

普通高等教育轻工与食品专业实验类系列规划教材

# 制浆造纸实验

王双飞 / 主编

王双飞 覃程荣 杨崎峰 宋海农 卫威 周敬红 宋雪萍 李许生 / 编著



中国轻工业出版社

普通高等教育轻工与食品专业实验类系列规划教材

# 制浆造纸实验

Pulping and Papermaking Experiment

王双飞 主 编

王双飞 覃程荣 杨崎峰 宋海农  
卫 威 周敬红 宋雪萍 李许生 编著

 中国轻工业出版社

## 图书在版编目 (CIP) 数据

制浆造纸实验/王双飞主编. —北京: 中国轻工业出版社, 2010. 6

(普通高等教育轻工与食品专业实验类系列规划教材)  
ISBN 978-7-5019-7489-4

I. ①制… II. ①王… III. ①制浆-造纸-实验-高等学校-教材 IV. ①TS74-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 012105 号

责任编辑: 林 媛      责任终审: 滕炎福      封面设计: 锋尚设计  
版式设计: 王超男      责任校对: 吴大鹏      责任监印: 张 可

出版发行: 中国轻工业出版社 (北京东长安街 6 号, 邮编: 100740)

印 刷: 三河市世纪兴源印刷有限公司

经 销: 各地新华书店

版 次: 2010 年 6 月第 1 版第 1 次印刷

开 本: 787×1092 1/16      印张: 9.75

字 数: 249 千字

书 号: ISBN 978-7-5019-7489-4      定价: 23.00 元

邮购电话: 010-65241695      传真: 65128352

发行电话: 010-85119835      85119793      传真: 85113293

网 址: <http://www.chlip.com.cn>

Email: [club@chlip.com.cn](mailto:club@chlip.com.cn)

如发现图书残缺请直接与我社邮购联系调换

90292J1X101ZBW

# 前 言

随着制浆造纸、林产化工等工业的快速发展，植物纤维化学及制浆造纸分析与检测技术也得到了相应的发展，分析测试技术的内容也更加丰富新颖，其方法更加准确、方便和快捷。现代仪器分析技术的广泛应用，促进了制浆造纸分析与检测技术的不断提高。本教材重点针对植物纤维化学的分析方法及其与制浆造纸性能的关系，编写《制浆造纸实验》的教材，努力将新的教改精神贯穿到独立设课的教材编写中，把增强学生的实践动手能力和创新意识体现在新的实验教材中，在内容编排上做了较大的充实和改进，以适应轻化工程专业教学改革和实验独立设课的需要。本教材以加强基础训练，强化能力和素质培养，锻炼与革新传统知识，拓宽实验内容为原则，力求提高制浆造纸实验内容的科学性、系统性、先进性和适用性。

本教材共分五章：第一章，实验学习的基础知识，由卫威和李许生编写；第二章，纤维原料的生物结构观察及化学成分分析和纸浆的化学分析，由王双飞编写；第三章，制浆实验及其检测，由覃程荣编写；第四章，造纸实验及其检测，由宋海农和杨崎峰编写；第五章，纸和纸板物理性能的检测，由宋雪萍和周敬红编写。最后，全书由王双飞统稿。其中，第二、三、四章作为综合设计性实验内容，学生通过一系列实验设计，了解造纸原料的化学组成特征，初步判断其制浆造纸适用性，进一步理解制浆造纸过程中各种化学成分的溶出规律，以便更深入地了解和研究制浆造纸的内在机理。

在本教材的编写过程中，得到了广西大学轻工与食品工程学院、校实验设备处以及轻化工程系的领导和老师的支持和帮助，担任相关课程的老师们根据多年的教学实践，对本教材的编写提出了宝贵的建议，在此一并表示感谢。

本教材可作为轻化工程专业本、专科学生和研究生的教学实验教材，也可作为在制浆造纸工业及相关领域从事检验、生产、技术、科研及管理等方面人员的参考书。

当今科技发展迅速，分析和检测技术也在不断的创新，本教材虽力求有较好的实用性和创新性，但由于编者的水平和资料收集所限，不足和错误之处在所难免，望予以批评指正。

感谢石淑兰教授在本书编写过程中提出宝贵意见和给予无私帮助。

编者

2009年9月

# 目 录

<b>第一章 实验学习的基础知识</b> .....	1
一、化学实验的学习方法 .....	1
二、实验室安全知识 .....	2
三、仪器的洗涤 .....	2
四、常用玻璃仪器的使用方法 .....	3
五、试剂及其使用 .....	5
六、制浆造纸实验中常用基准溶液、标准溶液的配制 .....	5
<b>第二章 纤维原料的生物结构观察及化学成分分析和纸浆的化学分析</b> .....	7
<b>第一节 植物纤维原料生物结构的观察和测定</b> .....	7
一、植物纤维原料生物结构观察 .....	7
二、纤维原料细胞形态观察 .....	10
三、造纸植物纤维原料的纤维形态测定 .....	11
<b>第二节 造纸植物纤维原料化学成分分析试样的采取</b> .....	14
一、采样方法 .....	14
二、取样方法 .....	14
<b>第三节 分析试样水分含量的测定</b> .....	15
<b>第四节 灰分及酸不溶灰分含量的测定</b> .....	16
一、灰分含量的测定 .....	16
二、纸浆酸不溶灰分的测定 .....	17
<b>第五节 有机溶剂抽出物含量的测定</b> .....	18
<b>第六节 纤维素含量的测定</b> .....	20
<b>第七节 综纤维素含量的测定</b> .....	22
附录 亚氯酸钠的纯度分析方法 .....	24
<b>第八节 戊聚糖含量的测定</b> .....	25
<b>第九节 木素含量的测定</b> .....	29
一、酸不溶木素(克拉森木素)含量的测定 .....	29
二、酸溶木素含量的测定 .....	32
<b>第十节 纸浆抗碱性和碱溶解度的测定</b> .....	34
一、纸浆 $\alpha$ -纤维素的测定 .....	34
二、纸浆碱溶解度的测定 .....	35
<b>第十一节 漂白浆还原性能与铜价的测定</b> .....	38
<b>第十二节 化学浆的铜乙二胺溶液黏度的测定</b> .....	40
附录 铜乙二胺(CED)溶液 .....	45
<b>第三章 制浆实验及其检测</b> .....	47
<b>第一节 蒸煮液的配制及标定</b> .....	47
<b>第二节 纤维原料蒸煮工艺实验</b> .....	53
<b>第三节 纸浆高锰酸钾值和卡伯值的测定</b> .....	57

