

造纸原料果胶含量的测定

Raw fiber material—Determination of pectin content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了造纸原料中果胶含量的测定方法。

本标准适用于各种造纸原料中果胶含量的测定。

本标准提供了两种测定果胶含量的方法,即重量法与分光光度法,两种测定方法具有同等效力。

2 引用标准

GB 2677.1 造纸原料分析用试样的采取

GB 2677.2 造纸原料水分的测定

3 测试方法之一——重量法

3.1 原理

用草酸铵溶液抽出原料中的果胶物质,再加入含有盐酸的乙醇,使果胶从抽出液中分出。然后用氢氧化铵溶解所得的果胶物质,再加入氢氧化钠使所有果胶物质皆被水解,变成可溶性的果胶酸盐。最后用氯化钙沉淀为果胶酸钙。根据果胶酸钙含量的多少,以确定果胶物质含量。

3.2 试剂

3.2.1 苯醇混合液:量取 33 体积的乙醇和 67 体积的苯混合而成。

3.2.2 1%草酸铵溶液:称取 5 g 草酸铵溶于水中,再加水稀释至成为 500 mL。

3.2.3 0.5%草酸铵溶液:称取 2.5 g 草酸铵溶于水中,再加水稀释至成为 500 mL。

3.2.4 氢氧化铵

3.2.5 含有盐酸的乙醇溶液:量取 1 000 mL 乙醇,加入 11 mL 盐酸($\rho_{20}=1.19$ g/mL)混合均匀。

3.2.6 含有盐酸的乙醇溶液:量取 1 000 mL 乙醇,11 mL 盐酸($\rho_{20}=1.19$ g/mL)及 250 mL 水,混合均匀。

3.2.7 0.1 M 氢氧化钠溶液:称取 4 g 氢氧化钠溶于水中,再加水稀释至成为 1 000 mL。

3.2.8 1 M 乙酸溶液:量取 29 mL 冰乙酸(99%~100%),加水稀释至成为 500 mL。

3.2.9 1 M 氯化钙溶液:称取 110 g 无水氯化钙溶于水中,再加水稀释至成为 1 000 mL。

3.3 仪器 实验室常用仪器及

3.3.1 索氏抽提器。

3.3.2 500 mL 带回流冷凝器的锥形瓶。

3.4 试样的采取及处理

按 GB 2677.1 的规定进行。

3.5 试验步骤

精确称取 1 g(称准至 0.000 1 g)试样,同时另称取试样按 GB 2677.2 测定水分,用定性滤纸包好,

并用线扎住,放入抽提器中。加放适量苯醇混合液,置沸水浴上抽提 3 h。将试样取出风干,移入容量 500 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 1% 草酸铵溶液,装上回流冷凝器,放在沸水浴中加热 3 h。用倾泻法滤出抽出液,尽量保留残渣于锥形瓶中,勿使流入滤纸,再加 100 mL 0.5% 草酸铵溶液于锥形瓶中装上回流冷凝器,重新置入沸水浴中,加热 3 h。用上次所用之滤纸,滤出抽出液。再用热水洗涤残渣及滤纸 3 次,合并两次所得滤液及洗液,于容量 500 mL 烧杯中,置水浴上蒸浓至约为 70~80 mL,移入 100 mL 容量瓶,加水至刻度摇匀。移取 25 mL 此溶液于 500 mL 烧杯中,然后在不断搅和下,徐徐加入 90 mL 含有盐酸的乙酸溶液。静置过夜,过滤。用洗液(3.2.6)洗涤沉淀出的果胶物质,至洗液不含草酸盐为止(移取 1 mL 洗液于试管中,加入 1 mL 含有少量乙酸钠的氯化钙溶液,如不显混浊,则表示不含草酸盐)。

注:如果原料果胶含量高,称样量可减少至 0.2 g。

倾 50 mL 热氢氧化铵溶液(50 mL 沸水与 1 mL $\rho_{20}=0.90$ g/mL 氢氧化铵混合而成)于滤纸上,放入另一小烧杯中,加入 25 mL 稀氢氧化铵溶液(100 mL 水中含有数滴 $\rho_{20}=0.90$ g/mL 的氢氧化铵),煮沸数分钟,过滤后再倾少量热水,于盛有滤纸的烧杯中,煮沸数分钟,过滤。如此重复 2~3 次。集所有滤液于原进行沉淀的烧杯中,加入 100 mL 0.1 M 氢氧化钠溶液,用玻璃棒搅匀,静置 12 h。

加入 50 mL 1 M 乙酸溶液,搅匀静置 5 min 后,加入 50 mL 1M 氯化钙溶液,搅匀,静置 1 h 后,煮沸 5 min。趁热时滤经已恒重的滤纸,以热水洗涤至洗涤水不含氯化物。然后将带有沉淀的滤纸,置入扁形称量瓶中,移入烘箱,于 105 ± 3 °C 烘干至恒重。

3.6 结果计算

原料中果胶含量 X , %,按式(1)计算结果:

$$X = \frac{(G_1 - G) \times 100}{25W} \dots\dots\dots (1)$$

式中: G ——已恒重滤纸重, g;

G_1 ——烘至恒重后滤纸连同残渣重, g;

W ——绝干试样重, g。

取 2 次测定结果的算术平均值,精确到第二位小数,两次测定值间误差不应超过 0.10%。

4 测定方法之二——分光光度法

4.1 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醇氧化为甲醛,甲醛再与品红-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。

4.2 试剂

4.2.1 苯醇混合液:量取 33 体积的乙醇和 67 体积的苯混合而成。

4.2.2 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($\rho_{20}=1.84$ g/mL),冷后,加水稀释至成为 200 mL。

