

化学漿快速分析法

輕工业部輕工业科学研究院制漿造紙研究所編

TS243

貴

輕工业出版社

PDG

TS743
28

化学漿快速分析法

輕工业部輕工业科学研究所制漿造紙研究所編

輕工业出版社

1958年·北京

PDG

內 容 介 紹

水份、樹脂、 α -纖維素、木素都是鑑定化學漿質量的重要指標。按照標準分析法測定各該項目，手續繁複費時，不能及時滿足生產過程中的要求。這本小冊子介紹了各該項目的快速測定法。所有這些方法都經制漿造紙研究所做過比較試驗，認為手續簡便，具有一定的準確度，可供造紙研究人員、工廠化驗人員以及有關專業院校師生參考。

化學漿快速分析法

輕工業部輕工業科學研究院制漿造紙研究所編

輕工業出版社出版

(北京東安門內白雲路)

北京市書刊出版業營業許可証出字第009號

輕工業出版社印刷廠印刷

新華書店發行

287×1692公厘 1/32·10/32 印張·1 插頁·4,900 字

1958年12月第1版

1959年12月北京第1次印刷

印數：1—5,000 定價：(10) 0.08元

統一書號：15042·623

目 录

- 一、水份快速测定法..... (4)
- 二、树脂快速测定法..... (5)
- 三、 α -纤维素快速测定法..... (6)
- 四、木素快速分析法..... (8)

一、水份快速測定法

(一) 本方法系基于測定化学浆在紅外線灯下進行干燥后所失去的重量。

(二) 装置和器皿

(1) 紅外線灯干燥箱——結構如图 1；

(2) 扁形称重瓶；

(3) 干燥器。

(三) 分析手續——精确称取 2 克磨碎的风干試样于业已恒重的扁形称重瓶中。将盖打开，放在紅外線灯下（距离灯泡 7—8 厘米）。掀开电鈕，使灯泡发亮，如此烘焙 7—8 分鐘。在烘干过程中，应不时將試样翻动 1—2 次。

烘干完毕，在灯下将称重瓶加盖。取出，置入干燥器中，冷却称重。再置入烘箱中，按上述手續，复行烘干 3 分鐘，冷却称重。如此重复施行，直至恒重为止。

按下式計算水份含量，以百分数表示之：

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

式中：G —— 扁形称重瓶重，克；

G_1 —— 烘干前称重瓶連同样品重，克；

G_2 —— 烘干后称重瓶連同样品重，克。

進行两个平行測定，取其算术平均数，計算到小数点后两位作为測定結果。

二、树脂快速测定法

(一) 测定方法是基于用乙醚溶出化学浆中树脂，从而测定其重量。

(二) 装置和器皿

(1) 电水浴；

(2) 红外线烘箱；

(3) 具有冷凝管的磨口锥形瓶。

(三) 分析手续——精确称取 3—5 克(称准至 0.0001 克)风干磨碎试样(同时另称取试样测定水份)，用预先经乙醚抽提过的定性滤纸及线包扎好(不可包得太紧)，放入容量 500 毫升具有冷凝管的磨口锥形瓶中。线的一端和一细铜丝连起，铜丝斜挂在冷凝器上端，装置如图 2。倾化学纯乙醚于锥形瓶中，至能全部浸没试样。于水浴上煮沸 2 小时。然后将铜丝提起，使试样不再浸入乙醚中，继续煮沸 10 分钟，让冷凝的乙醚沿纸包流下以便洗涤浆样。

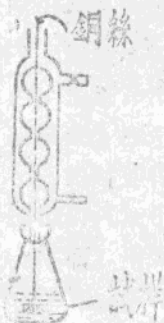


图 2

取出试样，将锥形瓶中抽出液滤入另一已恒重的抽提底瓶中。并用少量乙醚漂洗滤纸及漏斗三次，所有洗液皆集于同一底瓶中，装上冷凝器，回收大部分溶剂至快干涸为止。最后将底瓶移入红外线烘箱中，烘干 30 分钟。冷后称重。再移入烘箱，继续烘干 10 分钟。冷后称重，如此重复施行，至恒重为止。

