



中华人民共和国国家标准

GB/T xxx—XXXX

纸浆（溶解级） 反应性能的测定

Pulps (dissolving grade) — Determination of reactivity

（征求意见稿）

（本稿完成日期：2026.05.29）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国造纸工业标准化技术委员会（SAC/TC 141）归口。

本文件起草单位：中国制浆造纸研究院有限公司、四川轻化工大学、广西仙鹤新材料有限公司、中轻纸品检验认证有限公司。

本文件主要起草人：田超、龚琛、杨玲、黄学英、苏振华、江理勇、倪建萍、刘洋、朱勇。

纸浆（溶解级） 反应性能的测定

1 范围

本文件规定了纸浆（溶解级）反应性能的测定方法——福克测试法和粘胶过滤法。
本文件适用于各种纸浆（溶解级）反应性能的测定，非溶解级纸浆也可以参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 462 纸、纸板和纸浆 分析试样水分的测定（GB/T 462—2023，ISO 287:2017、ISO 638-1:2022，ISO 638-2:2022，MOD）

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备（GB/T 601—2016）

GB/T 740 纸浆 试样的采取（GB/T 740—2003，ISO 7213:1981，IDT）

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682—2008，ISO 3696:1987，MOD）

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

福克法反应性能 Reactivity by Fock Test, *RF*

在规定条件下，纸浆（溶解级）经氢氧化钠和二硫化碳处理、再生析出、重铬酸钾氧化法定量，测得的已溶解纤维素质量占绝干纸浆样品质量的百分比。

3.2

粘胶过滤法反应性能 Reactivity by Viscose Filtration Test, *RV*

在规定条件下，纸浆（溶解级）与氢氧化钠和二硫化碳反应生成的粘胶液通过规定规格滤网的难易程度，以规定体积粘胶液通过滤网的时间（或在规定时间内收集的粘胶液的体积）表示，间接表征纸浆的反应性能。

第一篇 福克法反应性能

4 原理

纸浆中的纤维素在规定条件下与氢氧化钠反应生成碱纤维素，继而与二硫化碳反应生成可溶性的纤维素黄酸酯。未反应的不溶物经离心分离后，使溶解的纤维素再生析出。利用重铬酸钾氧化法，纤维素被定量氧化，通过滴定氧化剂的消耗量，计算出已溶解纤维素的质量，该质量与样品总质量的比值即为反应性能。数值越大，反应性能越好。

5 试剂

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

5.1 水：GB/T 6682，三级。

5.2 二硫化碳： $\rho_{20}=1.260\text{ g/mL}$ 。

5.3 浓硫酸（ H_2SO_4 ）：质量分数98%， $\rho_{20}=1.84\text{ g/mL}$ 。

5.4 9%的氢氧化钠溶液（ NaOH ）：每100 g溶液（ $\rho_{20}=1.0979\text{ g/mL}$ ）中含有（ 9.0 ± 0.1 ）g氢氧化钠，相当于20℃下每升溶液中含有（ 98.8 ± 1.0 ）g氢氧化钠。配置方法如下：称取一定量的固体氢氧化钠，溶于等质量的水中，充分溶解后静置，使碳酸钠沉淀完全。吸取上层清液，用无二氧化碳的水稀释至预定浓度，然后使用密度计（6.2）测定，按GB/T 601标定并调整至准确浓度，溶液中碳酸钠含量应低于1g/L。

5.5 硫酸溶液：量取一定量的浓硫酸（5.3）缓慢加入水中，冷却后用水稀释至1000 mL，混匀，使用密度计（6.2）测定，按GB/T 601标定并调整至准确浓度。例如：

——20%的硫酸溶液：量取约126 mL浓硫酸（5.3）缓慢加入水中，冷却后用水稀释至1000 mL，混匀， $\rho_{20}=1.139\text{ g/mL}$ 。

——68%的硫酸溶液：量取约599 mL浓硫酸（5.3）缓慢加入水中，冷却后用水稀释至1000 mL，混匀， $\rho_{20}=1.588\text{ g/mL}$ 。

5.6 重铬酸钾标准溶液（ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ）， $c\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right)=1.0000\text{ mol/L}\pm0.001\text{ mol/L}$ 。配制和标定方法见GB/T 601。

5.7 10%碘化钾溶液（ KI ）：称取碘化钾10.0 g溶于水，用水稀释至100mL，混匀，溶液应贮存于棕色瓶中。

5.8 硫代硫酸钠标准溶液（ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ）， $c\left(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\right)=0.1000\text{ mol/L}\pm0.0005\text{ mol/L}$ 。配制和标定方法见GB/T 601。

5.9 淀粉指示剂，1.0%溶液：称取 1.00 g 可溶性淀粉，加少量水调成糊状，缓缓倒入 100 mL 沸水中，煮沸 1~2 min，冷却，摇匀。现用现配。

6 仪器和设备

6.1 分析天平，分度值为 0.001 g（1 mg）。

6.2 密度计。

6.3 恒温水浴摇床：具有温度和转速调节器，温度控制精度为（ 19.0 ± 0.5 ）℃，最高震荡速率不低于 300 r/min，并能在该转速下稳定运行。

6.4 离心机：具有转速和时间调节器，最高转速不低于 5000 r/min，并能在该转速下稳定运行。

6.5 烘箱，温度可控制在（ 60 ± 2 ）℃。

6.6 锥形瓶：容量 250 mL。

6.7 移液管：容量分别为 50.0 mL 和 10.0 mL。

6.8 容量瓶：容量 100 mL。

6.9 滴定管：容量 50 mL，分度值 0.1 mL。

6.10 移液枪：量程 1000 μL –5000 μL ，分度值 50 μL 。

6.11 离心管：容量 50 mL。

6.12 冷凝回流装置：由冷凝管和加热装置组成，冷凝管与 250 mL 锥形瓶（6.6）适配，通水冷凝；加热装置应能使锥形瓶内液体保持微沸状态。

7 试样的采取和制备

试样的采取按 GB/T 740 的规定进行，如果是浆板，则将其撕成约 5 mm×5 mm 的碎片。如果是湿浆，则用抽滤法脱水，然后将样品放在吸水纸间挤压置于烘箱内（6.5），并在温度 60 °C 下至少干燥 4 小时。称量前应将样品置于天平附近的大气中平衡至少 20 min。建议样品水分不宜超过 7.5%。

