

中华人民共和国纺织行业标准

粘胶纤维用木浆粕 多戊糖的测定

FZ/T 50010.12—1998

Wood pulp board for viscose fiber
—Determination of pentosan content

994471

1 范围

本标准规定了粘胶纤维用木浆粕多戊糖的测定方法。
本标准适用于各种粘胶纤维用木浆粕。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 8170—1987 数值修约规则

FZ/T 50010.1—1998 粘胶纤维用浆粕 取样方法

FZ/T 50010.2—1998 粘胶纤维用浆粕 水分的测定

3 原理

将粘胶纤维木浆粕与 12% 的盐酸共同加热,使木浆粕中的多戊糖转为糠醛,并用容量法测定蒸馏出来的糠醛,再计算多戊糖含量。

4 试剂

分析时只使用分析纯试剂,并只使用蒸馏水或无离子水。

4.1 12% 盐酸 量取 307 mL 盐酸(密度 1.19 g/mL)加入水中,并稀释至 1 000 mL,加酸或水,调节温度为 20℃ 时,其密度为 1.057 g/mL。

4.2 溴化钠-溴酸钠混合液:称取溴酸钠 2.5 g 及溴化钠 12 g(或称取 2.8 g 溴酸钾及 15 g 溴化钾)溶解于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

4.3 硫代硫酸钠标准溶液 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.4 10% 碘化钾溶液 称 10 g 碘化钾溶于 100 mL 水中。

4.5 乙酸苯胺溶液 量取 1 mL 新蒸馏的苯胺于小烧杯中,加入 9 mL 冰醋酸搅拌均匀。

4.6 1 mol/L 氢氧化钠溶液 称取 2 g 氢氧化钠溶于 50 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。

4.7 0.5% 淀粉溶液 称取 0.5 g 可溶性淀粉,溶于 100 mL 水中,煮沸,冷却后备用。

4.8 0.1% 酚酞指示剂 称取 0.1 g 酚酞溶于 100 mL 乙醇(50%)中。

4.9 氯化钠

糠醛被蒸馏完毕后,将馏出液移入 500 mL 容量瓶中,用少量 12% 的盐酸漂洗锥形瓶两次。将全部洗液倒入容量瓶中,然后加入 12% 的盐酸至刻度,塞紧摇匀。

用移液管吸取 200 mL 馏出液,置于 1 000 mL 带有磨口玻璃塞的锥形瓶中,加入 250 g 用蒸馏水制成的碎冰,当锥形瓶中溶液的温度降至 0℃ 时,用移液管准确加入 25 mL 溴化钠-溴酸钠溶液。迅速塞紧瓶塞,放置暗处 5 min(准确计时),此时溶液温度应保持在 0℃。

到达 5 min 后,加入 10 mL 10% 碘化钾溶液于锥形瓶中,塞紧瓶塞、摇匀,放置 5 min,用硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定析出的碘,至溶液呈淡黄色时,加入 2~3 mL 0.5% 的淀粉溶液,继续滴定至蓝色消失为止。

另吸取 200 mL 12% 盐酸,按同样步骤进行空白试验。

7.2 四溴化法

蒸馏及配制试样溶液的步骤与二溴化法完全相同。

用移液管从容量瓶中吸取 200 mL 馏出液,置于 500 mL 带有磨口玻璃塞的锥形瓶中,加入 25 mL 溴化钠——溴酸钠溶液,迅速塞紧瓶塞,在暗处和温度为 20~25℃ 的室温下静置 1 h。

然后,加入 10 mL 10% 碘化钾溶液于锥形瓶中,塞紧瓶塞、摇匀,放在暗处和温度为 20~25℃ 的条件下静置 5 min,再用硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定析出的碘,至溶液呈淡黄色时,加入 2~3 mL 0.5% 的淀粉溶液,继续滴定至蓝色消失为止。

另取 200 mL 12% 的盐酸,按同样步骤进行空白试验。

8 结果计算

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times A \times M \times 500}{200W} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$X_2 = 1.375X_1 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_1 ——糠醛含量, %;

X_2 ——多戊糖含量, %;

1.375——糠醛换算成多戊糖的理论因素;

A ——与 1 mL 1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液相当的糠醛量,二溴化法 $A=0.048$;四溴化法 $A=0.024$;

V_1 ——空白试验时硫代硫酸钠标准溶液消耗量, mL;

V_2 ——滴定试样时硫代硫酸钠标准溶液消耗量, mL;

M ——硫代硫酸钠标准溶液之物质的量浓度, mol/L;