树脂含量，按下式计算，以百分数表示之：

$$\% \text{树脂} = \frac{(G_1 - G_2) 100}{G (100 - W)} \times 100$$

式中: G_1 ——烘干恒重后盛有树脂的底瓶重, 克;

G_2 ——已恒重的底瓶重, 克;

G ——风干试样重, 克;

W ——试样水份, %。

進行两次平行測定, 取其算术平均数, 計算到小数点后两位作为測定結果。

三、 α -纖維素快速測定法

(一) 本方法系基于用重鉻酸鉀氧化用17.5%氫氧化鈉分离出的 α -纖維素, 然后再用硫酸亞鉄鉍溶液反滴定过剩的重鉻酸鉀, 根据重鉻酸鉀耗用量, 以求得 α -纖維素含量。

(二) 需用試剂及溶液

(1) 17.5%氫氧化鈉溶液;

(2) 重鉻酸鉀溶液 (90克/升);

(3) 硫酸亞鉄鉍溶液——溶解 159.9 克化学純 $\text{Fe} \cdot \text{SO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 于含有 5 毫升 10% 硫酸的水中。俟全溶后, 加水稀釋至成为 1,000 毫升;

(4) 72% 硫酸溶液;

(5) 4% 氫氧化鈉溶液

(6) 高鉄氰化鉀指示剂溶液——溶解 1 克化学純高鉄氰化鉀于 500 毫升水中。

(三) 分析手續——精确称取 1 克磨碎試样 (称准至 0.0001 克) 于容量 100 毫升燒杯中 (同时另称取試样測定水份), 加入 25 毫升 17.5% 氫氧化鈉溶液, 攪和均匀, 于 20°C 水浴中放

置30分鐘。用1G1玻璃濾器緩緩吸濾。集濾液于一潔淨試管中，如現混濁，則應重復過濾，直至能得清澈濾液為止。

將試管自吸濾瓶中移出。用50毫升4%氫氧化鈉溶液分數次漂洗殘渣。再用300毫升蒸餾水分數次漂洗，每次取用少量水。吸干濾液，用玻棒將殘液渣移入原燒杯中，加入30毫升72%硫酸溶液，攪和至全溶後，移入容量100毫升量瓶中。用72%硫酸漂洗燒杯，所有洗液亦傾入量瓶中。最後用72%硫酸稀釋至其刻度，搖勻。

用吸移管吸取10毫升上述配制溶液于容量250毫升燒杯中。由滴定管中準確注入10毫升重鉻酸鉀溶液，再加入60毫升72%硫酸，煮沸5分鐘。稍冷後，移入冰浴中冷卻之。然後由滴定管中滴入硫酸亞鐵銨溶液至溶液開始現亮綠色時，用玻棒移出一滴溶液于白磁盤中，再在液滴附近滴一滴高鐵氰化鉀指示劑液，用玻棒使二者混和，如現綠色，即為終點已達。記錄所加入硫酸亞鐵銨溶液量(A)。

同時進行空白試驗，為此可由滴定管中準確放出10毫升重鉻酸鉀溶液于盛有10毫升已用硫酸酸化的蒸餾水燒杯中。按上述手續，用硫酸亞鐵銨溶液滴定之，并用高鐵氰化鉀溶液為外指示劑。由此計算1毫升重鉻酸鉀溶液相當于若干毫升硫酸亞鐵銨溶液(B)。

再用0.1N KMnO_4 標準溶液校準硫酸亞鐵銨溶液濃度。為此可用滴定管中準確放出25毫升硫酸亞鐵銨溶液于容量100毫升量瓶中，加水稀釋至其刻度，搖勻。用吸移管吸取25毫升此溶液于燒杯中，由滴定管中滴入0.1N過錳酸鉀標準溶液至恰現微紅色。由此計算硫酸亞鐵銨溶液當量濃度(N)。

◀—纖維素含量按下式計算，以百分數表示之：

$$\alpha\text{-纖維素}\% = \frac{(10B - A) N \times 0.00675 \times 10 \times 100}{G(100 - W)} \times 100$$