4.2.3 10%氢氧化钠溶液:称取 10 g 氢氧化钠溶于 90 mL 水中。

4.2.4 5%高锰酸钾溶液:称取 5 g 高锰酸钾溶于 95 mL 水中。

4.2.5 8%草酸溶液:称取 8 g 草酸溶于 92 mL 水中。

4.2.6 品红-二氧化硫溶液:称取 1.0 g 碱性品红及 12 g 化学纯亚硫酸钠于烧杯中,加入 500 mL 水,搅和至全溶,然后加入 8.5 mL 盐酸($\rho_{20}=1.19$ g/mL),再加水稀释至成为 1 000 mL,和匀贮于棕色试剂瓶中备用,此溶液有效时间为一个月。

4.2.7 甲醇标准溶液:由滴定管中,准确放出 12.67 mL 甲醇于容量 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至

刻度,摇匀。

用移液管移取 50 mL 所配制的甲醇溶液于 500 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀后作为甲醇标准溶液。1 mL 此溶液含有 1 mg 甲醇。

注:甲醇的 $\rho_{20}=0.7912\text{ g/mL}$,因此 12.67 mL 相当 10 g 甲醇。

4.3 仪器 实验室常用仪器及

4.3.1 索氏抽提器。

4.3.2 分光光度计。

4.3.3 光电比色计,配备绿色滤光片。

4.4 试样的采取和制备

按 GB 2677.1 的规定进行。

4.5 试验步骤

4.5.1 标准曲线的绘制

4.5.1.1 空白参比溶液

在测定试样的同时,进行空白试验,按照测定试样时所采用的相同的试验步骤于使用相同数量的所有试剂,但不放试样。

4.5.1.2 标准比色溶液的制备

分别向六个 50 mL 容量瓶中,按下表列出的体积加入标准甲醇溶液,然后依次分别加入 3.0,2.5,2.0,1.5,1.0,0mL 水,使每个容量瓶中的溶液总量皆为 3 mL。再各依次加入 1 mL 乙醇-硫酸混合液、1 mL 5%高锰酸钾溶液,摇匀。静置 2 min 后,各加入 1 mL 8%草酸溶液,1 mL 浓硫酸($\rho_{20}=1.84\text{ g/mL}$),摇匀,立即加入 5 mL 品红-二氧化硫溶液,塞紧瓶塞,摇匀。放置 1 h,并不时摇荡。最后加水稀释至刻度,摇匀后进行吸收值的测量。

| 甲醇标准溶液, mL | 相当 CH ₃ OH 质量, mg |
|------------|------------------------------|
| 0(空白参比溶液) | 0 |
| 0.50 | 0.50 |
| 1.00 | 1.00 |
| 1.50 | 1.50 |
| 2.00 | 2.00 |
| 3.00 | 3.00 |

4.5.1.3 吸收值的测量

用分光光度计于波长 530 nm 或用配有绿色滤光片的光电比色计,用空白参比溶液调节仪器的吸收值为 0,然后分别测定其吸收值。

4.5.1.4 绘制曲线

例如,以甲醇的质量(mg)为横坐标,以相应的吸收值为纵坐标绘制成标准曲线。

4.5.2 试样的测试

4.5.2.1 试样的处理

精确称取 1~2 g(称准至 0.0001 g)试样(同时另称试样按 GB 2677.2 测定水分),用定性滤纸包好,并用线扎住,放入索氏抽提器中,加入苯醇混合液,置沸水浴上抽提 8 h,将试样取出,风干。移入 100 mL 蒸馏瓶中,加入 40 mL 水,加热至蒸馏瓶中仅剩有 20 mL 水为度(预先在瓶壁于 20 mL 处划一刻度)。趁热加入 5 mL 10%氢氧化钠溶液,放置 5 min。加 2.5 mL 硫酸溶液(1:4),加热蒸馏至馏出液恰

为 16.2 mL(预先在瓶壁 16.2 mL 处划一刻度)。将馏出液移入另一蒸馏瓶中,加入 10%的氢氧化钠溶液及 1%的硝酸银溶液各 5 滴,再加热蒸馏,至馏出液恰为 10 mL(预先在瓶壁 10 mL 处划一刻度)。再将馏出液移入另一蒸馏瓶中,再按上法加热蒸馏,收集馏出液 6 mL,于已知质量的称量瓶中(预先在瓶壁 6 mL 处划一刻度),再行称量,由此求得 6 mL 馏出液的质量。

4.5.2.2 试验溶液的制备

用于移液管,自称量瓶中移取 3 mL 馏出液于 50 mL 容量瓶中,完全按标准比色溶液的制备方法(4.5.1.2),制备试验溶液。

4.5.2.3 测定吸收值

倾出一定量试验溶液(4.5.2.2)于 1 cm 比色皿中,用空白参比溶液调节仪器的吸收值为 0 以后,按 5.1.3 的规定,测定试验溶液的吸收值。

4.6 结果计算

试样的果胶含量 X ,%,按式(2)计算:

$$X = \frac{m \cdot G \times 10 \times 1\,000}{3W} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m ——由标准曲线(4.5.1.4)所查得出甲醇量,mg;

G ——6 mL 馏出液的质量,g;

W ——绝干试样的质量,g;

10——甲醇换算为果胶的换算因数。

取二次测定结果的算术平均值,精确到第二位小数,二次测定值间误差不应超过 0.10%。

附加说明:

本标准由中华人民共和国轻工业部提出。

本标准由轻工业部造纸工业科学研究所归口、起草。

自本标准公布之日起原 QB 108—61《造纸原料果胶含量的测定》作废。