



中华人民共和国国内贸易行业标准

SB/T 10404—2006

水载型防腐剂和阻燃剂 主要成分的测定

Determination of active components in waterborne
preservatives and fire-retardants

2006-05-12 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国商务部 发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 试剂	1
5 取样及试样制备	1
6 处理溶液 pH 值的测定	2
7 氨溶防腐剂及阻燃剂配方中氨的测定	2
8 含砷防腐剂中砷的测定	3
9 含铬防腐剂中铬的测定	4
10 含铜防腐剂中铜的测定	4
11 磷酸盐的测定	6
12 三氧化二硼的测定	7
13 柠檬酸的测定	8
14 ACQ 防腐剂中 DDAC(BAC)的测定	9

前 言

本标准由中华人民共和国商务部提出并归口。

本标准负责起草单位：木材节约发展中心。

本标准参加起草单位：木材节约发展中心、广东省林业科学研究院、东莞天保木材防护科技有限公司。

本标准主要起草人：喻迺秋、苏海涛、张燕君、陈利芳、金重为、陶以明、马守华。

本标准为首次发布。

水载型防腐剂和阻燃剂 主要成分的测定

1 范围

本标准规定了水载型防腐剂及阻燃剂 pH 值、氨、砷、铬、铜、磷酸盐、硼、柠檬酸、二癸基二甲基氯化铵(DDAC)或十二烷基苄基二甲基氯化铵(BAC)等活性成分的分析方法。

本标准适用于处理溶液 pH 值的测定、氨溶防腐剂和阻燃剂中氨的测定、含砷防腐剂中砷的测定、含铬防腐剂中铬的测定、含铜防腐剂中铜的测定、C 型阻燃剂配方中磷酸盐的测定、四硼酸钠木材防腐剂及由其配制的处理溶液中硼的测定、防腐剂中柠檬酸含量的测定、ACQ 防腐剂中 DDAC(BAC)含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 14019—1992 木材防腐术语

3 术语和定义

GB/T 14019—1992 确定的术语和定义适用于本标准。

4 试剂

本标准中所使用的水均为蒸馏水或去离子水。所用的化学试剂除特别注明外,均为分析纯级的化学试剂。

5 取样及试样制备

5.1 取样

5.1.1 当被测的物品是液体时,应充分混合以保证均匀。试样至少有 500 mL,最好是 1 000 mL。可以随机取样,或用其他方式取到有代表性的试样。当被测物品是水溶液时,应使用玻璃或其他适宜的材料制成的密闭容器。

5.1.2 当被测的物品是固体混合物时,试样至少为 300 g。试样应取自容器内的不同部位以得到有代表性的试样。试样应放在密闭的容器内,以避免因含水率变化或与空气发生化学反应而使样品的成分改变。

5.2 试样的制备

一般,分析方法都规定固体或液体试样中应含有 0.2 g~0.5 g 被测的成分,最好称取比规定更多的试样,将其溶解在一定数量的溶剂中,从中取出规定数量所含的成分进行分析。一般来说,每升溶液中含有 10 g~14 g 固体物质就足够了。对于取自工作溶液贮槽或工厂中其他设备中的溶液试样,应立即在室温下过滤,而不应该在分析时才过滤。当对试样进行分析,发现有沉淀或有固体物质粘附在容器上时,必须在分析前将溶液充分混合以求得到有代表性的试样。

当试样是由木粉经湿灰化处理而制得的溶液,且有一种以上的成分待测定时,应将溶液分成适当的份数。

6 处理溶液 pH 值的测定

pH 值应该用玻璃电极或其他任何常用的方法测定,但所测得的结果应位于用玻璃电极测得的 pH 值相差 0.1 的范围之内。

7 氨溶防腐剂及阻燃剂配方中氨的测定

7.1 试剂

- a) 0.1% 溴甲酚绿指示剂溶液;
- b) 氧化镁粉末;
- c) 邻苯二甲酸氢钾,优级纯;
- d) 4% 硼酸溶液;
- e) 1.0% 酚酞指示剂溶液;
- f) 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.2\text{ mol/L}$;
- g) 氢氧化钠溶液:0.2 mol/L。