一、纸浆高锰酸钾值的测定 .....	58
二、纸浆卡伯值的测定 .....	59
第四节 蒸煮废液的分析实验 .....	63
第五节 纸浆漂白实验及其检测 .....	70
一、浆料准备及水分测定 .....	70
二、漂液的制备及其测定 .....	70
三、漂白实验设备 .....	75
四、漂白工艺设计及漂白操作 .....	75
<b>第四章 造纸实验及其检测</b> .....	<b>83</b>
第一节 打浆实验及其检测 .....	83
一、打浆工艺的设计 .....	83
二、实验室常用的打浆设备及其操作 .....	83
三、打浆过程中的检测 .....	86
第二节 纸页的抄造实验 .....	88
一、纸页成形系统及设备 .....	89
二、纸页抄造程序 .....	90
第三节 纸料 Zeta-电位测定 .....	91
一、测定原理 .....	91
二、应用范围 .....	92
三、样品具体要求 .....	92
四、Zeta-电位测定 .....	92
第四节 纸张施胶实验及其检测 .....	93
一、纸料准备 .....	93
二、施胶剂的准备 .....	94
三、浆内施胶的施胶方法 .....	94
四、抄片、压榨、烘干 .....	94
五、施胶效果的测试 .....	94
六、数据处理与分析 .....	95
<b>第五章 纸和纸板物理性能的检测</b> .....	<b>96</b>
第一节 纸和纸板检测的准备 .....	96
一、纸和纸板试样的采取 .....	96
二、试样的处理 .....	97
第二节 纸和纸板光学性能的测定 .....	97
一、纸和纸板白度的测定 .....	97
二、纸张不透明度和透明度的测定 .....	98
第三节 纸和纸板物理强度性能的测定 .....	99
一、纸和纸板定量的测定 .....	99
二、纸和纸板厚度的测定 .....	100
三、纸和纸板紧度和松厚度的测定 .....	101
四、纸和纸板抗张强度和伸长率的测定 .....	101
五、纸和纸板撕裂强度的测定(爱利门道夫法) .....	106
六、纸和纸板耐破度的测定 .....	109
七、纸和纸板耐折度的测定 .....	112

---

八、纸板戳穿强度的测定 .....	114
九、纸板挺度的测定 .....	116
第四节 纸和纸浆零距抗张强度的测定 .....	118
第五节 纸和纸板表面性能的测定 .....	119
一、纸和纸板平滑度的测定 .....	119
二、纸和纸板印刷表面强度的测定 .....	121
第六节 纸和纸板阻隔性的测定 .....	124
一、纸和纸板透气度的测定 .....	124
二、包装材料阻隔性的测定 .....	125
主要参考文献 .....	129
附录 .....	130
一、分析实验用标准溶液、指示剂和试液的准备 .....	130
二、常用基准物质的干燥条件和应用 .....	146
三、常用酸碱溶液的相对密度和质量分数与物质的量浓度 .....	146

# 第一章 实验学习的基础知识

分析化学在制浆造纸工业中应用十分广泛，是必不可少的。化学分析在制浆造纸工业中的任务是检查及监督各种原料的质量，检查生产过程中各工段的半成品质量，最后根据国家标准鉴定成品的等级。另外，制浆造纸用水的分析也很重要，特别是某些浆和纸，如人造丝浆、电容器纸等，对水质要求很高，如果水的质量达不到要求的标准，任何工艺上的改进，都难以生产出合格产品。制浆造纸工业废水中含有大量污染物，必须严格监测以达到排放标准。

通过制浆造纸实验的学习，运用定量分析的基本原理和方法，掌握制浆造纸厂的原材料、半成品、成品的分析检验原理与操作技术，并培养科研能力及严谨细致的工作作风和实事求是的科学态度。制浆造纸实验是制浆造纸专业学生必修的一门专业化学实验课。

## 一、化学实验的学习方法

要达到实验目的，除了有正确的学习态度外，还需要有一个良好的学习方法。现将化学实验的学习方法归纳如下。

### 1. 预习

认真预习是做好实验的前提。实验前应仔细钻研本书有关内容，必要时还需要查阅其他参考资料，以达到明确实验要求、理解实验原理、熟悉实验步骤及有关的注意事项，了解该实验所涉及仪器的使用，掌握实验数据的处理方法，解答书上提出的思考题。另外，预习时应该对整个实验做到心中有数，哪些实验应先做，哪些应后做，哪些应可安排在其他实验间隙中做，以便紧凑而又有条不紊地进行实验。

