



中华人民共和国国家标准

GB/T 27653—2011

防腐木材中季铵盐的分析方法 两相滴定法

Methods for analysis of quaternary ammonium compounds in
preservative-treated wood—2-Phase titration

2011-12-30 发布

2012-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准参考美国木材防腐协会 AWPA 标准 A18-05《木材中季铵盐的测定 两相滴定法》制定。

本标准由国家林业局提出。

本标准由全国木材标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：广东省林业科学研究院。

本标准参加起草单位：广东省林产品质量监督检验站、国家林业局林产品质量检验检测中心（广州）。

本标准主要起草人：张燕君、苏海涛、陈利芳、谢桂军、居解语、李兴伟。

防腐木材中季铵盐的分析方法

两相滴定法

1 范围

本标准规定了氨(胺)溶季铵铜(ACQ)防腐木材中二癸基二甲基氯化铵(DDAC)和十二烷基苄基二甲基氯化铵(BAC)两种季铵盐的分析方法。

本标准适用于 ACQ 防腐木材中 DDAC 和 BAC 两种季铵盐的分析与检验。

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 14019 木材防腐术语

3 术语和定义

GB/T 14019 确立的术语和定义适用于本标准。

4 季铵盐 DDAC、BAC 的分析

4.1 仪器与设备

- 4.1.1 10 mL 微量滴定管。
- 4.1.2 100 mL 具塞玻璃量筒。
- 4.1.3 50 mL 具塞螺纹提取瓶(聚四氟乙烯)。
- 4.1.4 超声波水浴。
- 4.1.5 植物破碎机。
- 4.1.6 分析天平(0.1 mg)。

4.2 试剂与溶液的配制

4.2.1 试剂

- 4.2.1.1 酸性蓝-1([4,4'-双(二乙氨基)三苯脱水甲醇-2'',4''-二磺酸单钠])。
- 4.2.1.2 溴化底米鏊(3,8-二氨基-5-甲基-6-苯溴化氮杂菲)。
- 4.2.1.3 海明 1622(苄基二甲基-2-[2-对-(1,1,3,3-四甲丁基)苯氧-乙氧基]-乙基氯化铵单水合物,分析纯,99.0%)。
- 4.2.1.4 无水乙醇(分析纯,99.7%)。
- 4.2.1.5 三氯甲烷(分析纯,99%)。
- 4.2.1.6 浓盐酸(分析纯,36%)。
- 4.2.1.7 十二烷基硫酸钠(分析纯,95%)。

4.2.2 溶液的配制

4.2.2.1 0.004 mol/L 十二烷基硫酸钠溶液

称取 1.14 g~1.16 g 十二烷基硫酸钠,置于 250 mL 烧杯中,用蒸馏水(约 100 mL)溶解,加入一滴三乙醇胺,全部转入 1 000 mL 容量瓶,用蒸馏水稀释至刻度。

4.2.2.2 0.004 mol/L 海明 1622 标准滴定溶液

105 ℃干燥海明 1622 至恒重,称取 1.75 g~1.85 g(精确至 0.1 mg)到 250 mL 烧杯中,用蒸馏水(约 100 mL)溶解,然后全部转入 1 000 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度。

4.2.2.3 2.5 mol/L 硫酸溶液

在装有 750 mL 蒸馏水的烧杯中缓慢地加入 140 mL 浓硫酸,一边加酸一边搅拌,冷却后用蒸馏水稀释至 1 000 mL。

4.2.2.4 混合酸性指示剂贮存液

分别称取 0.50 g 溴化底米鏊,0.25 g 酸性蓝-1,置于两个 50 mL 烧杯中,在每个烧杯中加入 20 mL~30 mL 50%(体积分数)的乙醇溶液,搅拌使其溶解,将两种溶液倒入同一个 250 mL 的容量瓶中,用 50%乙醇溶液洗净烧杯,洗液一并倒入容量瓶中,再用 50%乙醇溶液稀释至刻度。