8 试验步骤

8.1 试样的称取与预碱化

按 GB/T 462 测定试样的水分。根据测得的水分，计算并称取相当于绝干质量 0.50 g 的试样，精确至 0.0001 g。将试样置于 250 mL 干燥已恒重的具磨口塞锥形瓶中，用移液管准确加入 50.0 mL 9% 氢氧化钠溶液（5.4），盖上瓶塞。将锥形瓶放入恒温水浴摇床（6.3）中，在（19.0±0.5）°C 下以 250 r/min 的速率振荡 10 min，使纸浆预碱化。

8.2 黄化

预碱化完成后，在锥形瓶中用移液枪（6.10）加入 1.30 mL 二硫化碳，立即密封瓶口（建议用耐溶剂密封膜缠紧瓶塞），然后将锥形瓶放回恒温水浴摇床（6.3）中，在（19.0±0.5）°C 下以 250 r/min 的速率振荡 3 h，完成黄化反应。

8.3 氧化

黄化反应完成后，向锥形瓶中加入去离子水，使瓶内液体总质量达到 100.00 g，剧烈振荡至均匀。取不少于 30 mL 的均匀液体置于 50 mL 塑料离心管中，以 5000 r/min 离心 15 min，使未溶解纤维完全沉降。若离心过程中出现膨胀漏液，应在实验台上静置 2 h 以上，直至上清液澄清。

用移液管小心吸取 10.00 mL 上层清液，置于洁净的 250 mL 锥形瓶中，加入 20% 硫酸溶液（5.5）3 mL，摇匀，使溶解的纤维素再生析出。将锥形瓶置于通风橱内静置 15 h~20 h，使二硫化碳完全挥发。

向盛有析出纤维素的锥形瓶中加入 68% 硫酸溶液（5.5）20 mL，置于摇床中，以 250 r/min 振荡 1 h，使纤维素完全酸化。用移液管准确加入重铬酸钾标准溶液（5.6）10.00 mL，装上冷凝回流装置（6.12），加热使瓶内液体保持微沸状态 1 h，将析出纤维素完全氧化。

氧化结束后，将锥形瓶内所有液体转移至 100 mL 容量瓶中，用去离子水多次洗涤锥形瓶，洗涤液并入容量瓶，冷却至室温后，加水稀释至刻度，塞紧瓶塞，摇匀。

8.4 滴定

用移液管准确吸取 40.00 mL 试液（8.3 所得容量瓶中溶液），置于 250 mL 洁净锥形瓶中，加入 10% 碘化钾溶液（5.7）5 mL，立即用硫代硫酸钠标准溶液（5.8）滴定。当溶液呈黄褐色时，加入 1 mL 淀粉指示剂（5.9），继续滴定至溶液由蓝色恰好变为蓝绿色，即为滴定终点。记录消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积（ V_2 ），精确至 0.01 mL。

9 结果计算

9.1 福克法反应性能，RF

按公式 1 计算：

$$RF(\%) = \frac{\{v_1c_1 - (v_2c_2 \times \frac{100}{40}) \times \frac{1}{6} \times M \times \frac{1}{4} \times \frac{100}{10.4}\}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

M ——葡萄糖单元的分子量 162，单位为克每摩尔（g/mol）；

m ——样品的绝干质量，单位为克（g）；

v_1 ——重铬酸钾溶液的体积 0.01，单位为升（L）；

c_1 ——重铬酸钾标准溶液的浓度 0.17，单位为摩尔每升（mol/L）；

v_2 ——消耗的硫代硫酸钠标准的体积，单位为升（L）；

c_2 ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度 0.1，单位为摩尔每升（mol/L）；

$\frac{100}{40}$ ——指从 100mL 容量瓶中取出 40mL 液体用于滴定；

$\frac{1}{6}$ ——指每个重铬酸根需要消耗 6 个硫代硫酸根；

$\frac{1}{4}$ ——指每个葡萄糖单元需要消耗 4 个重铬酸根；

$\frac{100}{10.4}$ ——指从 100 g 均匀液体中取出 10 mL（相当于 10.4 g）用于析出纤维素；

在重复性条件下进行两次平行测定，取算术平均值作为测定结果，结果保留至小数点后两位。两次测定结果的绝对差值不应大于 1.0%。

第二篇 粘胶过滤法反应性能

10 原理

纸浆在规定条件下经氢氧化钠碱化后与二硫化碳发生黄化反应，生成可溶于稀碱液的纤维素黄酸酯，即粘胶液。通过测定规定体积粘胶液流过滤网的时间（或在规定时间内收集的粘胶液的体积），可以间接表征纸浆的反应性能。时间越短，或者在规定时间内收集的粘胶液的体积越大，反应性能越好。

11 试剂

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

11.1 水：GB/T 6682，三级。

11.2 二硫化碳： $\rho_{20}=1.260$ g/mL。

11.3 13.7%的氢氧化钠溶液（NaOH）：每 100 g 溶液（ $\rho_{20}=1.1497$ g/mL）中含有（ 13.7 ± 0.1 ）g 氢氧化钠，相当于 20° C 下每升溶液中含有（ 157.5 ± 1.0 ）g 氢氧化钠。配置方法同 5.4。

12 仪器和设备

12.1 分析天平，分度值为 0.01 g。

12.2 黄化箱：一种旋转装置，其旋转轴呈放射状支撑多个容器。每个容器应能容纳 500 mL 棕色广口瓶，并配有密封盖。容器内径为（ 10 ± 2 ）cm，高度为（ 20 ± 2 ）cm。从旋转轴中心至容器底部的距离为（ 12 ± 3 ）cm。轴与容器的转速为（ 15 ± 1 ）r/min。

12.3 电动搅拌器：转速（ 3000 ± 200 ）r/min，为不锈钢材质，能将试样与碱液快速混合成均匀糊状，无可见片状颗粒。

12.4 康氏振荡器。

12.5 移液管：容量分别为 20.0 mL 和 10.0 mL。

12.6 不锈钢或塑料圆管：内径为 (32 ± 1) mm，过滤网至管顶的高度为 (250 ± 5) mm。

12.7 不锈钢或镍过滤网：符合 GB/T5330 要求，10000 孔/cm³，金属丝直径为 (0.030 ± 0.003) mm。

12.8 橡皮垫圈：平垫圈，有效过滤直径 (28 ± 1) mm。

12.9 棕色广口瓶：容量 500 mL。

12.10 量筒：容量 250 mL。

12.11 秒表：分辨值 0.1 s。

13 试样的采取和制备

试样的采取按 GB/T 740 的规定进行，如果是浆板，则将其撕成约 5 mm×5 mm 的碎片。如果是湿浆，则用抽滤法脱水，然后将样品放在吸水纸间挤压置于烘箱内（6.5），并在温度 60 °C 下至少干燥 4 小时。称量前应将样品置于天平附近的大气中平衡至少 20 min。