7.2 仪器设备

用橡皮塞将雾滴分离器和 500 mL 凯氏烧瓶连接起来的装置。

7.3 分析步骤

按要求安装好蒸馏装置,但不要与 500 mL 凯氏烧瓶连接起来。将约 75 mL 的硼酸溶液放入作为受器的 500 mL 锥形瓶中,加 4~5 滴溴甲酚绿指示剂,调节锥形瓶的位置,使冷凝管的管尖正好浸没在硼酸溶液中;

用分析天平称取试样(精确至 0.000 1 g,相当于 0.15 g NH_3 或 NH_4^+),放入凯氏烧瓶,用蒸馏水稀释至 200 mL,加入几粒玻璃珠以防溶液暴沸,再加入 5.0 g 氧化镁,立即通过雾滴分离器上的橡皮塞将凯氏烧瓶连接至装置的其余部分;

确定所有的连接处都很紧密,且冷凝器的管尖正好低于硼酸溶液的液面后,用文火加热装有内容物的凯氏烧瓶。在整个蒸馏过程中注意调节锥形瓶的高度,使冷凝管的管尖始终低于但又接近锥形瓶中的硼酸溶液液面;

蒸馏完成后,降低受器的位置,移去热源,用蒸馏水洗涤冷凝管和管尖,并将洗涤水收集在受器中;用硫酸标准溶液滴定形成的硼酸铵溶液。

7.4 计算

试样中氨活性成分的含量 w ,以 NH_3 或 NH_4^+ 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$W = V \times c \times f \times 100 / M \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——硫酸标准溶液的消耗量,单位为毫升(mL);

c ——硫酸标准溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

f ——活性成分系数;

M ——试样的质量,单位为克(g)。

活性成分	系数
NH_3	1.703
NH_4^+	1.804

取两次平行测定的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果之差不大于 0.2%。

8 含砷防腐剂中砷的测定

8.1 试剂

- a) 浓盐酸(36%);
- b) 次磷酸(50%);
- c) 浓硫酸(98%);
- d) 溴酸钾溶液: $c(1/6 \text{ KBrO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$;
- e) 0.1%甲基橙溶液。

8.2 分析步骤

称取样品(精确至 0.000 1 g, 当于 0.03 g As_2O_5), 放入 250 mL 的高脚烧杯中, 加入足够的水以使总体积达到约 50 mL;

加入 50 mL 浓盐酸;

加入 20 mL 次磷酸, 充分混合, 在蒸汽浴上加热至形成沉淀;

将混合物加热至沸腾, 慢火煮 15 min;

用 10 mL 的古氏坩埚, 垫上酸洗石棉, 趁热过滤溶液, 用水充分洗涤沉淀物及高脚烧杯;

将装有沉淀物的古氏坩埚放在产生沉淀的同一高脚烧杯中, 弃去滤液;

在烧杯中加入 10 mL 硫酸, 在明火上边加热边搅拌, 直至产生大量烟气(应在通风橱里进行);

当烧杯和内容物冷却后, 缓慢小心地加入 100 mL 水。开始加入时尤其需要注意, 因为加水会产生大量的热;

加入 5 mL 盐酸和 2 滴 0.1% 甲基橙溶液, 立即用装在 10 mL 酸式滴定管中的溴酸钾标准溶液滴定;

当溶液变成无色, 即达到终点。

注意:

如果分析的试样是由高氯酸混合物消化的木材试样, 那么由于试样中含有高氯酸和强还原剂次磷酸, 如果蒸发太快, 可能发生强烈危险的爆炸。不要煮沸超过规定的时间, 并用一小块表面皿盖在高脚烧杯口上, 以减少蒸发。

8.3 计算

试样中砷活性物的含量, 以五氧化二砷(As_2O_5)计, 数值以%表示, 按式(2)计算:

$$W = 0.5746V/M \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

W ——试样中 As_2O_5 的含量, %;

V ——溴酸钾标准溶液的滴定用量, 单位为毫升(mL);

M ——试样的质量, 单位为克(g);

