

木质素中酚羟基和羧酸基含量测定

一、前言

木质素是植物界中储量仅次于纤维素的第二大生物质资源。作为典型的生物质材料，木质素是芳香族化合物中少有的可再生资源之一。木质素作为植物界继纤维素之后第二大资源的生物质材料，全球每年产量约 5000 万吨，其中源自农业残留物的木质素约占 10%~20%，源自森林生物质材料的木质素约占 20%~30%，来源甚广且产量巨大。在木本植物中，木质素占 25%，是世界上第二位最丰富的有机物。

本方法是在之前终点滴定的基础上进行动态滴定的研究，采用甲苯-二正丁胺反应方法，用盐酸滴定其含量，通过指示剂指示的方式，确定滴定终点和指示剂指示的终点是否一致，进而判断动态滴定的可行性。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

T960 全自动电位滴定仪，PH 复合电极，分析天平等

2.2、试剂

四丁基氢氧化铵（0.04817mol/L）、异丙醇、二甲基甲酰胺、羟基苯甲酸、木质素、浓盐酸（37%）。

三、实验方法

3.1、样品检测

取 10%四丁基氢氧化铵水溶液 40g，加入 280mL 异丙醇稀释，然后超声处理 30min 后静止备用。精确称量 0.03g 样品与烧杯中，加入 1-3 滴浓盐酸酸化，然后加入精确称量的 0.05g 羟基苯甲酸内标物，加入 40mL 二甲基甲酰胺溶解样品和内标物，然后超声波处理 30min 准备测试。另外精确称量 0.05g 对羟基苯甲酸溶解于 25mL 二甲基甲酰胺中，加入 1-3 滴浓盐酸，进行空白值测定。

设定滴定仪参数如表 1 所示：

表 1 滴定参数设置

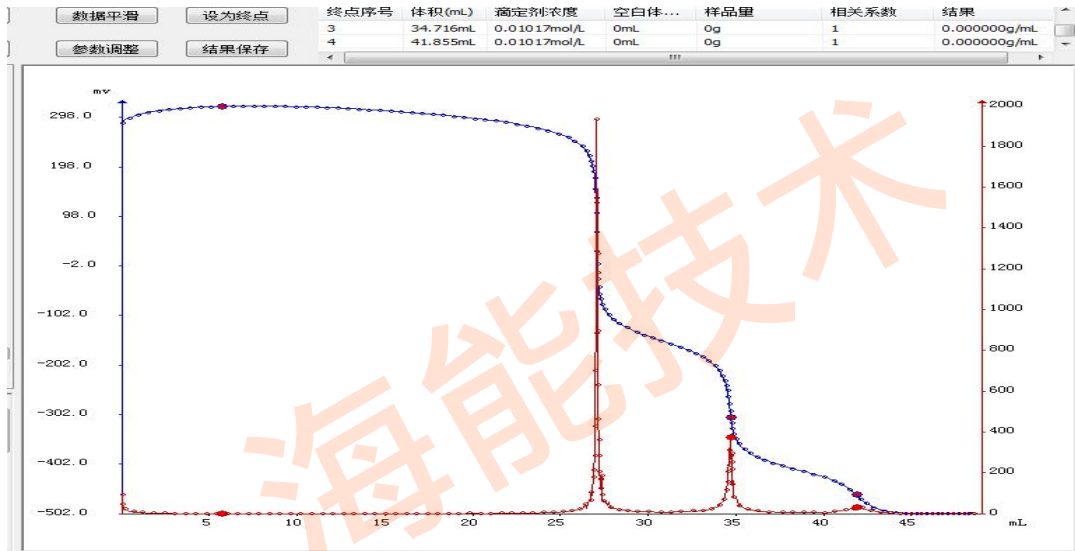
滴定模式：	动态滴定	搅拌速度：	4
-------	------	-------	---

电极平衡时间:	4s	预搅拌时间:	8s
电极平衡电位:	1mv	滴定速度:	标准
最小添加体积:	0.03mL	预滴定添加体积:	5.0mL
结束体积:	45mL	预滴定后搅拌时间:	10s
终点 1 突跃值:	600	预控 mv 值:	无
终点 2 突跃值:	400	预控 mv 值:	无
终点 3 突跃值:	100	预控 mv 值:	-400mv

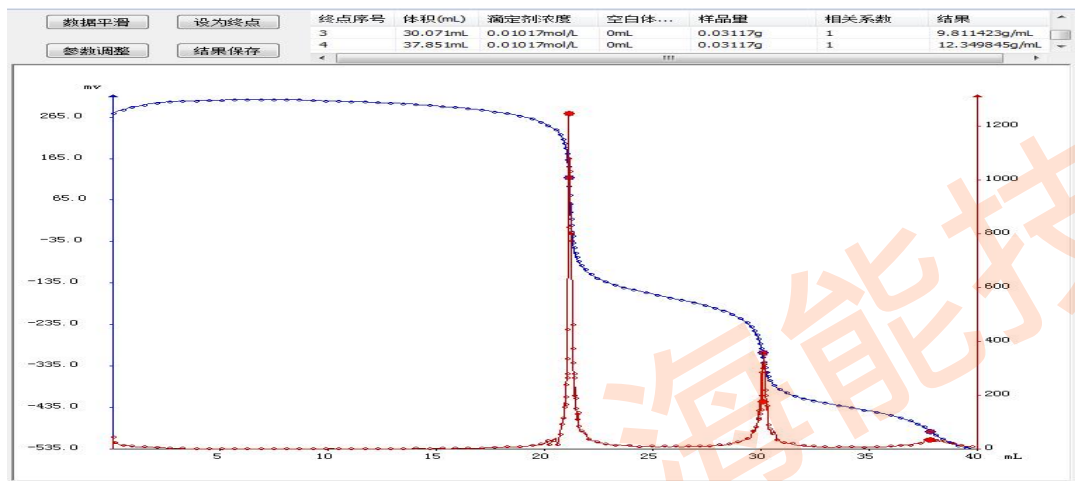
3.3、测试图

谱示例

1) 内标物图谱



2) 样品图谱



四、结果与讨论

4.1、实验结果

实验结果如表 2 所示：

表 2 测试结果

编 号	空白 (mL)	样品 (mL)	酚羟基含量 (mmol/g)	羧基含量 (mmol/g)
峰 1	27.051	21.113	0.8361	1.998
峰 2	34.716	30.071		
峰 3	41.855	37.851		

4.2、结论

木质素酚羟基和羧基含量可以使用电位滴定的方法很方便的检测出来，突跃明显，检测时间短，效率大大提高。

参考文献

[1] 水相电位滴定法测定木质素的酚羟基和羧基含量 [J] 周明松, 黄凯, 邱学青, 杨东杰. 化工学报. 2021 (01)