预习报告是学生在预习中，通过自己的思考，用自己的语言，简明扼要地把预习的内容记录下来。尽可能用反应式、流程图、表格等形式表达，并留出相应的空位以备记录实验现象和数据。预习报告切忌照抄书本。

### 2. 讨论

实验前指导教师会对实验内容和注意事项进行讲解或提问，播放规范的操作录像或者由教师做操作示范；实验后指导教师也经常组织课堂讨论，总结实验情况，讲解学生在实验中的表现。学生应注意倾听教师的讲解，积极参加课堂讨论。

### 3. 实验

学生在实验时应做到：

(1) 认真操作，仔细观察。对一些基本操作要反复练习，做到准确、熟练。实验中观察到的现象、测量到的数据要及时、如实地记录在实验报告本上，决不允许弄虚作假，随意修改数据。

(2) 深入思考。实验中要手脑并用，要思考实验中所观察到的现象，特别是那些与预期不同的“反常”现象。有时一次“失败”的实验，通过分析，找出产生的原因，比“一帆风顺”的实验可能会有更大的受益。



#### 4. 实验报告

做完实验后要及时地写出实验报告。实验报告是实验的总结，是将感性认识上升为理性认识的过程，所以它是实验重要的一环。实验报告应字迹端正、简明扼要、整齐清洁。实验报告的内容一般包括：实验目的、原理、步骤、现象或数据记录、现象解释或数据处理、讨论等项。

### 二、实验室安全知识

在进行化学实验时，会经常使用水、电、煤气和各种药品、仪器，如果马马虎虎，不遵守操作规程，不但会造成实验失败，还可能发生事故（如失火、中毒、烫伤或烧伤等）。下面介绍一些常用的实验室安全守则。

(1) 浓酸、浓碱具有强腐蚀性，使用时要小心，不能让它溅在皮肤和衣服上。稀释浓硫酸时，要把酸注入水中，而不可把水注入酸中，不然酸会溅起。

(2) 很多有机溶剂（如乙醇、乙醚、苯、丙酮等）易燃，使用时一定要远离火源，用后应把瓶塞塞紧，放在阴凉处。

(3) 下列实验应在通风橱内进行：

① 制备具有刺激性的、恶臭的、有毒的气体（如  $\text{H}_2\text{S}$ 、 $\text{Cl}_2$ 、 $\text{CO}$ 、 $\text{SO}_2$ 、 $\text{Br}_2$  气体等）或伴随产生这些气体的反应。

② 加热或蒸发盐酸、硝酸、硫酸。

(4)  $\text{HgCl}_2$  和氰化物有剧毒，不得误入口内或接触伤口，氰化物不能遇到酸（氰化物与酸作用放出有毒气体）。砷的化合物也有较强的毒性，不得误入口内。

(5) 用完煤气后或遇煤气临时中断供应时，应立即把煤气关闭。煤气管道漏气时，应立即停止实验，进行检查。

(6) 实验完毕后，应将手洗干净后才离开实验室。值日生和最后离开实验室的人员应负责检查水、电、气开关和门窗是否关好。

### 三、仪器的洗涤

制浆造纸实验中经常使用各种玻璃仪器和瓷器。如用不干净的仪器进行实验，往往由于污物和杂质的存在，而得不到准确的结果。因此，在进行化学实验时，必须把仪器洗涤干净。

一般，附着在仪器上的污物有尘土和可溶性物质、不溶性物质。针对这些不同污物，可以分别用下列方法洗涤：

(1) 用水刷洗。用水和试管刷刷洗，除去仪器上的尘土、可溶性物质和易脱落的不溶性物质。

(2) 用去污粉、洗衣粉和合成洗涤剂洗涤。这些洗涤剂可以洗去不易脱落的不溶性物质。若不溶性物质仍然洗不干净，可用热的碱液洗。

(3) 用洗液洗。坩埚、称量瓶、吸量管、滴定管等可用洗液洗涤，必要时可加热洗液。洗液可反复使用。洗液是浓硫酸和饱和重铬酸钾溶液的混合物，有很强的氧化性和酸性。使用洗液时，应避免引入大量的水和还原性物质（如某些有机物），以免洗液冲稀或变绿而失效。洗液具有很强的腐蚀性和毒性，用时必须注意。能用一般洗涤剂洗净的器皿，尽量不要选用洗液洗涤。

洗液的配制：将 25g 工业重铬酸钾研细，溶于 500mL 温热的工业浓硫酸中即成。

(4) 用特殊的试剂洗涤。特殊的沾污应选用特殊试剂洗涤。如仪器上沾有较多二氧化锰, 用酸化的硫酸亚铁溶液或酸溶液洗涤, 效果较好, 用酸化的稀过氧化氢溶液洗涤, 效果会更好。

已洗净的仪器壁上, 不应附着不溶物、油垢, 这样的仪器可以被水完全湿润。把仪器倒转过来, 如果水沿仪器壁流下, 器壁上只留下一层既薄又均匀的水膜, 而不挂水珠, 则表示仪器已经洗净。

已洗净的仪器不能再布或纸擦, 因为布或纸的纤维会留在器壁上弄脏仪器。

## 四、常用玻璃仪器的使用方法

### 1. 滴定管

滴定管是在滴定过程中, 用于准确测量滴定溶液体积的一类玻璃量器。滴定管一般有酸式和碱式两种。酸式滴定管的刻度管和下端的尖嘴玻璃管通过玻璃旋塞相连, 适于装盛酸性或氧化性的溶液; 碱式滴定管的刻度管与尖嘴玻璃管之间通过乳胶管相连, 在乳胶管中装有一颗玻璃珠, 用以控制溶液的流出速度。碱式滴定管用于装盛碱性溶液, 不能用来放置高锰酸钾、碘和硝酸银等能与乳胶起作用的溶液。