14 试验步骤

14.1 试样的称取与预碱化

按 GB/T 462 测定试样的水分。根据测得的水分，计算并称取相当于绝干质量 14.4 g 的试样，置于 500 mL 带有磨口塞的棕色广口瓶中。加入温度为 (20 ± 0.5) °C，13.7% 的氢氧化钠溶液（11.3）361 mL，用电动搅拌器搅拌至试样呈糊状、无可见片状颗粒，并在相同条件下继续搅拌 5 min，使试样混合均匀。

14.2 黄化

在预碱化后的试样中加入二硫化碳，建议加入量分别为：短丝棉浆（溶解级）5 mL、长丝棉浆（溶解级）7 mL、麻浆（溶解级）5 mL、木浆（溶解级）8 mL、竹浆（溶解级）11 mL~13 mL。立即盖紧瓶塞，将广口瓶横置于振荡器上，沿瓶身轴线方向振荡 15 min，然后转移至黄化箱中继续黄化 4 h，得到粘胶液。

14.3 过滤

在清洁、干燥的过滤管（12.6）下端安装螺帽及两个橡皮垫圈（12.8），松开螺帽，在两垫圈之间放入 10 000 孔/cm² 的不锈钢或镍过滤网（有效过滤直径 28 mm），然后拧紧螺帽。

将粘胶液注入过滤管至满口。用 250 mL 量筒收集滤出液，同时用秒表记录收集体积从 25 mL 至 50 mL 以及从 125 mL 至 150 mL 两个区段所需的过滤时间（s）。

若粘胶液无法全部通过过滤网，收集 5min 内粘胶的体积（mL），间接表征反应性能。

15 结果计算

15.1 正常过滤情况

在 5min 中内收集到 150 mL 滤出液，按公式（2）计算过滤时间差，作为粘胶过滤法反应性能（RV）的度量值：

$$RV = \Delta t = t_2 - t_1 \cdots \cdots \cdots (2)$$

式中：

Δt ——过滤时间差，单位为秒（s），精确至 0.1 s；

t_1 ——滤液体积从 25 mL 增至 50 mL 所需的过滤时间，单位为秒（s）；

t_2 ——滤液体积从 125 mL 增至 150 mL 所需的过滤时间，单位为秒（s）。

Δt 数值越大，表示纸浆反应性能越低；数值越小，反应性能越高。

15.2 过滤不畅情况

若在 5 min 内无法收集到 150 mL 滤出液，则记录 5 min 内实际收集的滤液总体积 V ，单位为毫升（mL），精确至 1 mL。以 V 值间接表征反应性能 RV ， V 数值越大，反应性能越高。

16 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a) 本文件编号；
 - b) 测试日期和地点；
 - c) 完整描述样品的所有信息；
 - d) 如果测试多于两次，说明测定次数；
 - e) 测试结果：包含二硫化碳的实际加入量；
 - f) 测试过程中观察到的任何异常特征；
 - g) 所有与本文件所述程序的偏差，或可能影响结果的其他情况。
-

《纸浆（溶解级） 反应性能的测定》

国家标准编制说明（征求意见稿）

一、工作简况

1 任务来源

根据国家标准化管理委员会 2025 年 3 月 27 日下达的国家标准计划项目，计划要求制定《纸浆（溶解级） 反应性能的测定》国家标准，计划项目号为 20250879-T-607。

2 制定背景

纸浆是以植物纤维为原料，经不同加工方法制得的纤维状物质。作为纤维素载体，纸浆应用于造纸、纺织等基础行业，以及纤维素制品、纤维素衍生物和功能材料等新兴领域。

纸浆的反应性能是指纸浆与一切反应物发生反应的能力，是衡量纸浆质量的重要指标之一，其性能好坏直接影响下游产品的质量和加工性能。目前造纸领域涉及纸浆的标准，主要对其物理指标和化学成分进行了规范，均没有对影响纸浆后续加工性能的指标做要求。为了更好地反映纸浆对下游产品质量的影响，提高纸浆的加工性能，需要对纸浆的反应性能进行评价，进而赋予纸浆产品更高的附加值。

纸浆反应性能的测定方法主要有两种，一种是通过测定粘胶过滤值来反映生产过程中磺化纤维素经过溶解和熟化后的过滤性能，纸浆反应性能的差异是以相同的容积的纤维素磺酸酯先后通过过滤孔所用的时间差来表示。该测试方法简单、便捷，广泛适用于工厂生产，但该方法在实际操作过程中常遇到未溶解纤维组分堵塞滤网而无法过滤的问题，而且试验过程中对不同原料样品加入的二硫化碳量有所差异，对结果影响较大，结果无法反映检测样品之间的微小差别。

另一种是国际上比较通用的 Fock（福克）法，福克反应性能是指将纸浆溶于氢氧化钠和二硫化碳混合液形成纤维素溶液，离心分离出未溶解物质后对澄清、均一的纤维素溶液进行析出、氧化、定量分析，以溶解纤维素占浆样的质量百分比表示纸浆的反应性能。该方法适用范围较广，而且可以比较样品间的微小差异，操作性和准确性均具有明显优势。

基于以上原因，为了更好地评价纸浆的反应性能，提升测定方法的科学合理、适用性，满足下游产品的生产需求，促进行业的高质量发展，推动我国自主生产高品质纤维的能力和水平，亟需制定纸浆（溶解级）反应性能的测定方法标准。

3 起草过程

2025 年 03 月，标准计划下达后，于 5 月成立标准起草小组。起草小组查阅国内外相

关技术资料，开展企业调研，收集企业意见和建议，并征集样品。以预研工作为基础，形成了试验验证方案。

2025 年 06 月～2025 年 12 月，对收集样品进行了充分的试验验证，结合相关资料形成标准草案。

2026 年 01 月～2026 年 4 月，起草小组组织专家及代表对标准草案进行讨论，并对试验验证数据进行了深入分析，形成了相关修改意见。

2026 年 5 月，起草小组再次召开会议，讨论形成标准征求意见稿。

4 主要参加单位和工作组成员及其所做的工作

本标准由中国制浆造纸研究院有限公司牵头，四川轻化工大学、广西仙鹤新材料有限公司、中轻纸品检验认证有限公司共同起草。

起草小组成员：田超、龚琛、杨玲、黄学英、苏振华、江理勇、倪建萍、刘洋、朱勇。

所做的工作：田超统筹负责标准方法的研制、试验验证方案设计等工作；龚琛负责标准文本的编写，查阅收集文献资料，组织验证试验，对反馈的修改意见进行记录、分析、处理；杨玲、黄学英、苏振华提供产品技术及行业相关资料，试验方法的研究、各项参数的验证；江理勇、倪建萍负责参数的验证和数据的汇总；刘洋、朱勇协助标准草案的修改和审核。