4.2.2.5 混合酸性指示剂溶液

加 50 mL 蒸馏水、20 mL 混合酸性指示剂贮存液至 500 mL 容量瓶中,再加入 20 mL 2.5 mol/L 硫酸溶液,用蒸馏水稀释至刻度,贮存在棕色瓶中,避光保存。

4.2.2.6 0.1 mol/L 盐酸-乙醇提取液

加 8.3 mL 浓盐酸至 1 000 mL 的容量瓶中,用 800 mL 无水乙醇稀释,再用蒸馏水定容。

4.3 试样提取试剂与溶液的配制

用植物破碎机将待测防腐木材样品粉碎,至通过 30 目标准筛,于 125 ℃烘至恒重。称取木粉样品 1.25 g(精确至 0.1 mg)置于 50 mL 具塞螺纹提取瓶中。用移液管加入 25 mL 0.1 mol/L 盐酸-乙醇提取液,旋紧塞子。放置在超声波水浴中处理 3 h,每隔 0.5 h 摇动具塞螺纹提取瓶,使提取充分。样品取出后静置冷却(必要时用离心机分离)。

4.4 分析步骤

4.4.1 用移液管吸取 5 mL 由 4.3 制得的防腐木材提取溶液至 100 mL 具塞量筒中,再加入 20 mL 蒸馏水。

4.4.2 加入 15 mL 三氯甲烷及 10 mL 混合酸性指示剂溶液。

4.4.3 用移液管加入 5 mL 0.004 mol/L 十二烷基硫酸钠溶液。

4.4.4 摇动具塞量筒。此时三氯甲烷层应该是粉红色,如果三氯甲烷层是蓝色的,则是十二烷基硫酸钠溶液不足,需再加入 5 mL 十二烷基硫酸钠溶液。

4.4.5 用 0.004 mol/L 的海明 1622 标准滴定溶液滴定。滴定过程中要充分混合,使反应完全。当滴至三氯甲烷层的粉红色褪去,出现淡灰蓝色时,即为终点。记录滴定所耗用的海明 1622 标准滴定溶液的体积(V)。

4.4.6 空白滴定:用移液管吸取 0.1 mol/L 盐酸-乙醇提取液 5 mL 至 100 mL 具塞量筒中,再加入 20 mL 蒸馏水,加入 15 mL 三氯甲烷及 10 mL 混合酸性指示剂溶液,用移液管吸取等量于在 4.4.3 和 4.4.4 步骤中加入的十二烷基硫酸钠溶液。然后重复 4.4.5 的操作,记录滴定所消耗的海明 1622 标准滴定溶液的体积(V_0)。

4.4.7 整个操作应在通风柜或通风良好的环境下进行。

4.5 结果表示

防腐木材试样中季铵盐的质量分数 ω ,以 DDAC 或 BAC 计,用%表示,由公式(1)计算:

$$\omega = \frac{(V_0 - V) \times c \times M_w}{1\,000 \times m \times V_1/V_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_0 ——滴定空白消耗海明 1622 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V ——滴定样品消耗海明 1622 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——海明 1622 标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M_w ——季铵盐的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

$$M_w(\text{DDAC})=362.1$$

$$M_w(\text{BAC})=354.0$$

m ——样品质量,单位为克(g);

V_1 ——测定时吸取的防腐木材提取溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试样提取中加入的 0.1 mol/L 盐酸-乙醇提取液的体积,单位为毫升(mL)。

结果以两次平行测定结果的算术平均值表示,两次平行测定结果相对误差不大于 3%。

若以防腐木材中 DDAC、BAC 载药量 R (kg/m^3) 表示,则由公式(2)得出:

$$R = w \times d / 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

w ——防腐木材试样中 DDAC(BAC)的质量分数,%;

d ——防腐木材试样的基本密度,单位为千克每立方米(kg/m^3)。