使用酸式滴定管时, 如果旋塞转动不灵活或漏水, 必须将滴定管平放于实验台上, 取下旋塞, 用普通滤纸将旋塞和旋塞窝擦干, 用右手指取少许凡士林, 在左手掌心上润开后, 用手指沾上少许凡士林, 在旋塞孔的两边沿圆周涂上一薄层。注意不要把凡士林涂到旋塞孔的近旁, 以免堵塞旋塞孔。把涂好凡士林的旋塞插进旋塞窝里, 单方向地旋转旋塞, 直到旋塞与旋塞窝接触处全部透明为止。涂好的旋塞转动要灵活, 而且不漏水。把装好旋塞的滴定管平放在桌上, 让旋塞的小头朝上, 然后在小头上套上一小橡皮圈(可从橡皮管上剪下一小圈)以防旋塞脱落。碱式滴定管要检查玻璃珠的大小和乳胶管粗细是否匹配, 即是否漏水, 能否灵活控制液滴。

### 2. 容量瓶

容量瓶主要用来配制标准溶液或稀释溶液到一定的浓度。

容量瓶使用前, 必须检查是否漏水。检漏时, 在瓶中加水至标线附近, 盖好瓶塞, 用一手食指按住瓶塞, 将容量瓶倒立 2min, 观察瓶塞周围是否渗水, 然后将容量瓶直立, 把瓶塞转动 180°后盖紧, 再倒立, 若仍不渗水, 即可使用。

欲将固体物质准确配成一定体积的溶液时, 需先把准确称量的固体物质置于一小烧杯中溶解, 然后定量转移到预先洗净的容量瓶中。转移时一手拿着玻璃棒, 一手拿着烧杯, 在瓶口上方慢慢将玻璃棒从烧杯中取出, 并将它插入瓶口(但不要与瓶口接触), 再让烧杯嘴紧贴玻璃棒, 慢慢倾斜烧杯, 使溶液沿着玻璃棒流下。当溶液流完后, 在烧杯仍靠着玻璃棒的情况下慢慢地将烧杯直立, 使烧杯和玻璃棒之间附着的液滴流回烧杯中, 再将玻璃棒末端残留的液滴靠入瓶口内。在瓶口上方将玻璃棒放回烧杯内, 但不得将玻璃棒靠在烧杯嘴一边。用少量蒸馏水冲洗 3~4 次, 洗出液按上述方法全部转移到容量瓶中, 然后用蒸馏水稀释。稀释到容量瓶容积的 2/3 时, 直立旋摇容量瓶, 使溶液初步混合(此时切勿加塞倒立容量瓶)后, 继续稀释至接近标线时, 等 1~2min 后用滴管逐滴加蒸馏水至弯月面恰好与标线相切(热溶液应冷至室温后, 才能稀释至标线)。盖上瓶塞, 将瓶倒立, 待气泡上升到顶部

后,再倒转过来,如此反复多次,使溶液充分混合均匀。按照同样的操作,可将一定浓度的溶液准确稀释到一定的体积。

### 3. 移液管

移液管也是用来准确量取一定体积液体的仪器,其中吸量管是带有分刻度的玻璃管,用以吸取不同体积的液体。

用移液管或吸量管吸取溶液之前,首先应该用洗液洗净内壁,经自来水冲洗和蒸馏水荡洗3次后,还必须用少量待吸的溶液荡洗内壁3次,以保证溶液吸取后的浓度不变。

用移液管吸取溶液时,一般应先将待吸溶液转移到已用该溶液荡洗过的烧杯中,然后再行吸取。吸取时,左手拿洗耳球,右手拇指及中指握住管颈标线以上的地方,管尖插入液面以下,防止吸空。当溶液上升到标线以上时,迅速用右手食指紧按管口,将管取出液面。左手改拿盛溶液的烧杯,使烧杯倾斜约 $45^\circ$ ,右手垂直地握住移液管使管尖紧靠液面以上的烧杯壁,微微松开食指,直到液面缓缓下降到与标线相切时,再次按紧管口,使液体不再流出。把移液管慢慢地垂直移入准备接受溶液的容器内壁上方。倾斜容器使它的内壁与移液管的尖端相接触。松开食指让溶液自由流下,待溶液流至管尖取出后,再停15s取出移液管,以促使残留在管壁上的溶液完全流出。但不要把15s后仍残留在管尖的溶液吹出,因为在校准移液管体积时,没有把这部分液体计算在内(如管上注有“吹”或“快吹”字样的移液管,则要将管尖的液体吹出)。

### 4. 干燥器

干燥器是存放干燥物品防止吸湿的玻璃仪器。干燥器的下部盛有干燥剂(常用变色硅胶或无水氯化钙),上置一个带孔的圆形瓷板以盛放容器,瓷板下放一块铁丝网以防盛放物下落。干燥器是磨口的,涂有一层很薄的凡士林以防止水汽进入。开启(或关闭)干燥器时,应用左手朝里(或朝外)按住干燥器下部,用右手握住盖上的圆顶朝外(或朝里)平推器盖。当放入热坩埚时,为防止空气受热膨胀把盖子顶起而滑落,应当用同样的操作,反复推、关盖子几次以放出热空气,直至盖子不再容易滑动为止。搬动干燥器时,应同时按住盖子,以防盖子滑落。使用干燥器时应注意:

(1) 保持干燥器清洁,不得存放潮湿的物品。

(2) 干燥器只在存放或取出物品时才打开,物品取出或放入后,应立即盖上。

(3) 放在底部的干燥剂,不能高于底部高度的 $1/2$ 处,以防沾污存放的物品。干燥剂失效后,要及时更换。

(4) 从干燥箱或马福炉取出的热物体不可立即放入干燥器中,否则冷却后,盖子不易打开。放入之前应先放在石棉板上,冷却一段时间,再放入。

### 5. 玻璃滤器

用硬质玻璃制成,底部为一垂熔玻璃片。此片是用玻璃粉在高温炉中烧结而成,孔径大小主要与所用玻璃粉原料的细度有关。这种滤器一般按孔径大小分有4级,见表1-1。

这种滤器虽然不耐高温,但如缓慢加热,可烧至 $500^\circ\text{C}$ 不会破裂。过滤时应借助于吸滤瓶,用水流泵或真空泵吸滤。吸滤瓶上有玻璃连接管,用一长约5cm的橡皮管套住滤器后塞入连接管中。

玻璃滤器对酸的抗蚀性很强,约等于瓷质的抗酸性。但对碱的抗蚀性较弱,因此不宜用

它过滤浓碱液。

表 1-1 玻璃滤器级别与孔径大小

级别	1G1	1G2	1G3	1G4
孔径大小/ $\mu\text{m}$	20~30	10~15	4.9~9.0	3~4

## 五、试剂及其使用

化学试剂是纯度较高的化学制品。按杂质含量的多少，通常分成 4 个等级。我国化学试剂的等级见表 1-2。

表 1-2 我国化学试剂的等级

等级	一级试剂 (优级纯试剂)	二级试剂 (分析纯试剂)	三级试剂 (化学纯试剂)	四级试剂 (实验试剂)
表示符号	GR	AR	CP	LR
标签颜色	绿色	红色	蓝色	黄色或棕色
应用范围	精密分析及科学研究	一般分析及科学研究	一般定性及化学制备	一般化学制备

在日常化学实验中，使用较多的是分析纯和化学纯试剂。根据实验的不同需求，有时还用到一些具有特殊用途的所谓高纯试剂。例如“光谱纯”试剂，其杂质的允许含量，应低于光谱分析法的检测限。“色谱纯”试剂是在最高灵敏度时以  $10^{-10}\text{g}$  以下无杂质峰来表示的。“超纯试剂”用于痕量分析和一些科学研究工作。以上这些试剂的生产、贮存和使用都有一些特殊的要求。

还有一类生物化学中经常使用的特殊试剂——生化试剂。其纯度表示与化学中一般试剂的表示方法不同。例如，蛋白质类试剂，经常以其含量表示；也可以其杂质含量表示，但需注明以何种方法（如电泳法）测得该杂质含量。再如，酶是以每单位时间能酶解多少物质来表示其纯度的，即它是以活力来表示的。

实验中应该根据节约的原则，按照实验的具体要求来选用试剂。级别不同的试剂价格相差很大，在要求不是很高的实验中使用纯度较高的试剂，就会造成很大的浪费。

固体试剂应盛放在广口瓶内，液体试剂应盛放在细口瓶或滴瓶内，见光易分解的试剂应盛放在棕色瓶内。盛碱液的试剂瓶要用橡皮塞。每个试剂瓶都应贴上标签，标明试剂的名称、浓度或纯度。

## 六、制浆造纸实验中常用基准溶液、标准溶液的配制

### (一) 基准物质的选择及常用的基准物质

#### 1. 基准物质的选择

能够作为基准物质的试剂必须是纯度为分析纯或高于分析纯的试剂，而且具有稳定、摩尔质量较高，不太易吸潮等性质。

#### 2. 常用的基准物

(1) 中和法常用的基准物质 标定酸溶液的基准物有：无水碳酸钠、硼砂、碳酸氢钠、碳酸钙、碘酸钾、草酸钠等。标定碱溶液的基准物质有：邻苯二甲酸氢钾、草酸、苯甲酸、琥珀酸等。

(2) 高锰酸钾法常用的基准物质 标定高锰酸钾溶液的基准物质有：草酸钠、草酸、草酸铵、三氧化二砷、硫酸亚铁铵等。

(3) 容量沉淀法常用的基准物质 标定硝酸银的基准物质有：氯化钠。

(4) 重铬酸钾法常用的基准物质 标定硫代硫酸钠的基准物有：重铬酸钾、碘酸钾、溴酸钾、铁氰化钾、纯铜等。

(5) 碘法常用的基准物质 标定碘的基准物质有：三氧化二砷等。

(6) 络合滴定法常用的基准物质 标定 EDTA 的基准物质有：氧化锌、锌、氯化镁等。

## (二) 基准溶液、标准溶液的配制及计算

1. 由固体基准物质配制物质的量浓度试液（初配）

欲配制浓度为  $c$  (mol/L)、体积为  $V$  (mL) 的物质的量浓度试液，应称取固体基准物质  $m$  (g)，其计算式如下：

$$m = \frac{cVM}{1000} \quad (1-1)$$

式中  $M$ ——基准物或标准物的摩尔质量，g/mol

2. 由液体试剂配制物质的量浓度试液（初配）

欲配制浓度为  $c$  (mol/L)、体积为  $V$  (mL) 的物质的量浓度试液，应量取密度为  $\rho$  (g/mL)、质量分数浓度为  $w$  (%) 的液体试剂  $V'$  (mL) 其计算式如下：

$$V' = \frac{100cVM}{1000\rho w} = \frac{cVM}{10\rho w} \quad (1-2)$$

另外，由表 1-3 中原瓶装商品液体试剂的各项参数也可求出  $V'$ 。

表 1-3 原装商品液体试剂的各项参数

试剂名称	浓度 $c$ /(mol/L)	密度 $\rho$ /(g/mL)	质量分数 $w$ /%
HCl	12	1.18~1.19	36~38
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	18	1.84	95~98
HNO <sub>3</sub>	16	1.40~1.42	65~68
HAc·2H <sub>2</sub> O	17	1.05	99.00~99.98