二、国家标准编制原则、主要内容及其确定依据

1 国家标准编制原则

本标准按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》进行编写。在起草过程中所做工作，符合标准化法等相关法律法规。本标准的制定是在相关技术资料、试验数据支撑的基础上，结合当前生产及市场需求，充分考虑产品的安全性和实用性编制而成。符合产业发展的原则，标准制定过程中本着先进性、科学性、合理性和可操作性原则。

2 主要内容及其确定依据

2.1 适用范围

本文件规定了纸浆（溶解级）反应性能的测定方法——福克测试法和粘胶过滤法。

本文件适用于各种纸浆（溶解级）反应性能的测定，非溶解级纸浆也可以参照使用。

2.2 主要内容

本标准规定的主要内容有：原理、试剂、仪器和设备、试样的采取和制备、福克测试法和粘胶过滤法的试验步骤、结果计算、试验报告。

2.3 纸浆（溶解级）反应性能

从广义上讲，溶解浆的反应性能可以理解为溶解级纸浆与一切反应物发生反应的能力，它主要取决于纤维素的可及度。在天然植物中，纤维素分子以氢键、范德华力等结合方式在纤维细胞壁内形成原细/微细纤维的网络结构，并被半纤维素和木素包裹。即使经过蒸煮和漂白，残存的半纤维素和木素，以及半纤维素和木素被去除后在纤维素分子间重新形成的氢键结合，使很大一部分纤维素分子处于紧密的包裹之下中。因此，纤维素分子在各种化学反应中能够被其他反应物触及的程度是有限的，这个程度即纤维素的可及度。由于全球大部分的溶解级纸浆都采用基于黄化反应的粘胶工艺生产粘胶纤维，因此溶解级纸浆的反应性能通常特指溶解级纸浆对粘胶工艺中的主要纤维溶剂——二硫化碳的反应能力，具体而言，是指纤维素分子链的每个葡萄糖单元上的3个羟基被二硫化碳黄化，形成纤维素黄酸酯的能力。

2.4 纸浆（溶解级）反应性能的评价方法及参数设定

Fock（福克）测试是由德国人 VonWillem 福克在 1959 年提出的，该方法同样先将溶解级纸浆样品溶解于 NaOH 和二硫化碳的混合液形成粘胶，然后将未溶解的纤维组分与粘胶液分离（离心或静止使其分层），取一定量上层粘胶液并在其中加入硫酸，使被溶解的纤维素重新析出，然后采用重铬酸钾氧化法对重新析出的纤维素进行定量，最终以析出纤维素（也就是被溶解的纤维素）占溶解级纸浆样品的质量百分比，作为溶解浆的反应性能。

我国纺织行业标准 FZ/T 50010.13-2024 粘胶纤维用溶解级纸浆反应性能的测定中所采用的方法即为粘胶过滤法。在该方法中，溶解级纸浆样品首先被溶解于 NaOH 和二硫化碳的混合液形成粘胶，然后采用 10000 孔/cm²的滤网对粘胶液进行过滤，以粘胶液通过滤网的速度来表达粘胶液的过滤性能（实际测量值为滤过粘胶液的收集量从 25~50mL 以及从 125~150mL 所耗用时间的差值），从而间接反映溶解级纸浆的溶解程度，即反应性能。

2.5 福克测试法中黄化反应参数设定

2.5.1 预碱化碱液浓度

溶解级纸浆首先要被浓度为10%~22%的NaOH溶液预碱化，形成碱纤维素（也称纤维素钠），实际与二硫化碳发生反应的即是碱纤维素。福克测试中需要对溶解级纸浆样品进行碱化。为了解NaOH浓度对福克测试结果的影响，试验中采用多个浓度的NaOH溶液对某种溶解级纸浆进行反应性能测定，结果如图1所示。

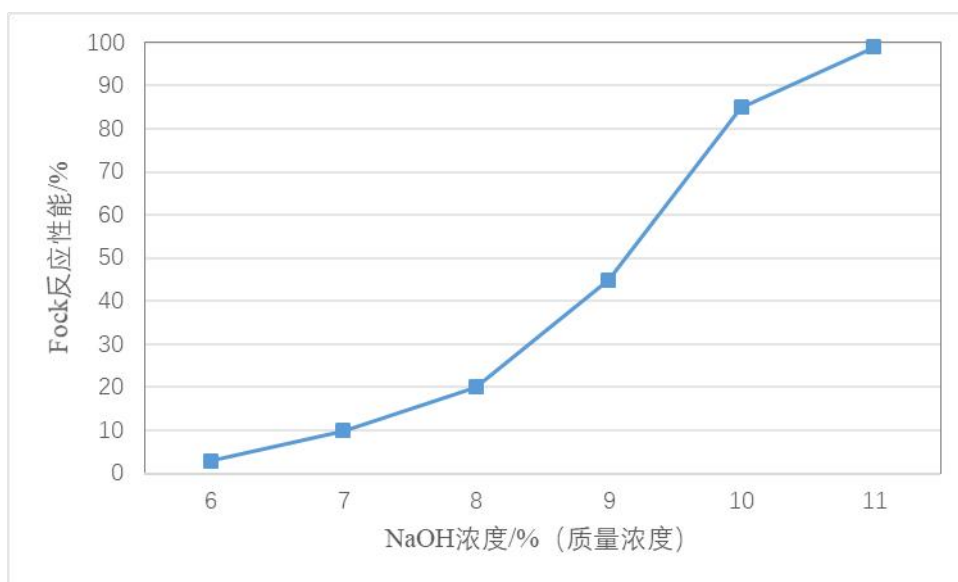


图1. 黄化反应中NaOH浓度对福克反应性能的影响

由图1可知，福克反应性能对黄化反应中NaOH浓度非常敏感，特别是在8%~10%的浓度范围内，测定结果随碱浓度增加急剧上升。由此可以得出，用于福克测试的NaOH浓度必须得到精确控制，以提高结果稳定性，同时该浓度必须在不同研究者之间得到统一，以保证测定结果的可重复性和可比较性。研究资料表明，溶解浆中的纤维素在预碱化过程中主要是通过润胀转化为碱纤维素，其润胀及转化程度与NaOH浓度密切相关，并对后续黄化反应程度起决定性影响。在较低NaOH浓度下（一般指质量浓度低于10%），纤维素的润胀程度随NaOH浓度增加而不断提高，碱纤维素的生成率也随之上升，后续黄化反应将向更深层次进行；当NaOH浓度达到较高水平时，纤维素的润胀程度趋于稳定，碱纤维素的生成及其在黄化反应中被酯化的程度也逐渐达到平衡。因此，任何可能引起NaOH浓度波动的因素都会对福克测试结果的稳定性产生影响，应当尽力避免。例如，溶解浆样品的水分变化就可能使黄化反应体系的碱浓度发生波动，导致测定结果出现误差。为验证样品水分可能带来的影响，试验中对样品进行了调湿处理，然后在相同条件下测定其福克反应性能，结果如表1所示。