0.5746——换算系数。

若以木材试样中 As_2O_5 载药量 R 来表示, 数值以(kg/m^3)表示, 按式(3)计算:

$$R = W \times d/100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

W ——木材试样中 As_2O_5 的含量, %;

d ——木材试样密度, 单位为千克每立方米(kg/m^3)。

取两次平行测定的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果之差不大于 0.3%。

9 含铬防腐剂中铬的测定

9.1 试剂

- 磷酸(85%,密度为1.71);
- 0.2%二苯胺磺酸钡水溶液;
- 硫酸亚铁铵-硫酸混合溶液:将50 g 硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 和25 mL 浓硫酸混合,用水配成1 000 mL的溶液;
- 1:1 硫酸水溶液(体积比);
- 重铬酸钾溶液: $c(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.200 0 \text{ mol/L}$ 。

9.2 分析步骤(取样后应尽快分析)

用分析天平准确称取试样(精确至0.000 1 g,相当于0.03 g CrO_3),置于500 mL的锥形瓶中,加入足够的水,使其总体积约为200 mL;

加入3 mL 磷酸和6 mL 1:1 的硫酸水溶液,充分搅拌均匀;

立刻吸取10.00 mL 硫酸亚铁铵-硫酸混合溶液加入至上述溶液中,并加10滴二苯胺磺酸钡溶液;

立即从10 mL 酸式滴定管中滴入重铬酸钾标准溶液;

当溶液的颜色变为深紫色或深绿色时即到达终点。

空白试验:准确吸取10.00 mL 用于上述分析的硫酸亚铁铵-硫酸混合溶液放至另一个500 mL 锥形瓶中,用水稀释至200 mL,加入3 mL 磷酸和6 mL 1:1 的硫酸溶液,再加入10滴二苯胺磺酸钡溶液,立即用10 mL 酸式滴定管中的重铬酸钾标准溶液滴定。因为硫酸亚铁铵溶液的浓度变化很快,所以要定期进行标定。

9.3 计算

试样中铬活性物的含量,以三氧化铬(CrO_3)计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$W = 0.666 8 (V_2 - V_1) / M \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

W ——试样中 CrO_3 的含量,%;

V_2 ——滴定空白溶液中所用去的重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定试样溶液中所用去的重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——试样的质量,单位为克(g);

0.666 8——换算系数。

若以木材试样中 CrO_3 载药量 $R(\text{kg}/\text{m}^3)$ 表示,按式(5)计算:

$$R = W \times d / 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

W ——木材试样中 CrO_3 的含量,%;

d ——木材试样密度,单位为千克每立方米(kg/m^3)。

取两次平行测定的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果之差不大于0.2%。

10 含铜防腐剂中铜的测定

10.1 试剂

- 浓氢氧化铵(25%);
- 浓盐酸(36%);
- 浓硫酸(98%);
- 甲醇或乙醇;
- 20%的碘化钾溶液;

- f) 20%硫氰酸钠溶液;
- g) 1%淀粉指示剂溶液;
- h) 0.100 0 mol/L 硫代硫酸钠溶液:取 26 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),加入新鲜经冷却的蒸馏水使之溶解,加 1.0 g Na_2CO_3 作为防腐剂并稀释至 1 000 mL,混匀,保存于棕色瓶中,在暗处放置(7~14)d 后标定;
- i) 0.050 0 mol/L 硫代硫酸钠溶液:准确吸取 0.100 0 mol/L 硫代硫酸钠溶液 25 mL,加新煮沸并冷却的蒸馏水至 50 mL。该溶液应该在使用前制备并标定;
- j) 氯酸钾-硝酸混合液:将 5 g 氯酸钾溶解在 100 mL 的浓硝酸中,该溶液应在使用时即配即用,不能使用过期的溶液。

10.2 分析步骤

用分析天平准确称取试样(精确至 0.000 1 g,相当于 0.02 g CuO)。置于 300 mL 的锥形瓶中,加 10 mL 水、10 mL 浓盐酸和几粒玻璃珠,小心地加入 15 mL 乙醇,慢慢加热至沸腾,继续加热至溶液的黄绿色完全消失,这表示所有的铬已经被还原,此时,溶液应是清澈的蓝绿色(如果试样是氨溶砷酸铜锌,那么应该在通风橱中进行沸腾操作);

