 烘箱。
- (4) 称量瓶。
- (5) 分析天平：感量 0.000 1 g。

1.5.4 实验内容

(1) 精确称取 3~4 g (称准至 0.000 1 g) 试样 (同时量称取试样测定水分), 用已先经乙醚抽提过的定性滤纸包好 (不可包得太紧, 但亦应防止过松, 以免漏出), 用棉线扎住。

(2) 将纸包置于索氏抽提器中, 加入乙醚至超过其溢流水平, 装上冷凝器。并将仪器放在水浴中, 加热程度以保持底瓶中乙醚剧烈沸腾为宜 (应注意温度不能过高, 防止溶剂溢出), 抽提液每小时约循环不少于 6 次, 如此抽提 6 h。

(3) 抽提完毕后, 提起冷凝器, 用夹子小心的从抽提器中取出盛有试样的纸包, 将冷凝器和抽提器连接起来, 回收一部分溶剂, 直至底瓶中仅剩少量乙醚为止。

(4) 取下底瓶, 将其内容物移入已烘干至恒重的扁形称量瓶中, 并用少量乙醚分次漂洗底瓶 3~4 次, 洗液亦倒入称量瓶中。将称量瓶置水浴上, 小心地加热以蒸去多余的溶剂。最后擦净称量瓶外部, 置于烘箱中, 于 100~105 °C, 烘干至恒重。

乙醚抽出物含量 (X) 以 % 表示, 按下式计算:

$$X = \frac{(G_1 - G) \times 100}{G_2 (100 - W)} \times 100$$

式中: G ——扁形称量瓶重, g;

G_1 ——扁形称量瓶连同已烘干残余物重, g;

G_2 ——风干试样重, g;

W ——试样水分, %。

同时进行两次测定, 取其算术平均值作为测定结果。要求准确至小数点后第二位, 两次测定的计算值间误差不应超过 0.20%。

1.5.5 注意事项

(1) 乙醚是无色透明液体, 有芳香气味, 极易挥发。熔点为 -116.2 °C, 沸点: 34.6 °C, 其蒸汽与空气形成爆炸性混合物, 遇明火、高热极易燃烧爆炸。与氧化剂能发生强烈反应。接触空气或在光照条件下可生成具有潜在爆炸危险性的过氧化物。其蒸气比空气重, 能在较低处扩散到相当远的地方, 遇火源引着会燃。若遇高热, 容器内压增大, 有开裂和爆炸的危险。

(2) 乙醚燃烧灭火方法: 泡沫、二氧化碳、干粉、砂土。用水灭火无效。如果该物质或被污染的流体进入水路, 通知有潜在水体污染的下用户, 通知地方卫生、消防官员和污染控制部门。

(3) 实验应在通风橱中操作; 若无通风橱, 应保持实验环境通风并严禁使用明火。

(4) 抽提完毕, 如发现抽出物中有滤纸毛或其他固形物, 则应通过滤纸将抽出液滤入称量瓶中, 再用少量乙醚分次漂洗底瓶及滤纸。

思考题

(1) 植物纤维原料中乙醚抽出物包括哪些组分?

(2) 什么情况下需要测定乙醚抽出物的含量?

1.6 苯—乙醇抽出物含量测定

1.6.1 目的和要求

了解植物纤维中分布的少量成分（树脂、单宁、脂肪酸、黄酮类、脂肪、蜡、木酯素等）有机溶剂抽出物含量的测定方法。

1.6.2 实验原理

测定方法是采用苯—乙醇混合液抽提试样，然后将抽出液蒸发、烘干，称量不挥发的残渣量。苯—乙醇抽出物包括原料中所含有的树脂、蜡及脂肪以及一些乙醚不溶物，如单宁及色素等。

参考了“GB/T 2677.6 - 1994 造纸原料有机溶剂抽出物含量的测定”的规定。

1.6.3 应用仪器、药品及器皿

- (1) 容量 150 mL 索氏抽提器。
- (2) 恒温水浴（温度范围：室温 ~ 100 °C 可调）。
- (3) 烘箱。
- (4) 高形称量瓶。
- (5) 苯—乙醇混合液：量取 33 份化学纯乙醇及 67 份化学纯苯混合均匀而成。

1.6.4 实验内容

(1) 精确称取 2~3 g 试样，用预先经苯—乙醇混合液抽提的滤纸包好，置于索氏抽提器中。加入苯—乙醇混合液至超过其溢流水平面，装上冷凝器，并将仪器放在水浴中，加热程度以保持底瓶中苯—乙醇混合液剧烈沸腾，抽提液每小时循环不少于 4 次为宜，如此抽提 6 h。