由表1可知，样品湿度较高会明显降低福克反应性能的测定结果。具体而言，与风干样品相比，水分含量为73.66%的样品所引入的水分可使黄化反应体系的NaOH浓度降低0.23%。根据图1所示的福克测试结果对NaOH浓度的敏感性，如此幅度的NaOH浓度波动足以对福克反应性能的测定结果产生显著影响。因此，建议将用于福克测试的溶解级纸浆样品置于恒温恒湿室中风干，以获得恒定的样品水分。

表1. 溶解浆样品的水分含量对反应性能的影响

样品状态	水分含量%	反应性能/%
风干	7.50	51.53
调湿	54.18	45.62
调湿	73.66	38.24

2.5.2 黄化反应温度

在福克及后来其他研究者的报道中，福克测试的黄化反应均在室温条件下进行。由于室温可能随时间和地理位置发生明显变化，室温下进行测试很可能导致结果波动。本研究对这一可能性进行了验证，结果如图2所示。当通过水浴控制黄化反应温度从13℃升高至34℃时，福克反应性能的测定值由58.50%下降至16.45%。由此可见，精确控制黄化反应温度对保证福克测试结果的稳定性至关重要。

针对福克反应性能随黄化反应温度升高而降低的现象，相关研究资料给出了如下解释：首先，二硫化碳的沸点仅为46.3℃，在较高的黄化温度下会有更多二硫化碳逸出反应体系，降低反应中有效的二硫化碳浓度；其次，较低的温度有利于NaOH溶液对纤维素充分润胀和碱化，从而促进二硫化碳向纤维结构内部渗透，获得更高的黄化反应程度；同时，黄化反应本身为放热反应，较低的温度环境有利于反应向深度进行；此外，反应体系中除二硫化碳与碱纤维素的主反应外，还存在二硫化碳与游离NaOH的副反应，温度升高会使副反应更为活跃，从而与主反应竞争消耗二硫化碳。

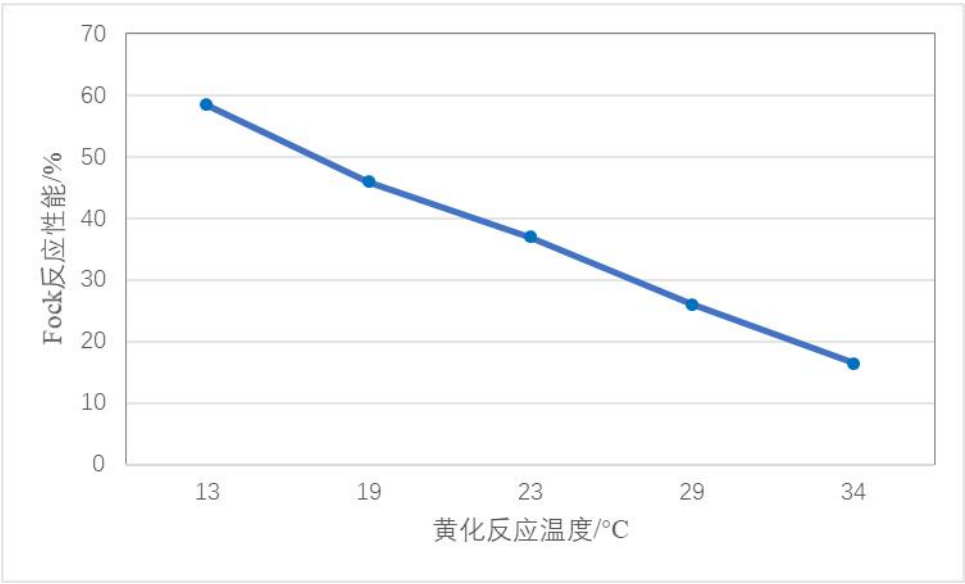


图2. 黄化反应温度对福克反应性能的影响

2.5.3 二硫化碳用量

根据黄化反应方程可知，假设溶解浆中所有葡萄糖单元的羟基均被二硫化碳酯化，则0.5 g溶解浆样品在黄化反应中所消耗的二硫化碳约为0.6 g。然而实际上，位于葡萄糖单元C₆位置上的羟基较为稳定，通常只有50%~70%的羟基能够被酯化。因此，在1959年的测试方法中，采用1.0 mL二硫化碳（相当于1.26 g）进行黄化反应，看似大大过量。但在后来的相关研究中，部分研究者在未作任何说明的情况下将二硫化碳用量提高至1.3 mL，而另一部分研究者则仍沿用1.0 mL的用量。为了解二硫化碳用量对福克测试结果的影响，在两种温度条件下分别采用不同二硫化碳用量进行福克测试，实验结果如图3所示。

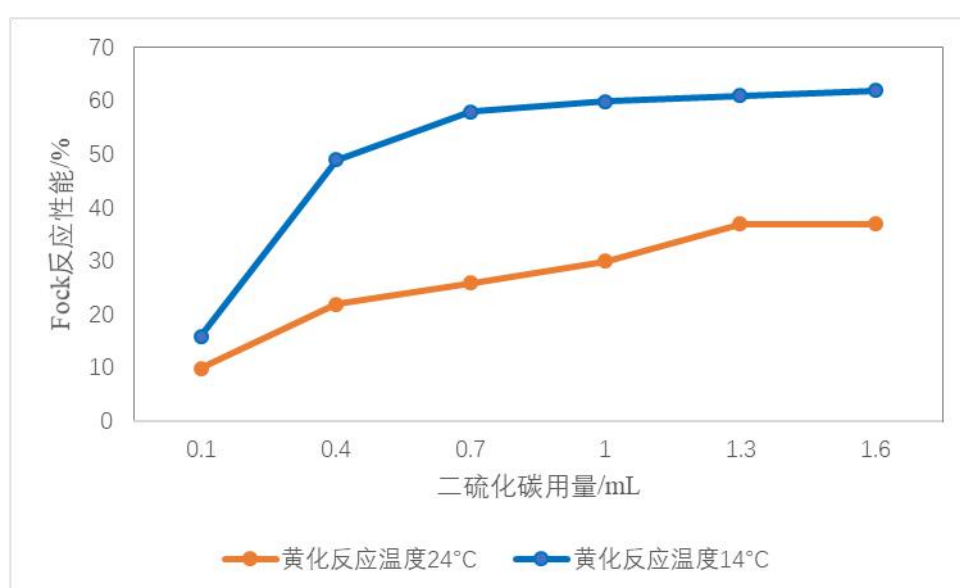


图3. 二硫化碳用量对福克反应性能的影响

由图3可见，在24 °C的黄化反应温度下，福克反应性能的测定结果随二硫化碳用量的增加而不断升高。直至二硫化碳用量达到1.3 mL后才趋于稳定；当黄化反应温度降至14 °C时，福克反应性能以同样的趋势变化，但使测定结果达到稳定的二硫化碳用量降至1.0 mL。因此，统一的二硫化碳用量也是获得稳定的福克测试结果的必要条件。