用水冲洗锥形瓶壁,煮沸 1 min,冷却,小心地用浓氢氧化铵中和至刚刚出现永久性沉淀,当样品中含铜量较少时,可能不会形成沉淀。此时,用浓氢氧化铵来调节 pH 值,直至用 pH 试纸检测时溶液略呈碱性。逐滴加入浓硫酸至溶液变成酸性(pH3~4)为止。将溶液煮沸蒸发至 30 mL,冷却到 20℃ 以下,然后稀释到 125 mL;

加入 10 mL 20%的碘化钾溶液和 5 mL 20%硫氰酸钠溶液,并摇动锥形瓶使之充分混合,用 0.05 mol/L 的硫代硫酸钠标准溶液来滴定。当碘的浅棕色刚要消失前加入 2 mL 淀粉溶液,当溶液颜色从深蓝色变为浅绿色时,停止滴定。对于氨溶砷酸铜锌试样而言,终点则是从深蓝色变成乳白色(如果终点不明显,看 10.3 中的注)。

10.3 计算

试样中铜活性物的含量,以氧化铜(CuO)计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$W = V \times c \times 7.96 / M \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

W ——试样中氧化铜的含量,%;

V ——滴定所用硫代硫酸钠标准溶液体积,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准溶液摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——试样质量,单位为克(g);

7.96——换算系数。

若以木材试样中氧化铜载药量 $R(\text{kg}/\text{m}^3)$ 表示,按式(7)计算:

$$R = W \times d / 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

W ——木材试样中氧化铜的含量,%;

d ——木材试样密度,单位为千克每立方米(kg/m^3)。

注:试样如果含有机物质,会干扰铜的分析,滴定不正常,在分析前可用如下方法消除干扰:

- a) 将试样置于 300 mL 的锥形瓶中,加入 10 mL 氯酸钾-硝酸混合物,然后不停搅动,煮到干,然后在明火上烘烤残留物约 1 min;
- b) 冷却,加入 20 mL 水和 10 mL 浓盐酸,煮沸以破坏过量的氯酸盐并溶解盐类;
- c) 冷却,然后按照 10.2 中描述的方法从“加入 15 mL 乙醇”开始,继续往下进行分析。

取两次平行测定的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果之差不大于 0.2%。

11 磷酸盐的测定

11.1 试剂

- a) 1%酚酞指示剂溶液;
- b) 1 mol/L HCl 溶液;
- c) 1 mol/L NaOH 溶液;
- d) 钼酸铵溶液:取 150 g 钼酸铵,用 1 000 mL 蒸馏水溶解,把 390 mL 浓硝酸注入 610 mL 的蒸馏水中,然后将稀释的硝酸溶液加进钼酸溶液中,静置几天后,倾析出清液,存放在玻璃瓶中;
- e) 1%硝酸溶液;
- f) 浓硝酸(70%);
- g) 浓盐酸(36%);
- h) 浓氢氧化铵(25%);
- i) 1%硝酸铵溶液;
- j) 邻苯二甲酸氢钾;
- k) 石蕊试纸。

11.2 分析步骤

11.2.1 容量分析方法

准确吸取 10.00 mL 溶液至 500 mL 的锥形瓶中,加入 30 mL 浓硝酸和 5 mL 浓盐酸,煮沸至棕色烟变为无色蒸气,继续煮沸至剩下约 5 mL 液体,冷却到 38℃;

加入 5 mL 浓氢氧化铵,并在溶液中投入一片石蕊试纸,试纸将变成蓝色。如果未变蓝,则再加几滴浓氢氧化铵,直至试纸变蓝;

用浓硝酸来调节溶液的酸度,直至新投入的石蕊试纸刚好变红,再加 3 滴使其过量;

将盛有溶液的锥形瓶放在 24℃~27℃ 的恒温水浴中;

对于磷酸盐浓度小于或等于 15% 的溶液,加 50 mL 已过滤的钼酸铵溶液;对于浓度介于 16%~25% 之间的溶液,加 75 mL 的钼酸铵溶液;对于浓度大于 25% 的溶液,加 100 mL 的钼酸铵溶液;

加钼酸铵溶液时要强力振荡,然后再间歇振荡 30 min;

