

《纸浆 氯耗量（脱木素程度）的测定》国家标准

编制说明（征求意见稿）

一、工作简况

1、基本情况说明

在制浆过程中，不论采用何种制浆方法和漂白方法，大都伴随着木素的脱除和木素化学结构的变化，因此，木素含量的测定是造纸工业的基础分析项目之一。木素含量的测定，对于评价制浆造纸原料和制浆造纸工艺过程的优化及机理研究都具有重要的意义。

通过测定纸浆氯消耗量来评价纸浆脱木素程度，与GB/T 1546《纸浆 卡伯值的测定》给出的在规定条件下测量高锰酸钾消耗量来确定纸浆脱木素度的方法有一定关系。与该方法不同的是，氯耗量测定方法的优点是不同于得率低于60%的纸浆。

实验表明，纸浆卡伯值与纸浆中木素含量并无明确的关系，这种关系是随木材种类和脱木素过程而改变的。除木素外，所有能被高锰酸钾氧化的化合物都会增加高锰酸钾的消耗量，导致卡伯值增大，如欲用卡伯值表明纸浆的木素含量，需要针对不同的浆种分别建立特定的关系式，非常繁琐。而氯消耗量与纸浆的总木质素含量之间存在线性关系。这种关系与纸浆制造中使用的方法无关。测定纸浆的氯耗量，是一种间接表示木素含量大小的方法，可适用于各种纸浆。

2、任务来源

2024年国家标准化管理委员会批准下达该标准制定计划项目，计划项目号：20242653-T-607。

3、编制过程

2024年8月，该项目计划下达后立即成立了起草小组；

2024年9月～10月，开展前期调研及标准验证样品征集准备工作；

2024年11月，标准起草小组对国际标准ISO 3260:2015进行翻译、校对，完成标准译文，并按照GB/T 1.1—2020要求完成工作组讨论稿；

2024年12月～2025年1月，起草小组进行试验验证工作；

2025年3月～5月，对试验数据进行整理分析，并根据试验数据完善标准征求意见稿。

二、国家标准编制原则和确定国家标准主要内容的依据

1、编制原则

本文件按 GB/T 1.1—2020 给出的规则起草，技术内容在原标准、试验验证数据及企业意见的基础上修订而成。

2、适用范围

本文件描述了一种通过测定纸浆氯耗量来评价纸浆脱木素程度的方法。

本文件所描述的方法适用于各种纸浆。

3、本文件与ISO 3260：2015的主要差异对比

a) 用规范性引用的GB/T 462替换了ISO 638（见8.1），以适应我国的技术条件；

b) 增加了规范性引用文件GB/T 6682，以适应我国的技术条件；

c) 用“恒温磁力搅拌器或集热式磁力搅拌器”代替“磁力搅拌器”和“恒温水浴锅”（见6.3），以适应我国的技术条件。

三、主要试验（或验证）的分析、综述报告，技术经济论证

纸浆氯耗量测定国际标准为ISO 3260：2015《纸浆 氯耗量的测定（脱木素程度）》，我国现行国家标准GB/T 2678.3—1995是基于ISO 3260：1982进行起草的。鉴于我国纸浆原料种类多，特别是近年来由于原料紧缺，得率在60%以上半化学浆、高得率化学浆得到快速发展，使用纸浆氯耗量来评价纸浆脱木素程度具有更好的适用及推广可行性。因此，为保持与国际标准的一致性，本文件参考ISO 3260：2015标准进行修订，对国内造纸行业生产过程中制浆工艺控制具有重要的意义。

（1）针对我国纸浆结构特点，本标准征集了木材化学法制浆各工序浆料、非木材（蔗渣）化学法制浆各工序、高得率化学本色浆等11种浆料，进行验证试验，结果如下：

表 1 11 种纸浆氯耗量的测定结果 ($c=0.2 \text{ mol/L}$)