式中：G——試樣重，克；

W——試樣水份；

0.00675——与1毫升1NK₂Cr₂O₇溶液相当的纖維重，克。

進行两个平行測定，取其算术平均数，計算到小数点后两位作为測定結果。

四、木素快速分析法

(一)本方法系基于化学浆在一定条件下溶于76%硫酸中，溶液即現棕色，其深淺是和木素含量成正比的。因此就可利用光电比色法測定其光密度，从而求得其木素含量。

(二)装置和器皿

- (1) 光电比色計，附藍色滤光片及容量5毫升比色槽；
- (2) 能調节溫度的恒溫水浴；
- (3) 真空泵；
- (4) 具有冷凝管的磨口錐形瓶；
- (5) 紅外線烘箱。

(三)需用試剂及溶液

- (1) 苯—醇混合液(1:1)；
- (2) 76%硫酸溶液。

(四)分析手續

(1) 校准曲線的繪制——選擇含不同量木素的亚硫酸盐浆及硫酸盐浆，先用标准分析法分別測定其中木素百分含量。再按照快速法分別測定其溶于76%硫酸中的光密度，然后以木素百分含量为橫座标，光密度为縱座标，分別繪制成两种浆的校准曲線(图3,4)。

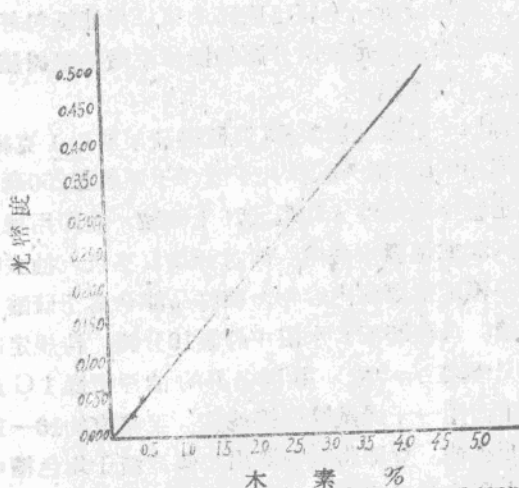


图3 亚硫酸盐浆木素含量与光密度校准曲线

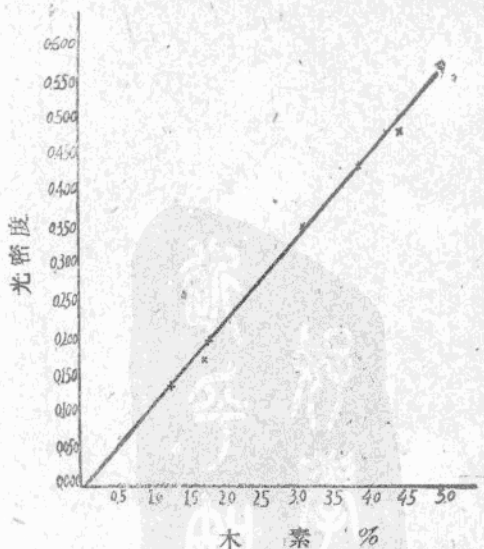


图4 硫酸盐浆木素与光密度校准曲线

(2) 样品分析——将已磨碎的浆样用滤纸包好，并用线扎牢，按树脂快速测定法所介绍的操作手续抽提树脂，再移入红外线烘箱中烘至绝干。

精确称取一定量脱脂浆样(亚硫酸盐浆取用1克绝干试样，硫酸盐浆取用0.5克绝干试样)于洁净干燥容量250毫升吸滤瓶中。由滴定管中迅速注入70毫升76%硫酸，立即用橡皮塞将瓶塞紧。置入25°C恒温水浴中。同时开动真空泵，抽去吸滤瓶中空气，并不停地摇荡瓶内容物，使样品能全溶于硫酸中。如此摇荡4分钟。再在25°C，水浴中静置10分钟。待规定时间到达后，借助于真空泵，立即用准备好的洁净干燥1G1滤器过滤。滤器下面用一干燥试管盛接滤液。至集有约10--15毫升滤液时，停止吸滤。立即将试管取出，倾滤液于比色槽中，于光电比色计中测定其光密度，再根据校准曲线求得木素百分含量。

新學
新學
新學

統一書號：15042·523

定價： 0.08元

PDG