0.5 h 后用中性石棉纤维垫在古氏坩埚上抽真空过滤;用 1% 的硝酸溶液洗净锥形瓶,并用 1% 的硝酸溶液洗涤古氏坩埚中的沉淀物 2 次;

用 1% 的硝酸铵溶液洗涤沉淀物几次,再用水洗涤沉淀物 1 次,弃去所有的滤液;

将盛有黄色沉淀的古氏坩埚转移至 400 mL 的烧杯中,吸取 25.00 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液加至古氏坩埚中,并用搅拌棒搅松石棉垫;

用水洗净古氏坩埚并将其取走。此时所有的黄色沉淀物都应该完全溶解,如果还未完全溶解,则再加 25.00 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液,直至沉淀完全溶解;

加 3 滴酚酞指示剂,并用 1 mol/L 盐酸标准溶液滴定至由红色变成无色即为终点;

吸取与溶解黄色沉淀相同体积的 1 mol/L 的氢氧化钠(准确至 0.01 mL)和酚酞指示剂,制备一个空白样品,用同样的 1 mol/L 盐酸标准溶液来滴定。

11.2.2 重量分析方法

与在容量分析法一样吸收 10 mL 溶液试样进行消化,将溶液洗进 400 mL 的烧杯中,按容量分析法加入钼酸铵,包括间歇振荡 30 min;

0.5 h 后用已称过的铺有中等纤维细度的石棉垫的古氏坩埚进行真空抽滤;

用 1% 硝酸清洗烧杯直至所有的黄色沉淀被转移至古氏坩埚里;

用 1% 硝酸溶液加满古氏坩埚,洗涤黄色沉淀 5 次,两次洗涤之间都要将沉淀物吸干;

最后,用蒸馏水加满古氏坩埚,洗涤沉淀物,并尽量将水吸干;

在 104℃烘箱中将古氏坩埚和沉淀物烘干 2 h,称量。

11.3 计算

11.3.1 容量法计算

试样中磷酸盐活性物的含量,以磷酸氢二铵 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$W = (V_1 - V_2) \times 0.05744 \times c/d \dots\dots\dots(8)$$

式中:

W ——试样中 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 的含量,%;

V_1 ——滴定空白样品所耗用盐酸标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定试样所耗用盐酸标准溶液体积,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

d ——试样溶液密度,单位为千克每立方米(kg/m^3);

0.05744——换算系数。

取两次平行测定的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果之差不大于 0.2%。

11.3.2 重量法计算

试样中磷酸盐活性物的含量,以磷酸氢二铵 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$W = M \times 0.704/d \dots\dots\dots(9)$$

式中:

W ——试样中 $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ 的含量,%;

M ——黄色沉淀物质量,单位为克(g);

d ——试样溶液密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3);

0.704——换算系数。

取两次平行测定的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果之差不大于 0.3%。

12 三氧化二硼的测定

12.1 试剂

- 甘露糖醇粉末;
- 盐酸:约 0.5 mol/L,不必标定;
- 氢氧化钠溶液:0.5 mol/L,用试剂级的硼酸标定并精确测定其摩尔浓度,用 c_{NaOH} 表示;
- 1%酚酞指示剂;
- 0.1%甲基红指示剂。

12.2 分析步骤

将约 1.0 g(精确至 0.001 g)的固体防腐剂溶解在约 100 mL 的水中,加热,在滴定之前要冷却至室温;

加 3 滴甲基红指示剂,并搅拌均匀,加入盐酸至溶液变成桃红色,再加入 1 mL 盐酸,使其过量;

慢慢煮沸该溶液 3 min 以除去二氧化碳,在冰浴中冷却至室温;

用氢氧化钠标准溶液滴定至桃黄色(甲基红的中和点),不需记录到此中和点所用的酸和碱的体积;

加 6 滴甲基红指示剂,8 滴酚酞指示剂和过量的甘露糖醇粉末(约 30 g ~ 35 g),搅拌至完全溶解,溶液将变成红/桃红色;

用氢氧化钠标准溶液小心地慢慢滴定该溶液,颜色将从红/桃红色变至黄色,最后又回到桃红色,即为终点;