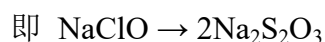
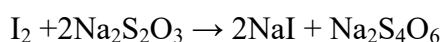
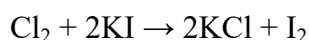
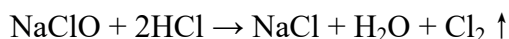
纸浆种类		绝干质量	V_1/mL	V_1 均值/ mL	V_2/mL	$r(V_1/V_2)$	f	氯耗量/%	标准差/%
蔗渣浆	未漂浆	0.45	43.50	43.60	43.98	0.99	1.00	0.76	0.1840
		0.45	43.70		43.98	0.99	1.00	0.44	
		0.45	43.70		43.98	0.99	1.00	0.44	
		0.45	43.50		43.98	0.99	1.00	0.76	
	氧脱浆	0.45	43.70	43.97	43.98	0.99	1.00	0.43	0.2878
		0.45	44.10		43.98	1.00	1.00	-0.20	
		0.45	44.07		43.98	1.00	1.00	-0.15	
		0.45	44.01		43.98	1.00	1.00	-0.05	
	D_0	0.45	43.90	44.13	44.50	0.99	1.00	0.94	0.3494
		0.45	44.40		44.50	1.00	1.00	0.16	
		0.45	44.00		44.50	0.99	1.00	0.79	
		0.45	44.20		44.50	0.99	1.00	0.47	
	E_{op}	0.46	43.50	43.81	43.98	0.99	1.00	0.74	0.3944
		0.46	43.75		43.98	0.99	1.00	0.35	
		0.46	43.90		43.98	1.00	1.00	0.12	
		0.46	44.10		43.98	1.00	1.00	-0.19	
化学木浆	未漂浆	0.45	42.90	43.15	43.98	0.98	1.01	1.70	0.3296
		0.45	43.40		43.98	0.99	1.00	0.91	
		0.45	43.10		43.98	0.98	1.01	1.38	
		0.45	43.20		43.98	0.98	1.00	1.22	
	未漂浆	0.45	43.50	43.56	43.98	0.99	1.00	0.74	0.0752
		0.45	43.60		43.98	0.99	1.00	0.59	
		0.45	43.60		43.98	0.99	1.00	0.59	
		0.45	43.55		43.98	0.99	1.00	0.67	
	氧脱浆	0.46	43.30	43.34	43.98	0.98	1.00	1.04	0.3871
		0.46	43.15		43.98	0.98	1.00	1.28	
		0.46	43.70		43.98	0.99	1.00	0.42	
		0.46	43.20		43.98	0.98	1.00	1.20	
	D_0	0.45	44.30	44.30	43.98	1.01	1.00	-0.51	0.3393
		0.45	44.50		43.98	1.01	1.00	-0.82	
		0.45	44.40		43.98	1.01	1.00	-0.67	
		0.45	44.00		43.98	1.00	1.00	-0.04	
	E_{op}	0.45	44.20	44.03	44.50	0.99	1.00	0.47	0.8811
		0.45	44.30		44.50	1.00	1.00	0.31	
		0.45	43.20		44.50	0.97	1.01	2.06	
		0.45	44.40		44.50	1.00	1.00	0.16	
	D_1	0.46	44.30	44.36	43.98	1.01	1.00	-0.50	0.3034
		0.46	44.65		43.98	1.02	1.00	-1.04	
		0.46	44.20		43.98	1.01	1.00	-0.35	
		0.46	44.30		43.98	1.01	1.00	-0.50	
UKP浆		0.45	40.40	40.01	43.98	0.92	1.02	5.81	0.3876
		0.45	40.62		43.98	0.92	1.02	5.44	
		0.45	39.70		43.20	0.92	1.02	5.69	
		0.45	39.30		43.20	0.91	1.02	6.36	

根据标准规定,称取0.5 g样品,硫代硫酸钠标准溶液浓度为0.2 mol/L。试验结果显示,对于化学浆,不论是木浆还是非木浆,由于脱木素程度高,测试样品 V_1 值与空白样 V_2 值很接近,平均差值最小的只有0.01 mL(如非木蔗渣浆中的氧脱浆),而滴定管的最小刻度为0.1 mL。但对于高得率的UKP浆来说, V_1 均值与 V_2 的差值在3 mL以上,比较容易判断。

另外,从表1的数据可以看出,本次试验测定结果,对于氯耗量较高的样品,比如UKP浆、未漂化学木浆的重复性较好。而对于氯耗量低的样品,重复性则较

差; 而且, 非木浆的测定结果较木浆的测定结果重复性差。这是因为样品消耗的氯太低, 残余氯与空白样消耗的差别不大, 滴定终点难以判断, 从而导致测定结果重复性较差。因此, 对于漂白化学浆, 有必要采用更低的次氯酸盐用量和更低浓度的硫代硫酸钠标准溶液, 以使测试结果更为准确。

(2) 根据滴定原理, 对于氯耗量低的样品, 仅降低次氯酸钠用量是不够的, 这个只会降低 V_1 和 V_2 的体积, 两者的体积差仍然不变, 依旧存在很大的误差。因此, 优先应降低硫代硫酸钠标准溶液的摩尔浓度, 这样会增加 V_1 和 V_2 的体积, 扩大两者之间的差值, 提高实验结果的精确性。同时, 还需要降低次氯酸钠的加入量, 以使滴定体积数尽量控制在50 mL以内。



由上述反应式可知:

$$\Delta N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = 2 \Delta N_{\text{NaClO}} \quad (1)$$

$$C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot \Delta V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = 2C_{\text{NaClO}} \cdot \Delta V_{\text{NaClO}} \quad (2)$$

$$\Delta V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{2C_{\text{NaClO}} \cdot \Delta V_{\text{NaClO}}}{C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}} \quad (3)$$

$$\Delta V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} = \frac{2C_{\text{有效氯}} \cdot \Delta V_{\text{NaClO}}}{71C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}} \quad (4)$$