3. 物质的量浓度溶液的计算

基准物质  $m$  (g) (需用分析天平精确称量，单位为 g) 配制准确体积为  $V$  (mL) 的基准溶液，则基准溶液的浓度  $c$  (mol/L) 计算式如下：

$$c = \frac{1000m}{MV} \quad (1-3)$$

## (三) 标准溶液的标定计算

1. 以已知标准浓度的基准溶液 S (或标准溶液 S) 标定待定标准溶液 B，则待定标准溶液 B 的浓度  $c_B$  (mol/L) 的计算如下：

$$c_S V_S = c_B V_B$$

式中  $c_S$ ——基准溶液 (或已知标准溶液) 的浓度，mol/L

$V_S$ ——基准溶液 (或已知标准溶液) 的移取体积，mL

$V_B$ ——待标定的标准溶液的滴定体积，mL

2. 以固体基准物  $m_S$  (需用分析天平精确称量，单位为 g) 来标定待定标准溶液 B，则待定标准溶液 B 的浓度  $c_B$  (mol/L) 计算式如下：

$$c_B = \frac{1000m_S}{M_S V_B} \quad (1-4)$$

式中  $M_S$ ——基准物质 S 的摩尔质量，g/mol

## (四) 标准溶液的配制和标定

标准溶液的配制和标定见书后附录中一。

## 第二章 纤维原料的生物结构观察及化学成分分析

### 析和纸浆的化学分析

由于造纸原料种类很多，组成差别很大，不同的纤维原料，除了其化学组成有差别外，其生物结构和纤维形态也有很大差别。这些对制浆造纸生产影响很大，因此，在使用原料之前，需先对原料进行生物结构和细胞形态的观察和纤维形态测定，以了解其造纸使用价值从而做出客观的鉴定，以便更科学、更合理地用于制浆造纸生产。

为了合理地使用纤维原料，必须先分析其化学组成，并根据此制定生产工艺条件。例如，已知某种原料的纤维素含量，就可以测知它的制浆得率；已知其木素含量，就可以估计蒸煮时所需的化学药品用量；已知其半纤维素的类别与含量，就可以估计制浆时化学药品用量与成纸的透明性；已知其松香、油脂及蜡的含量，就可以判定应采用何种方法制浆。如果某种原料木素含量较高，就应加强蒸煮条件，增加蒸煮药品用量，以确保浆料质量；如果某种原料灰分含量较高，那么就不宜用来生产电气绝缘纸等。因此，植物纤维原料的分析是为了掌握纤维原料的生物结构及化学组成，了解造纸原料的特征，据此制定适宜的生产工艺条件，确保产品的质量。

### 第一节 植物纤维原料生物结构的观察和测定

目前研究造纸植物纤维原料生物结构的常用方法是光学显微镜法和电子显微镜法。两种方法的精度不同：在电子显微镜分辨率范围内的结构一般被称为超微结构，常用来进行植物纤维微细结构的研究；光学显微镜法常用来进行生物结构的观察和研究。本教材重点介绍后者，并使學生掌握相关技能和分析方法。

#### 一、植物纤维原料生物结构观察

##### (一) 试验前的准备

##### 1. 原料切片及制作

(1) 选择部分有代表性的原料试样，并切取适量（木材  $1\text{cm}^3$ ，草类等其他原料一小段）。

(2) 将试样放入沸水中煮 20~30min 后取出，放入冷水中浸泡 40~60min。将上述操作重复多次，直至将试样中的空气排净为止。对于硬度较大的试样，采用质量分数 10%~30% 氢氟酸水溶液浸泡至软化后取出，用清水清洗 1~2h。对于较软的试样，采用体积为 1+1 的甘油与酒精的溶液浸泡，进行软化。软化至剃刀能将其切割成片为止。

(3) 软化后的一般试样可以用切片器或剃刀沿横向、弦向和径向进行切片，但是有些试样，如草类一般只切横向切片。片的厚度一般约为  $10\mu\text{m}$ 。对于质地软的原料，较难进行切片操作，需要事先进行浸蜡、铸蜡后再进行切片，然后用二甲苯和不同浓度的酒精进行脱蜡。

(4) 为了便于观察，需将切片染色。常用的染色试剂为 10g/L 的番红水溶液和孔雀绿。

针叶材等试样常用前者；竹类等原料要用两者进行二重染色。10g/L 的番红水溶液是用 1g 番红、83mL 苯胺水溶液（80mL 蒸馏水、30mL 苯胺）及 10mL 95% 的酒精配置而成。

(5) 将染色后的切片脱水处理，即用浓度逐渐增加（体积分数分别为 20%、40%、60%、80%、90%、95%、100%）的酒精逐级脱水。时间随酒精浓度的增加而递减，开始为 30min，最后为 3~5min。

(6) 脱水后的试样，要在二甲苯中进行 5~10min 的透明处理。如果透明程度不够，则可用 100% 酒精再次处理，直至切片在二甲苯中达到较好的透明程度为止。

(7) 将经过透明处理的切片置于载玻片中央，切片中要含有少量二甲苯，以防空气进入，滴一滴光学树脂或加拿大胶于切片上，盖上盖玻片，并用镊子轻轻压平，贴好标签，注明原料名称及产地等，置于空气洁净处，干燥后即完成制片。