为确定滴定是否完成,再加大约 10 g 甘露糖醇粉末至溶液中,并搅拌溶解,如果溶液变回黄色,则需继续滴定。如果加入甘露糖醇粉末后,溶液的颜色不变,说明滴定已经完成了。记录所加入的氢氧化钠标准溶液体积读数(mL),用 V_{NaOH} 表示。

在分析处理溶液试样时,准确称取 5 g~7 g(精确至 0.001 g)处理溶液放入 250 mL 的锥形瓶中,作为试样的质量,以 g 表示,加蒸馏水,使其总体积约为 100 mL,混合均匀,从本分析步骤的“加 3 滴甲基红指示剂”开始进行分析。

12.3 计算

试样中硼活性物含量,以三氧化二硼(B_2O_3)计,数值以%表示,按式(10)计算:

$$W = 3.481 \times V_{\text{Na}} \times c_{\text{Na}} / m \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

W ——试样中 B_2O_3 的含量,%;

V_{Na} ——氢氧化钠标准溶液消耗量,单位为毫升(mL);

c_{Na} ——氢氧化钠标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——试样质量,单位为克(g);

3.481——换算系数。

换算成硼(B)的含量,则按式(11)计算:

$$W_1 = 0.3106 \times W \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:

W_1 ——试样中 B 的含量,%;

W ——试样中 B_2O_3 的含量,%;

0.3106——换算系数。

取两次平行测定的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果之差不大于 0.3%。

13 柠檬酸的测定

13.1 试剂

- a) 乙酸酐;
- b) 吡啶;
- c) 三氯乙酸溶液:0.18 mol/L,将 30.0 g 三氯乙酸溶解在软水中,并稀释至 1 000 mL;
- d) 柠檬酸标准溶液(1 000 $\mu\text{g/mL}$ $C_6H_8O_7$):将 1.530 7 g 试剂级的二水柠檬酸三钠溶解在软水中,并稀释至 1 000 mL。

13.2 设备装置

- a) 磨木机;
- b) 灵敏度为 0.1 mg 的分析天平;
- c) 可读 420 nm 的分光光度计;
- d) 具有搅拌功能的恒温水浴。

13.3 试样的制备

13.3.1 木材试样

将木材试样在 105℃干燥 4 h~24 h,放在干燥器中冷却,然后磨碎至可通过 1.0 mm 的筛网;

称取 7 g~10 g 试样,准确至 0.001 g,并将其放至 250 mL 的锥形瓶中,向每个装有分析试样的锥形瓶中加入 100 g 0.18 mol/L 三氯乙酸;

盖上盖子,在搅拌下萃取柠檬酸 6h,用玻璃纤维滤纸过滤,收集萃取液作分析用。

13.3.2 处理液试样

称取 0.5 g~5 g 试样(准确至 0.1 mg),置于 100 mL 容量瓶中,用 0.18 mol/L 三氯乙酸稀释至 100 g。试样的数量取决于试样中柠檬酸的浓度,在分析前将试样稀释到 100 $\mu\text{g/mL}$ ~400 $\mu\text{g/mL}$ 的浓度。

13.4 分析步骤

配制柠檬酸浓度为 $0\ \mu\text{g/mL}$, $50\ \mu\text{g/mL}$, $100\ \mu\text{g/mL}$, $200\ \mu\text{g/mL}$, $300\ \mu\text{g/mL}$ 及 $500\ \mu\text{g/mL}$ 的 $0.18\ \text{mol/L}$ 三氯乙酸标准溶液, 用于标准曲线的制作;

用移液管准确吸取 $1\ \text{mL}$ 试样和标准溶液置于不同的试管中;

每支试管加入 $1.3\ \text{mL}$ 吡啶和 $5.7\ \text{mL}$ 乙酸酐, 充分混合均匀;

然后立即把试管放在水浴中, 在 $30\ \text{min}$ 后, 颜色变化完成。再在室温下稳定 $30\ \text{min}$, 用分光光度计测量其在 $420\ \text{nm}$ 处的吸光度。用 $0\ \mu\text{g/mL}$ 柠檬酸标准溶液作为参照物;