$\Delta N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ ——实验组与空白组滴定所消耗硫代硫酸钠物质的量之差, mol

ΔN_{NaClO} ——纸浆漂白所消耗次氯酸钠物质的量, mol

$C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ ——硫代硫酸钠标准溶液的摩尔浓度, mol/L

C_{NaClO} ——次氯酸钠溶液的摩尔浓度, mol/L

$\Delta V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ ——实验组与空白组滴定所消耗硫代硫酸钠体积之差, mL

ΔV_{NaClO} ——纸浆漂白所消耗次氯酸钠的体积, mL

$C_{\text{有效氯}}$ ——有效率含量, g/L

基于公式④，测试时 $C_{\text{有效氯}}$ 是固定的， ΔV_{NaClO} 只与当次实验所取浆料的质量有关，所以只有降低 $C_{Na_2S_2O_3}$ 或增加取样量，才能使 $\Delta V_{Na_2S_2O_3}$ 增大，以保证数据的可靠性。

(3) 基于此，本实验将硫代硫酸钠标准溶液的浓度降低10倍为0.02 mol/L；相应的次氯酸钠用量也降低10倍，为1.5 ml，并加入18.5 mL的水，总体积仍保持20 mL。

表 2 11 种纸浆氯耗量的测定结果 ($c=0.02$ mol/L)

纸浆种类		绝干质量	V_1 /mL	V_1 均值/mL	V_2 /mL	$r(V_1/V_2)$	f	氯耗量/%	标准差/%
非木蔗渣浆	未漂浆	0.45	36.90	36.48	43.95	0.84	1.0450	1.1686	0.1501
		0.45	37.00		43.95	0.84	1.0443	1.1506	
		0.45	36.80		43.95	0.84	1.0457	1.1863	
		0.45	35.20		43.95	0.80	1.0576	1.4673	
	氧脱浆	0.45	40.00	39.80	43.95	0.91	1.0239	0.6329	0.0599
		0.45	40.20		43.95	0.91	1.0226	0.5999	
		0.45	39.40		43.95	0.90	1.0278	0.7311	
		0.45	39.60		43.95	0.90	1.0265	0.6986	
	D_0	0.45	41.60	41.65	43.80	0.95	1.0130	0.3498	0.0200
		0.45	41.60		43.80	0.95	1.0130	0.3494	
		0.45	41.56		43.80	0.95	1.0132	0.3563	
		0.45	41.83		43.80	0.96	1.0116	0.3127	
	Eop	0.46	42.50	42.44	43.80	0.97	1.0076	0.2041	0.0388
		0.46	42.74		43.80	0.98	1.0061	0.1662	
		0.46	42.38		43.80	0.97	1.0083	0.2230	
		0.46	42.15		43.80	0.96	1.0097	0.2593	
化学木浆	未漂浆	0.45	31.60	31.53	43.80	0.72	1.0861	2.0816	0.0282
		0.45	31.40		43.80	0.72	1.0878	2.1195	
		0.45	31.40		43.80	0.72	1.0878	2.1183	
		0.45	31.70		43.80	0.72	1.0852	2.0624	
	未漂浆	0.45	35.60	35.61	43.95	0.81	1.0545	1.3760	0.0132
		0.45	35.70		43.95	0.81	1.0538	1.3586	
		0.45	35.52		43.95	0.81	1.0551	1.3908	
		0.45	35.61		43.95	0.81	1.0545	1.3737	
	氧脱浆	0.46	36.70	36.37	43.80	0.84	1.0455	1.1441	0.0530
		0.46	36.41		43.80	0.83	1.0476	1.1937	
		0.46	36.40		43.80	0.83	1.0477	1.1956	
		0.46	35.95		43.80	0.82	1.0510	1.2724	
	D_0	0.45	40.85	41.56	43.95	0.93	1.0185	0.4973	0.1326
		0.45	42.00		43.95	0.96	1.0114	0.3108	
		0.45	42.50		43.95	0.97	1.0084	0.2303	
		0.45	40.90		43.95	0.93	1.0182	0.4886	
	Eop	0.45	41.80	41.59	43.80	0.95	1.0118	0.3182	0.0484
		0.45	41.51		43.80	0.95	1.0135	0.3651	
		0.45	41.85		43.80	0.96	1.0115	0.3101	
		0.45	41.20		43.80	0.94	1.0155	0.4150	
	D_1	0.46	43.00	43.11	43.95	0.98	1.0055	0.1476	0.0461
		0.46	43.30		43.95	0.99	1.0037	0.1008	
		0.46	42.75		43.95	0.97	1.0070	0.1866	
		0.46	43.40		43.95	0.99	1.0032	0.0853	
UKP浆		0.45	40.40	40.01	43.98	0.92	1.0215	5.8053	0.3876
		0.45	40.62		43.98	0.92	1.0201	5.4396	
		0.45	39.70		43.20	0.92	1.0214	5.6911	
		0.45	39.30		43.20	0.91	1.0240	6.3577	