(2) 抽提完毕后，提起冷凝管，用镊子小心的从抽提器中取出盛有试样的纸包，然后将冷凝器和抽提器连接起来，回收一部分溶剂，直至底瓶中仅剩少量苯—乙醇混合液为止。

(3) 取下底瓶，将其内容物移入已烘干恒重的高形瓶中，并用苯—乙醇混合液漂洗 3~4 次，每次用极少量混合液洗涤亦应倾入高形瓶中，将高形瓶置水浴上，加热以蒸去多余的溶剂。最后擦净高形瓶外部置于烘箱中，于 105 °C ± 3 °C 下烘干至恒重。

苯—乙醇抽出物含量 X ，以 % 表示，按下式计算：

$$X = \frac{(G_1 - G)}{G_2 (100 - W)} \times 100$$

式中： G ——高形瓶重，g；

G_1 ——高形瓶连同已烘干残余物重，g；

G_2 ——风干试样重，g；

W ——试样水分，%。

同时进行两次测定,取其算术平均值作为测定结果,准确至小数点后第二位,两次测定的计算值间误差不应超过 0.20%。

1.6.5 注意事项

(1) 苯在使用过程中应注意的问题

①理化性状。无色透明,易燃液体。相对质量密度: 0.879 4; 熔点: 5.51 ℃; 沸点: 80.1 ℃; 自燃点: 562.22 ℃。蒸汽与空气混合物爆炸极限: 1.4% ~ 8.0%。不溶于水。遇热源、明火燃烧爆炸。

②毒性及燃爆性。急性中毒作用主要有抑制中枢神经系统。高浓度蒸汽对黏膜和皮肤有一定的刺激作用。液态苯直接吸入呼吸道,可引起肺水肿和出血。苯蒸汽经呼吸道吸入的最初几分钟吸取率最高。

高度易燃性。有严重火灾危险。用干粉、泡沫灭火剂、二氧化碳灭火。蒸汽能沿地面流动到火源处并回火,属于甲类火灾危险品。

③个人防护。吸入: 如蒸汽火烟雾浓度不明时会爆炸。高浓度时应戴用褐色色标滤毒罐的防毒面具。紧急事态抢救物质及人员撤离时,佩带自给式呼吸器。

皮肤: 如需要应使用手套、工作服、工作鞋。

眼睛: 戴用化学防溅镜或面罩。

其他: 工作现场严禁吸烟、进食和饮水。工作后淋浴更衣,保持良好的卫生习惯。

④储存、运输及使用。遵守储藏和运输易燃物质的规则,储藏于密闭的、置于地面上的容器内,放置在有通风设备的阴凉地方,避免阳光直晒,远离禁忌物与热源,采用无火花的通风系统和电气设备。

使用“用毒品”、“易燃物品”标志。

⑤应急处理

吸入: 脱离苯产生源或搬移患者至空气新鲜处,如患者停止呼吸应进行人工呼吸。

眼睛接触: 使眼睑张开,用生理盐水或清水冲洗患眼至少 20 min。

皮肤接触: 脱去受污染的衣服,立即缓和地抹去和擦去残余物质,缓和、充分地用水和无摩擦性肥皂洗涤。

口服: 用水充分漱口,不可催吐,给患者饮水 250 mL,一切患者都应请医生治疗。

⑥应知应会: a. 苯为无色透明、易燃液体; b. 吸入或口服大量苯后出现兴奋或酒醉感; c. 长期接触对造血系统造成危害; d. 防护需佩带褐色色标的放毒面具和工作服、手套、工作鞋等; e. 中毒者脱离产生源至新鲜空气处,一切患者应请医生治疗; f. 工作现场严禁吸烟、进食和饮水。

(2) 实验应在通风厨中操作;若无通风厨,应保持实验环境通风并严禁使用明火。

思考题

(1) 植物纤维原料中苯—乙醇抽出物包括哪些组分?

(2) 什么情况下需要测定苯—乙醇抽出物的含量?

(3) 苯—乙醇混合液在抽提过程中是否会形成恒沸物?