作标准曲线并根据试样的吸光度得出其柠檬酸浓度。对于每一组分析都应该做一个空白木材试样的分析。

13.5 计算

试样中柠檬酸活性物含量, 以 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ 计, 数值以%表示, 按式(12)计算:

$$W = c \times (9.79 \times 10^{-5}) \times 100/M \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

W ——试样中 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ 含量, %;

c ——柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$)浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

M ——试样质量, 单位为克(g);

9.79×10^{-5} ——换算系数。

若以木材中柠檬酸载药量 $R(\text{kg/m}^3)$ 表示, 按式(13)计算:

$$R = W \times d/100 \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中:

W ——木材试样中 $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$ 的含量, %;

d ——木材试样密度, 单位为千克每立方米(kg/m^3)。

取两次平行测定的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果之差不大于 0.2% 。

14 ACQ 防腐剂中 DDAC(BAC)的测定

14.1 试剂

- $0.0025\ \text{mol/L}$ 的四苯硼钠溶液: 称取 $0.865\ \text{g}$ 四苯硼钠, 用蒸馏水溶解, 然后转移至 $1000\ \text{mL}$ 的容量瓶中, 并用蒸馏水稀释至刻度;
- 0.1% 的 $2',7'$ -二氯荧光黄指示剂溶液: 将 $0.1\ \text{g}$ $2',7'$ -二氯荧光黄溶解在 $100\ \text{mL}$ 异丙醇中;
- $0.004\ \text{mol/L}$ 的海明 1622 溶液: 在 105°C 将海明 1622 烘至恒重, 然后称取 $1.75\ \text{g} \sim 1.85\ \text{g}$ (准确至 $0.1\ \text{mg}$) 用蒸馏水溶解, 转移到容量瓶中并稀释至 $1000\ \text{mL}$;
- 20% 的磷酸溶液;
- 四苯硼钠溶液的标定: 吸取 $10.00\ \text{mL}$ 海明 1622 溶液, 置于 $125\ \text{mL}$ 的锥形瓶中, 加入 $25\ \text{mL}$ 蒸馏水和 7 滴 $2',7'$ -二氯荧光黄指示剂溶液, 用四苯硼钠溶液慢慢滴定至溶液呈柠檬绿色时即为终点, 通常在终点前有沉淀出现。

14.2 分析步骤

称取 $2\ \text{g}$ (精确到 $0.1\ \text{mg}$) 试样放进 $125\ \text{mL}$ 的锥形瓶中, 加入 $25\ \text{mL}$ 蒸馏水, 滴入 20% 的磷酸溶液, 将溶液中和至 $\text{pH} \approx 7$, 加 14 滴 $2',7'$ -二氯荧光黄指示剂溶液, 该溶液将呈桃红色。通过溶液颜色从深蓝色变为带有沉淀的浅蓝色来判断。pH 值应该用 pH 试纸来检测, 以确保溶液已经中和, 避免加入过量的酸。

用四苯硼钠溶液滴定至出现柠檬绿色, 表明已到终点, 记下所用四苯硼钠(STPB)的体积(mL)。

14.3 计算

海明 1622 标准溶液浓度 c_1 按式(14)计算:

$$c_1 = m/448.1 \quad \dots\dots\dots(14)$$

式中:

c_1 ——海明 1622 标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——海明 1622 质量,单位为克(g);

448.1——海明 1622 的摩尔质量,单位为克(g)。

四苯硼钠浓度 c_2 按式(15)计算:

$$c_2 = c_1 V_1 / V_2 \quad \dots\dots\dots(15)$$

式中:

c_2 ——四苯硼钠溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_1 ——海明 1622 标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定时吸取海明 1622 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定所用四苯硼钠溶液的体积,单位为毫升(mL)。

试样中活性物二癸基二甲基氯化铵(DDAC)或十二烷基苄基二甲基氯化铵(BAC)的含量 W ,以 DDAC 或 BAC 计,数值以%表示,按式(16)计算:

$$W = V \times c \times M_w / 10M \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中:

W ——试样中 DDAC(BAC)的含量,%;

V ——滴定所用四苯硼钠溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——四苯硼钠溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M_w ——季铵盐分子质量,DDAC=362.1,BBAC=339.5;

M ——试样质量,单位为克(g)。

取两次平行测定的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果之差不大于 0.3%。