通过结果可以看出，即使是木素含量很低的浆料，比如一段漂白D₁浆料，实验组和空白组（V₂-V₁）差值从原来的负值变为正值，达到0.84 mL左右，实验结果的可靠性得到改善。而且，多次测定结果之间的可重复性得到显著提升，标准差也基本都将至0.1%以下，说明采用此方法是可靠的。

（4）为进一步了解提高取样量的影响，在调低硫代硫酸钠标准溶液浓度的同时，适当提高取样量。取蔗渣氧脱浆和木材氧脱浆，测定结果如下。

表 3 两种氧脱浆氯耗量的测定结果（ $c=0.02\text{ mol/L}$ ）

纸浆种类	绝干质量	V ₁ /mL	V ₁ 均值/mL	V ₂ /mL	$r(V_1/V_2)$	f	氯耗量/%	标准差/%
蔗渣氧脱浆	0.6346	41.39	41.30	46.81	0.88	1.0314	0.624	0.0577
	0.6346	41.70		46.81	0.89	1.0294	0.588	
	0.6346	40.60		46.81	0.87	1.0364	0.719	
	0.6346	41.50		46.81	0.89	1.0307	0.611	
木材氧脱浆	0.6996	36.10	35.63	46.93	0.77	1.0684	1.172	0.0473
	0.6996	35.80		46.93	0.76	1.0707	1.207	
	0.6996	35.20		46.93	0.75	1.0753	1.278	
	0.6996	35.40		46.93	0.75	1.0738	1.254	

从测试结果来看，取样量提高后，（V₂-V₁）的差值较标准取样量都有提高，比如蔗渣氧脱浆的差值从4.15 mL增加到5.51 mL，木材氧脱浆的差值从8.34 mL增加到11.3 mL，终点更易于判断，结果更可靠。

（4）根据本文件的规定，对于湿浆，需要先进行过滤抄片，风干后再进行取样测定。但是，在实际生产中，为快速准确获得制浆各工段氯耗量的数据，如果严格按照标准规定抄平风干较为繁琐，企业更倾向于直接测定湿浆。为此，标准起草组也对湿浆进行了测定。

表 4 D₁浆氯耗量的测定结果（ $c=0.02\text{ mol/L}$ ）

纸浆种类	绝干质量	V ₁ /mL	V ₁ 均值/mL	V ₂ /mL	$r(V_1/V_2)$	f	氯耗量/%	标准差/%
漂白木浆 (D ₁)	0.7462	45.10	45.60	46.81	0.96	1.0093	0.164	0.0400
	0.7462	46.10		46.81	0.98	1.0038	0.067	
	0.7462	45.68		46.81	0.98	1.0061	0.108	
	0.7462	45.50		46.81	0.97	1.0071	0.125	

直接取氯耗量最低的样品一段漂白D₁纸浆，测试结果如表4所示。从表中可以看出，增加取样量后，（V₂-V₁）的差值从表3的0.84 mL进一步提高到1.21 mL，计算得到的样品的平均氯耗量为0.116%，这与表3的结果0.130%相当，说明直接取样测定，不会明显影响测试结果。对于快速测定，可以采用此方法。

（5）结论

综上所述，本文件中所规定的测试方法可以准确测定纸浆氯耗量，技术内容

满足实际使用的需求。但是，对于高得率纸浆，建议采用标准规定的0.5 g取样量、15 mL次氯酸钠加入量和0.2 mol/L标准溶液浓度。但对于化学浆，氯耗量低，建议采用0.02 mol/L标准溶液浓度，1.5mL次氯酸钠加入量和更多的取样量。

四、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况，或与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

本文件修改采用ISO 3260: 2015，标准主要技术内容与国际标准一致，标准水平达到国内先进水平。

五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本文件规定的所有性能要求的计量单位均为国家法定计量单位，试验与检查的项目凡是有相应的国家标准的均予以采用。

本文件与现行法令、法规、国家标准无抵触。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

本文件未有重大分歧意见存在。

七、国家标准作为强制性国家标准或推荐性国家标准的建议

本文件为检测方法标准，作为推荐性标准即可。

八、贯彻国家标准的要求和措施建议

本文件发布后，可通过实验室间比对、能力验证等方式推广实施。

九、废止现行有关标准的建议

无。

十、其他应予说明的事项

无。

标准起草小组

2025年7月