2.5.4 黄化反应时间

在涉及福克反应性能的研究中，不同研究者所采用的黄化反应时间也不尽相同。例如，部分研究者选择3 h的黄化时间和1.0 mL的二硫化碳用量，而另外一些研究者则采用4h的黄化时间和1.3 mL的二硫化碳用量。因此，试验中对黄化反应时间与福克反应性能之间的关系也进行了探讨，结果如图4所示。

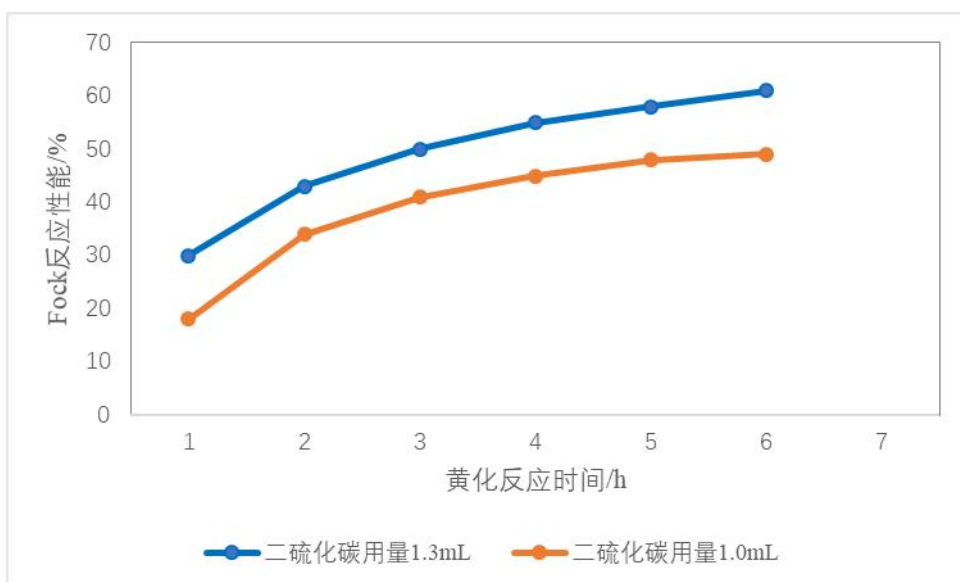


图4. 黄化反应时间对福克反应性能的影响

显然，福克反应性能的测定结果随黄化反应时间的延长而逐渐升高，但在黄化反应时间分别达到 3 h（1.0 mL 二硫化碳用量）和 4 h（1.3 mL 二硫化碳用量）后，测定结果并未像预期那样达到稳定值。在 1.0 mL 二硫化碳用量下，测定结果在黄化反应时间达到 5 h 后才趋于稳定；而在 1.3 mL 二硫化碳用量下，黄化反应时间达到 6 h 后测定结果仍有继续升高的趋势。然而，在工业实际生产中，黄化反应时间通常为 1~2 h。尽管福克测试被视为简化的制备过程，但与实际生产条件相比仍存在显著差异：在实际生产中，二硫化碳用量一般为溶解级纸浆中 α 纤维素质量的 30%~35%，而福克测试中的二硫化碳用量约为该用量的 10 倍，因此可能需要更长的时间以达到最大黄化反应程度。在实际生产中，二硫化碳在反应体系中的扩散以及纤维素的黄化更为高效，因为溶解级纸浆预碱化完成后，多余的碱液被挤出，加入二硫化碳后可迅速在体系中达到较高的浓度水平，有利于黄化反应的快速完成。因此，福克测试所需的黄化反应时间较长。综合考虑以上情况，采用 1.3 mL 二硫化碳用量和 3 h 黄化反应时间更有利于综合表征溶解级纸浆被黄化的程度和速度，同时提高测试效率。

2.5.5 结果表示

福克反应性能，即已溶解纤维素占溶解级纸浆样品的质量百分比，通过公式（1）计算：

$$\text{反应性能 (\%)} = \frac{\left\{ v_1 c_1 - \left(v_2 c_2 \times \frac{100}{40} \right) \times \frac{1}{6} \right\} \times M \times \frac{1}{4} \times \frac{100}{10.4}}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中： M 代表葡萄糖单元的分子量，162 g/mol；

m 为溶解级纸浆样品的绝干质量，g；

v_1 为重铬酸钾溶液的体积，0.01 L；

c_1 为重铬酸钾溶液的浓度，0.17 mol/L（以实际标定为准）；

v_2 是消耗的硫代硫酸钠溶液的体积，L；

c_2 是硫代硫酸钠溶液的浓度，0.1 mol/L（以实际标定为准）；

系数“ $\frac{100}{40}$ ”指从 100 mL 容量瓶中取出 40 mL 液体用于滴定；

“ $\frac{1}{6}$ ”指每个重铬酸根需要消耗 6 个硫代硫酸根；

“ $\frac{1}{4}$ ”指每个葡萄糖单元需要消耗 4 个重铬酸根；

“ $\frac{100}{10.4}$ ”指从 100 g 粘胶液中取出 10 mL（相当于 10.4 g）用于析出纤维素。

2.6 粘胶过滤法中黄化反应参数设定

2.6.1 预碱化碱液浓度

本标准规定的预碱液浓度 13.7% 系依据 FZ/T 50010.13-2024 标准中粘胶过滤法测试要求确定，该取值基于系统性试验验证。该浓度可使纤维素达到充分且适度的碱化状态，在有效破坏分子间氢键、促进纤维润胀的同时，避免因碱浓度过高引发的纤维素过度降解或碱性水解，从而保证后续黄化反应的均匀性及纤维素黄酸酯的生成效率。在该浓度下，粘胶溶液的过滤性能呈现适宜的阻力范围，不同溶解级纸浆样品间的反应性能差异可获得明显区分，满足测试方法的辨别力要求。