W ——绝干试样质量, g。

9 精密度和允许误差

二溴化法和四溴化法都应进行平行试验,取其平均值为测定结果,计算到小数后三位按 GB/T 8170 规定修约到小数后两位。平行误差不应超过 0.040%。

10 试验报告

10.1 样品来源及名称。

10.2 本标准编号及所用的溴化方法。

10.3 试验结果。

10.4 试验过程中观察到的任何异常现象。



前 言

反应性能是粘胶纤维用浆粕的一个综合性质量指标,在制定 FJ/T 517—1982《粘胶纤维棉浆粕》时已参照当时的苏联方法制定了反应性能试验方法,并列入该标准中。

本次对 FJ/T 517—1982 进行修订时,试验方法部分单独制定标准,并形成系列。反应性能试验方法是其系列之一。

从多年的使用情况及本次修订所做的验证试验看,FJ/T 517—1982 规定的方法重现性和再现性较差,而目前又没有研究出更科学、合理、重现性和再现性更好的试验方法(含国内、外)。因此,本次修订时,在 FJ/T 517—1982 的基础上,仅按 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第3部分:产品标准编写规定》要求作了少量修改,使其更科学、合理。

本标准自 1999 年 7 月 1 日起实施。

本标准由原中国纺织总会提出。

本标准由上海化学纤维(集团)有限公司归口。

本标准起草单位:上海化学纤维(集团)有限公司、湖北化纤集团有限公司。

本标准主要起草人:魏国、孙丽珠、夏静波。

10.5 本标准及引用标准中未规定的操作或认为是任选的可能影响结果的操作。

10.6 试验日期等。

5 仪器

一般实验室仪器及

5.1 糠醛蒸馏装置(如图1),其组成如下:

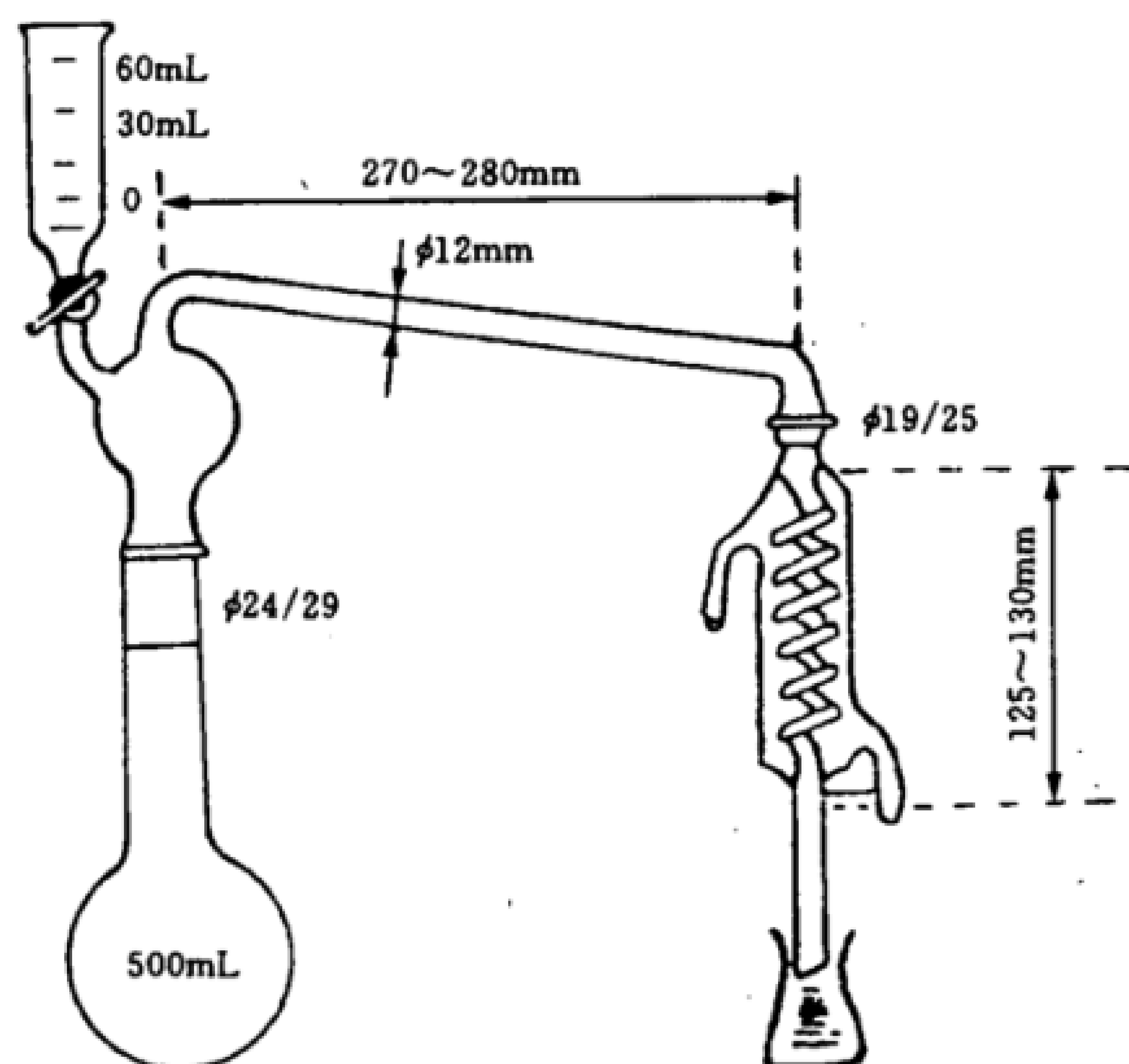


图 1

- 5.1.1 圆底烧瓶 500 mL
- 5.1.2 滴液漏斗 具有 30 mL 间隔刻度
- 5.1.3 蛇形冷凝器
- 5.1.4 带刻度锥形瓶 500 mL
- 5.2 容量瓶 500 mL
- 5.3 具有磨口玻璃塞的锥形瓶 500, 1 000 mL。
- 5.4 移液管 25, 100 mL。
- 5.5 滴定管 50 mL。

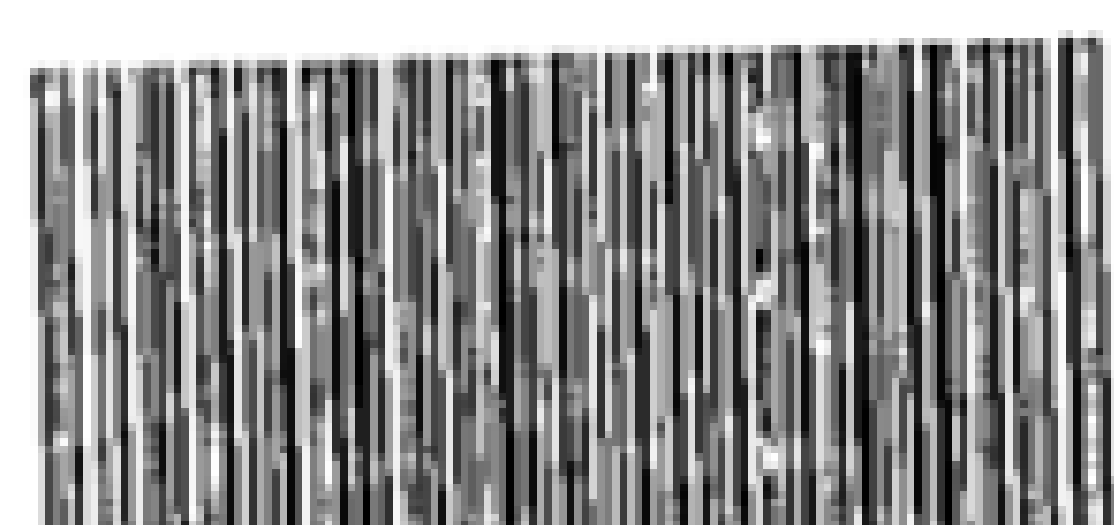
6 试样制备

从按 FZ/T 50010.1 规定制备的已调湿平衡的试样中,取约 15 g 作多戊糖和分析水分用。

7 试验步骤

7.1 二溴化法

精确称取一定量(多戊糖含量高于 10% 时称 0.5 g, 低于 10% 时称 1 g)的试样(准确至 0.000 1 g), 置于洁净、平滑的纸上(同时另称两份按 FZ/T 50010.2 规定测定分析水分),再将其移入 500 mL 圆底烧瓶中,加入 10 g 氯化钠、100 mL 12% 的盐酸。装上冷凝器及滴液漏斗,漏斗中盛有一定量的 12% 盐酸。调节烧瓶下万能电炉的温度,或用调压器控制电炉温度,使烧瓶内容物沸腾并控制蒸馏速度为每 10 min 馏出 30 mL 馏出液。此后,每当馏出 30 mL 馏出液,即从滴液漏斗中加入 30 mL 12% 盐酸于烧瓶中。至总共蒸馏出 300 mL 馏出液后,用乙酸苯胺溶液检验糠醛是否被蒸馏完全。为此,用一试管从冷凝器的下端集取 1 mL 馏出液,加入 1~2 滴酚酞指示剂,滴入 1 mol/L 氢氧化钠溶液中和至恰现微红色,然后加入 1 mL 新配制的乙酸苯胺溶液,放置 1 min 后,如现红色,则证实糠醛尚未被蒸馏完毕,仍须继续蒸馏;如不现红色,则表示已被蒸馏完毕。



前 言

本标准非等效采用 Tappi 223 cm—1984《纸浆的多戊糖》。其蒸馏部分与 Tappi 223 相同,不同点是:糠醛含量 Tappi 采用比色法测定,本标准根据我国具体情况采用容量法测定。

本标准同时列入了二溴化法和四溴化法两种方法,供选择使用。两种方法之间的误差在允许误差范围之内。

本标准自 1999 年 7 月 1 日起实施。

本标准由原中国纺织总会提出。

本标准由上海化学纤维(集团)有限公司归口。

本标准起草单位:开山屯化纤浆厂。

本标准主要起草人:张继华。

www.bzxz.net

免费标准下载网