## 2. 调节显微镜

(1) 选择合适的目镜和物镜，安装好后，转动反光镜使其朝向光源，并调整光圈，使显微镜中出现明亮的视场。

(2) 将切片放在载物台上，并夹稳。

(3) 先转动粗动调节手轮，使镜筒缓缓下降，直到物镜下端靠近切片（要注意观察，千万不可撞坏切片和物镜），反向转动粗动调节手轮，使镜筒徐徐上升，同时观察切片，直到看清切片中的物像，再用微动调焦手轮往返转动，调到物像最清晰为止。

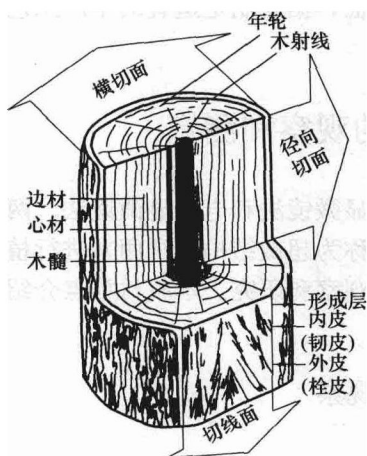


图 2-1 木材剖视图

## 3. 观察

观察时，可前后左右移动切片，选择不同位置，观察原料的生物结构。

### (二) 植物纤维原料的生物结构

以下按目前造纸工业中植物纤维原料的主要分类，扼要介绍在光学显微镜下观察到的几种具有代表性的植物纤维原料的生物结构。图 2-1 显示了能够展现基本结构的树干剖面图。

#### 1. 针叶材的生物结构

针叶材的木质部是造纸工业的主要原料。它主要由管胞、木射线管胞、木射线薄壁细胞及围成树脂道的分泌细胞组成，其中管胞约占 90%~95%，是造纸纤维细胞。图 2-2、图 2-3 及图 2-4 分别为我国东北部红松树干的横切面、弦切面及径切面。

如图 2-2 所示，在横切面上可见纵向生长的管胞横向断面。腔小、壁厚、色深的为晚材管胞；腔大、壁薄、色浅的为早材管胞。早材和晚材构成年轮。早材和晚材之间为年轮界限。沿径向生长的细胞为木射线。

如图 2-3 所示，在切线面上可见较粗大的条状细胞为管胞及被横向切断的木射线的横断面组成的一系列圆孔。

如图 2-4 所示，在径切面上较粗大的条状细胞为管

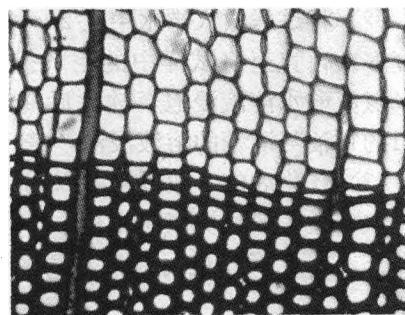


图 2-2 红松横切面

胞，横向条状细胞为木射线，两者交叉的区域被称为交叉场，在管胞的壁上可见一排排的纹孔。

针叶材中还含有较多的树脂道，在横、径切面中较大的圆孔为纵向树脂道。图 2-3 上夹在木射线中间、并使木射线形成两列或多列较大的圆形通道为径向树脂道，两者互相沟通形成了立体的树脂道网。

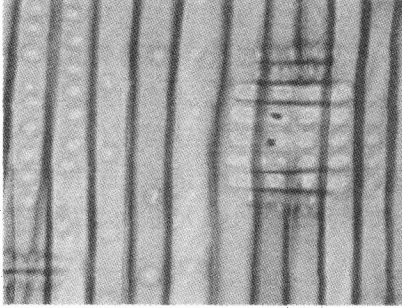


图 2-3 红松弦切面

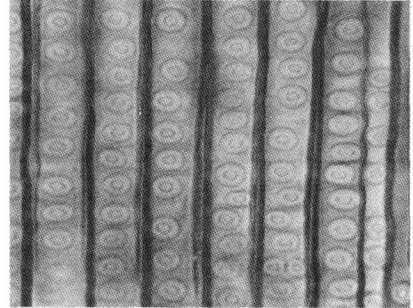


图 2-4 红松径切面

## 2. 阔叶材的生物结构

阔叶材的细胞组成要比针叶材复杂。图 2-5 和图 2-6 分别为臭椿的横切面及弦切面。从图中可见，阔叶材主要由以下几种细胞组成：

导管是阔叶木最明显的特征。在图 2-5 中可以看到大孔径的导管。阔叶木可根据导管管孔散布情况的不同，分为散孔材和环孔材。一个年轮内导管直径没有明显差别的称为散孔材；早材中导管直径较大，而晚材中导管直径明显变小，在横切面上形成环形孔状结构者为环孔材。导管的排列也有单孔式与复孔式两种。在横切面上，单孔式导管每组只有一个管孔；复孔式导管每组有两个以上的管孔。导管由许多导管分子组成，其长度一般都小于 1mm。导管两端开口，首尾相接，沿树轴方向形成许多通道，以输送树液。

木纤维是造纸用材料，约占 50%~80%。阔叶材不仅造纸用材含量比针叶材低，而且木纤维与针叶材的管胞相比又细又短，两端尖锐。在横切面上，它位于导管和条状木射线之间，呈现出四角形或多角形不规则的细胞腔和较厚的细胞壁。一般将阔叶材的木纤维分为 3 类：纹孔较大而且布满整个细胞的叫管胞，纹孔较小又较少的叫纤维管胞，纹孔不明显、没有或有横节纹，而且稀少的叫韧型木纤维。大多数阔叶材只有后两种，而桉木等少数阔叶材则 3 种都有。