2.6.2 黄化反应温度

本标准规定黄化反应温度为 20 ± 0.5 °C。该温度范围的确定基于以下考量。首先，二硫化碳的沸点为 46.3 °C，若反应温度过高，体系中二硫化碳挥发损失显著增加，导致有效反应物浓度下降，黄化程度降低；温度过低则反应速率过缓，规定时间内难以达到所需的酯化程度，影响测试结果的稳定性。其次，黄化反应属于放热反应，较低的温度环境有利于反应平衡向生成物方向移动，促进反应深度进行。试验表明，在 20 ± 0.5 °C 范围内，二硫化碳的挥发损失可控，同时纤维素黄酸酯的生成速率适中，不同溶解级纸浆样品间的反应性

能差异可得到有效区分。此外，该温度条件可通过常规恒温水浴准确控制，具有良好的精密度与重现性。综合以上因素，将黄化反应温度限定在 $20\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

2.6.3 二硫化碳用量

本标准针对不同种类溶解级纸浆分别规定了二硫化碳用量，具体为：短丝棉溶解级纸浆 5 mL、长丝棉溶解级纸浆 7 mL、麻溶解级纸浆 5 mL、木溶解级纸浆 8 mL、竹溶解级纸浆 11~13 mL。上述用量的确定基于各类溶解级纸浆在粘胶过滤法测试中对二硫化碳反应需求的系统试验结果。不同种类溶解级纸浆因其原料来源、纤维素聚合度、结晶度、纤维形态及杂质含量的差异，在黄化反应过程中对二硫化碳的消耗速率和最佳用量存在显著区别。若二硫化碳用量偏低，则碱纤维素黄化不充分，生成的纤维素黄酸酯取代度不足，导致粘胶溶解不良，过滤阻力增大；若用量偏高，则不仅造成试剂浪费，还可能加剧副反应，影响测试结果的真实反映能力。通过分别测定各溶解级纸浆在不同二硫化碳用量下的粘胶过滤性能，以过滤速度最快且结果稳定、重复性良好的临界用量为选定依据，最终确定上述各值。

具体而言，麻溶解级纸浆与短丝棉溶解级纸浆反应活性相近，适宜用量均为 5 mL；长丝棉溶解级纸浆纤维素结构较为致密，需增加至 7 mL；木溶解级纸浆因半纤维素含量较高或纤维形态特殊，需要 8 mL 方能达到充分黄化；竹溶解级纸浆因纤维素聚合度高、结晶结构紧密，对二硫化碳的吸收与反应需求最大，确定用量为 11~13 mL。

2.6.4 黄化反应时间

本标准规定黄化反应时间为 4 h。研究表明，在标准规定的碱液浓度、温度及二硫化碳用量条件下，4 h 足以使各类溶解级纸浆的碱纤维素达到充分的黄化程度，生成适宜取代度的纤维素黄酸酯，且不同溶解级纸浆间的反应性能差异可在该时间尺度上得到稳定体现。若黄化时间不足，则反应尚未达到平衡，碱纤维素中残留的未反应部分较多，黄酸酯取代度偏低，导致后续溶解不充分，过滤性能测试结果不能真实反映溶解级纸浆的潜在反应能力；若黄化时间过长，可能引发纤维素黄酸酯的降解或重排副反应，使粘胶溶液的过滤阻力反常升高，同样影响结果的准确性。通过测定不同黄化时间下的过滤性能与取代度变化曲线，发现 4 h 时反应基本趋于稳定，过滤速度进入平台期，且重复试验的相对偏差最小，表明该时长兼顾了反应充分性与测试效率。将该时间与标准中的温度、碱浓、二硫化碳用量等参数协同固定，共同构成一套精密度和重现性良好的标准测试体系。

2.6.5 结果表示

本标准规定，测试结果以溶解级纸浆的粘胶液收集体积自 25 mL 至 50 mL 以及自 125 mL 至 150 mL 两个区段分别所需的过滤时间（s）表示。若溶解级纸浆的粘胶液无法全部通过过滤网，则记录 5 min 内通过过滤网的粘胶体积（mL），以此间接表征反应性能。该测量范围的设计基于流体力学与过滤理论以及长期实验积累：前后两个相同体积过滤段的时间差，能够有效抵消初始条件和粘胶绝对粘度对过滤速度的影响，从而突出因滤网堵塞导致的流速衰减。其中，25 mL~50 mL 区段反映初始良好状态下的过滤能力，125 mL~150 mL 区段反映经历堵塞后的过滤能力，二者的时间差放大了溶解级纸浆中不溶性杂质（如未反应物、凝胶等）对过滤的阻碍效应，是评价反应性能最直接、最灵敏的指标。

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效益、社会效益和生态效益

1 福克检测方法及样品验证结果

基于上述研究结论，试验中对福克测试的主要测定条件作以下规定。

- （1）溶解级纸浆样品在测试前置于恒温恒湿室中风干至 7.5% 的水分含量。
- （2）黄化反应碱浓精确控制为 9%（质量浓度）。
- （3）采用恒温水浴控制黄化反应温度在 19 ± 0.5 °C。
- （4）二硫化碳用量采用 1.3 mL。
- （5）黄化反应时间采用 3 h。

为了验证福克测试结果的稳定性，试验中分别对样品 I 和样品 II 在不同时间进行反应性能的重复测定，结果如表 2 所示。在该测定条件下，福克测试结果的标准方差为 1% 左右，极差为 3% 左右，与原方法相比，结果稳定性大幅提高。

表2. 福克反应性能测试结果的稳定性

样品	福克反应性能/%	标准方差/%	极差/%
I	49.66	1.08	3.18
	48.75		
	49.78		
	50.71		
	49.17		
	47.53		
II	49.62	0.95	2.56
	50.85		
	52.18		
	50.88		
	51.53		

对不同原料的溶解级纸浆的近百种样品测试福克反应性能，结果如图5所示，结果一般分布在三个区域内，10~30%为反应性能较差的样品，一般普通溶解级浆样在50%左右，高品质的或者反应性能较高的浆样分布在70~90%甚至超过90%。