1.7 灰分含量的测定

1.7.1 目的和要求

了解植物原料中灰分的测定方法。

1.7.2 实验原理

试样经炭化和灼烧后，所剩余的矿物性残渣的质量与试样质量之比，以百分数表示。

参考了“GB/T 2677.3-1993 造纸原料灰分的测定”的规定。

1.7.3 应用仪器、药品及器皿

- (1) 瓷坩埚 (30 mL 或 50 mL)。
- (2) 电炉。
- (3) 可控温高温炉。
- (4) 干燥器 (内装变色硅胶应保持蓝色)。
- (5) 分析天平: 感量 0.0001 g。
- (6) 乙酸镁乙醇溶液: 溶解 4.05 g 乙酸镁 $Mg(Ac)_2 \cdot 4H_2O$ 于 50 mL 蒸馏水中, 以 95% 乙醇 (化学纯) 稀释、定容至 1 000 mL。

1.7.4 实验内容

(1) 按“1.1 分析用试样的采集”部分要求备样。

(2) 称取 2~3 g 试样 (精确至 0.0001 g) 置于预先灼烧至质量恒定的瓷坩埚中 (同时另称取试样测定水分), 先在电炉上仔细燃烧使其炭化, 然后将坩埚移入高温炉中, 在 $575\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度范围内, 灼烧至灰渣中无黑色炭素, 取出坩埚在空气中冷却 5~10 min 后, 置入干燥器内, 冷却 0.5 h 称重, 再将坩埚放入高温炉中, 重复上述操作, 称量至质量恒定。

(3) 灰分含量 X 以 % 表示, 按下式计算:

$$X = \frac{(m_2 - m_1)}{m} \times 100$$

式中: m_1 ——灼烧后坩埚质量, g;

m_2 ——灼烧后盛有灰渣的坩埚质量, g;

m ——绝干试样质量, g。

以两次测定的算术平均值报告结果, 要求准确到小数点后第二位。两次测定计算值的误差: 木材原料不应超过 0.05%, 非木材原料不应超过 0.20%。

(4) 有些草类原料灰分中含有较多的二氧化硅, 在灼烧时灰渣易熔融结成块状物, 致使黑色炭素不易烧尽。遇到此种情况, 可以延长灼烧时间, 直至灰渣变浅为止。若仍不能使黑色炭素烧尽, 则可以试用以下方法。

称取 2~3 g 试样 (精确至 0.000 1 g) 置于预先灼烧并已质量恒定的瓷坩锅中 (同时另称取试样测定水分), 用移液管吸取 5 mL 乙酸镁乙醇溶液, 注入盛有试样的瓷坩锅中。用铂丝仔细搅和至试样全部被润湿, 以极少量水洗下沾着于铂丝上的样品, 微火蒸干并炭化后, 移入高温炉中, 在 $575\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度范围内, 灼烧至灰渣中无黑色炭素, 取出坩锅在空气中冷却 5~10 min 后, 置入干燥器内, 冷却半小时称重, 再将坩锅放入高温炉中, 重复上述操作, 称量至质量恒定。

同时做一空白试验, 用移液管吸取 5 mL 乙酸镁乙醇溶液于另一灼烧并已质量恒定的瓷坩锅中, 微火蒸干, 移入高温炉中, 在 $575 \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度范围内灼烧至质量恒定。

灰分含量 X 以 % 表示, 按下式计算:

$$X = \frac{(m_4 - m_3)}{m} \times 100$$

式中: m_3 ——空白试样残渣质量, g;

m_4 ——试样灰渣质量, g;

m ——绝干试样质量, g。

思考题

- (1) 测定植物原料灰分含量时, 什么情况下需要加入乙酸镁乙醇溶液?
- (2) 测定草类原料灰分含量时, 加入乙酸镁乙醇溶液有什么作用?

1.8 分光光度法测定果胶的含量

1.8.1 目的和要求

了解用以重量法测定含果胶量较高的树皮原料所含果胶的方法。

1.8.2 实验原理

在一定条件下, 利用氢氧化钠将果胶物质上所带的甲基, 水解成为甲醇, 再用高锰酸钾将分离出的甲基氧化为甲醛, 甲醛再用品红二氧化硫试剂发生显色反应, 用分光光度法测定甲醇含量。根据所测得的甲醇含量计算果胶含量。

本方法参考了“GB/T 10742-1989 造纸原料果胶含量的测定”的规定。

1.8.3 应用仪器、药品及器皿

- (1) 索氏抽提器。
- (2) 分光光度计。
- (3) 光电比色计, 配备绿色滤光纸片。
- (4) 苯—乙醇混合液: 量取 33 体积的乙醇和 67 体积的苯混合而成。
- (5) 乙醇—硫酸混合液: 量取 100 mL 蒸馏水及 21 mL 乙醇, 混合均匀, 徐徐加入 40 mL 硫酸 ($\rho_{20} = 1.84\text{ g/mL}$), 冷后, 加水稀释至成为 200 mL。
- (6) 10% 氢氧化钠溶液: 称取 10 g 氢氧化钠溶于 90 mL 水中。