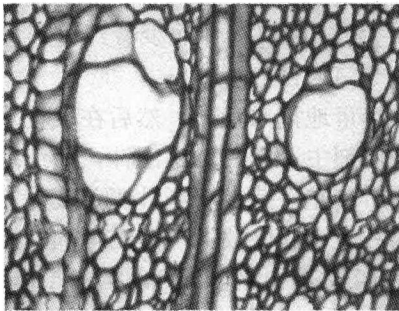


图 2-5 臭椿横切面

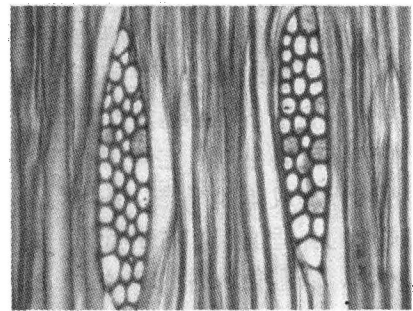


图 2-6 臭椿弦切面

木射线细胞全部为薄壁细胞。在横切面上呈现条状，弦切面上呈现多列或双列排成纺锤状圆孔、少数为单列圆孔（如山杨）。阔叶材的木射线含量较针叶材的多些，形状不太规则。



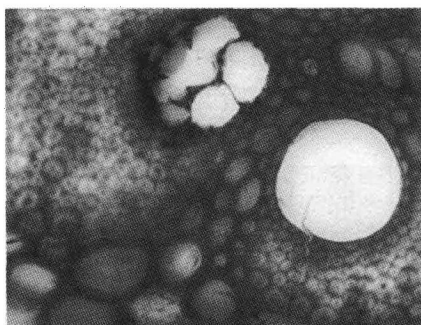


图 2-7 淡竹（花竹）横切面

种和部位而异，据此可鉴别竹种。

木薄壁细胞沿树轴纵向生长，不规则地分布于木纤维中，有的分布在年轮末端，有的在木纤维中排列成同心圆状，有的分布于导管周围。

### 3. 竹子茎秆的生物结构

图 2-7 为淡竹（花竹）横切面。竹的纤维细胞含量为 60%~70%，竹纤维细长，两端尖锐，呈纺锤状。竹子茎秆表皮组织紧密，表皮细胞多呈长方形，细胞边缘整齐，无锯齿状细胞，这可以作为鉴别竹浆和大多数草浆的依据。目前用于造纸的竹纤维全部生长在维管束中。维管束的大小、形状及数量随竹的品种

## 二、纤维原料细胞形态观察

### （一）实验前的准备

#### 1. 试片的制作步骤

（1）简单分离法：将原料切成火柴杆大小的细条，经水煮排气后，用 1+1 的冰醋酸和过氧化氢（质量分数 30%~35%），在 60℃ 下浸泡数小时，直至原料刚好分离成单根纤维后备用。

（2）硝酸-氯酸钾分离法：该方法为实验室较常用的方法。将原料切成火柴杆大小的细条，放在盛有水的小烧杯中煮约 30min 后，将水滤去，加入硝酸（商品浓硝酸与水的体积按 1+1 混合）至刚浸没原料，然后加一小撮氯酸钾，放在 60℃ 左右的水浴中进行反应。氯酸钾的加入量可控制反应的速度和程度。试样变白时，分离基本完成。取出烧杯，滤去酸液，用水洗至中性后备用。

（3）赫兹别格染色剂简称赫氏染色剂：先将 20g 无水氯化锌溶于 10mL 蒸馏水中配成饱和氯化锌溶液。再将 2.1g 碘化钾与 0.1g 碘溶于 5mL 蒸馏水，在不断搅拌下将其滴入已冷却的饱和氯化锌溶液中，并在暗处放置 24h 后，慢慢倾出部分清液，将一小片碘加入清液中，置入棕色瓶中，放在暗处 48 小时后备用。对于不同的原料用该试剂染色后可能获得的颜色深浅度不同，若过浅或过深可通过加碘液或加水来调节。

（4）用解剖针从分离的纤维试样瓶中取少许浆料，放入试管中，加水，剧烈摇动，使之全部离解成单根纤维。用 40 目铜网过滤，从铜网不同位置，用解剖针取少量纤维，放在载玻片的一端。载玻片要预先用干布擦净，放在白纸上或专门的台板上。

（5）将滤纸条小心地放在载玻片上浆料的边缘处，尽量地把水吸干，然后在载玻片的中间滴一滴赫氏染色剂，立即用解剖针挑取少量浆料到染色剂中，用一对解剖针，仔细地将已染色的浆分解成单根纤维，并均匀分布在载玻片上。然后，左手持一解剖针使盖玻片左边接触载玻片的合适位置，右手持另一解剖针支撑盖玻片的右边，慢慢放下，并使解剖针慢慢离开盖玻片，以避免试片中产生气泡。将盖好的盖玻片四周挤出的染色剂用滤纸条吸去，备用。

不同的浆料对赫氏等染色剂呈现不同的颜色，据此不仅可帮助鉴别纤维的种类，赫氏染色剂对各种纤维的呈色反应如下：破布浆纤维（棉纤维）呈酒红色，韧皮纤维（亚麻、大麻）呈暗酒红色，化学浆纤维（针叶木、阔叶木、芦苇、蔗渣、稻草、麦草、高粱秆、龙须