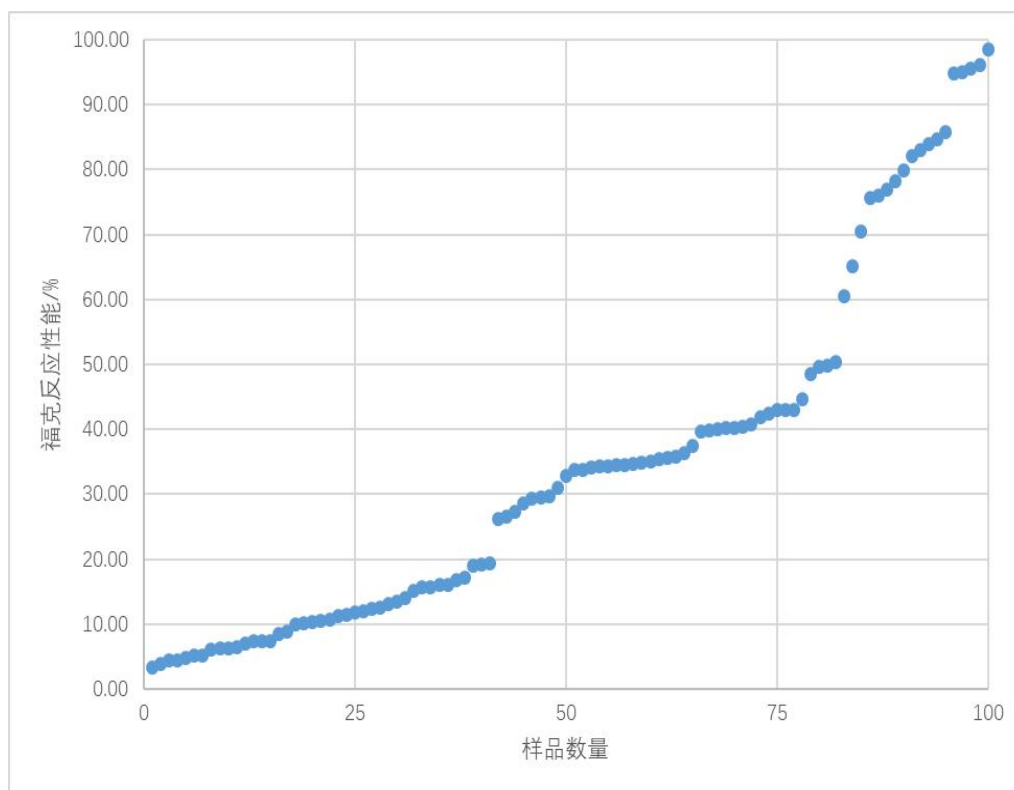


图5. 样品的福克反应性能测试结果

2 粘胶过滤检测方法及样品验证结果

基于上述研究结论，试验中对粘胶过滤法测试的主要测定条件作以下规定。

- (1) 溶解级纸浆样品在测试前风干处理。
- (2) 黄化反应碱浓精确控制为 13.7%（质量浓度）。
- (3) 采用恒温水浴控制黄化反应温度在 20 ± 0.5 °C。
- (4) 二硫化碳用量：短丝棉溶解级纸浆 5 mL、长丝棉溶解级纸浆 7 mL、麻溶解级纸浆 5 mL、木溶解级纸浆 8 mL、竹溶解级纸浆 11~13 mL。
- (5) 黄化反应时间采用 4 h。

为了验证粘胶过滤法测试结果的稳定性，试验中对样品A和样品B在不同时间分别进行反应性能的重复测定，结果如表3所示。其中，样品A的粘胶液可以全部通过过滤网，测试结果以收集体积自25 mL至50 mL以及自125 mL至150 mL两个区段分别所需的过滤时间(s)表示（精确至0.1 s）；样品B的粘胶液无法全部通过过滤网，则记录5 min内通过过滤网的粘胶体积（mL）（精确至1 mL），以此间接表征反应性能。在该测定条件下，粘胶过滤法的测试结果标准方差分别为1.34%和2.39%，极差分别为3.5%和6%，表明测试结果可靠，方法可行。

表3. 粘胶过滤反应性能测试结果的稳定性			
样品	粘胶过滤反应性能/s	标准方差/%	极差/%
A	76.1	1.34	3.5
	75.8		
	74.5		
	77.2		
	78.0		
样品	粘胶过滤反应性能	标准方差/%	极差/%
B	/mL	2.39	6
	25		
	22		
	27		
	24		
	28		

3 预期的经济效益、社会效益和生态效益

在经济效益方面，统一科学的检测标准可为上游浆厂提供精准的质量控制与改进依据，帮助企业生产出反应性能更优的浆料，推动溶解浆产品向高端化升级。溶解浆本身附加值较高，售价可比普通纸浆高出约2000~3000元/吨，生产实践表明，此类溶解浆创新技术仅在其自身及关联企业应用，经济效益非常可观。此外，优良的反应性能可使下游企业在实际生产中降低化学品消耗与废料产生率，从而显著降低生产成本。

在社会效益方面，本标准的实施有助于提升我国高品质纤维的自主生产能力和水平，推动“产学研用”深度融合，加速高端科技人才的培养与积累。同时，该标准的实施将有力缓解我国溶解浆长期依赖进口的局面，并通过标准引领国内生产企业提升产品质量和性能，对于保障纺织、新材料等下游关键产业的供应链安全具有重要的战略意义。此外，造纸等传统产业正面临转型升级的压力，通过高标准的产品和工艺，能够有效盘活现有浆厂资产，提升行业整体的竞争力和可持续发展能力，并为社会创造大量就业岗位。

在生态效益方面，反应性能的改善可从源头上促进清洁生产。反应性能好的溶解浆能更高效地参与化学反应，可有效降低二硫化碳等化学药品的消耗，进而减少其挥发与排放，显著降低生产过程中的有毒有害物质释放，减轻末端治理的压力。配合更精准的质量控制，

还能减少因性能不达标而造成的原料和能源浪费，在提升资源利用效率的同时有效降低环境负荷，对构建绿色、循环、低碳的现代产业体系提供有力支撑。

综上，《纸浆（溶解级） 反应性能的测定》标准的制定，预期将产生显著的经济效益、社会效益和生态效益。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

本标准在编制过程中未查询到国外标准，本标准达到国内先进水平。

五、以国际标准为基础的起草情况，以及是否合规引用或者采用国际国外标准，并说明未采用国际标准的原因

本标准未以国际标准为基础起草，因此未引用或采用国际国外标准。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

本标准与现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在起草过程中未出现重大分歧意见。

八、涉及专利的有关说明

本标准起草过程中未发现涉及专利的情况。

九、实施国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

该标准发布后，建议组织标准宣贯推动标准的实施，建议发布后 6 个月实施。该标准为制定标准，无废止现行相关标准的情况。

十、其他应当说明的事项

无。

标准起草小组

2026 年 06 月