



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4447—2016

木制品中氯含量的测定 管式炉燃烧-硝酸汞滴定法

Determination of chlorine in wood products—The mercuric nitrate titration
method after combustion in the pipe furnace

2016-03-09 发布

2016-10-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：徐小茗、王仑、于仕超、张建文。

木制品中氯含量的测定

管式炉燃烧-硝酸汞滴定法

1 范围

本标准规定了木制品中氯含量的管式炉燃烧-硝酸汞滴定的测定方法。

本标准适用于木制品中氯含量的检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

木制品在氧气和水蒸气混合气体中燃烧和水解,氯全部转化为氯化氢溶于水中。以二苯偶氮碳酰肼-溴酚蓝混合溶剂为指示剂,用硝酸汞标准溶液直接滴定吸收液中的氯离子总量,根据硝酸汞标准溶液消耗量计算木制品中的氯含量。

4 试剂与材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯。所用水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 石英砂:粒度为 0.5 mm~1.0 mm。

4.2 硝酸溶液:1+1。

4.3 硝酸溶液:3+997。

4.4 氢氧化钠溶液:10 g/L。将 1 g 优级纯氢氧化钠溶于 100 mL 水中。

4.5 氯化钠标准溶液: $c(\text{NaCl})=0.05 \text{ mol/L}$ 。将氯化钠置于高温炉中在 500 °C 条件下灼烧 1 h 直至恒量,并置于干燥器中保存,准确称氯化钠 2.922 1 g(精确至 0.000 1 g),然后将其置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。

4.6 硝酸汞标准溶液: $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]=0.05 \text{ mol/L}$ 。

a) 溶液的制备:

称取 $5.43 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 氧化汞(HgO)置于烧杯中,加 20 mL(1+1)硝酸(4.2),再加少量水溶解,将溶液转入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

b) 溶液的标定:

移取 25.00 mL 氯化钠标准溶液(4.5),置于 250 mL 三角瓶中,加 40 mL 水,再加 5~10 滴混合指示剂(4.8),摇匀,逐滴加入硝酸溶液(4.3),直至颜色变为黄色,加入 1 mL 过量酸。用待标定的硝酸汞标准溶液滴定至溶液由黄色变成紫罗兰色为终点。同时作空白实验。

硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{m \times \frac{25}{1\,000}}{M \frac{(V - V_0)}{1\,000}} = \frac{m}{M(V - V_0)} \times 25 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——氯化钠基准试剂的质量,单位为克(g);

M ——氯化钠的毫摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.443$);

V ——测定消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.7 硝酸汞标准溶液: $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]=0.005\text{ mol/L}$ 。吸取 50 mL 标定后的硝酸汞标准滴定溶液(4.6),置于 500 mL 容量瓶中加水稀释[稀释时应补加适量的硝酸溶液(4.2)以防止硝酸汞分解]至刻度,摇匀。

4.8 混合指示剂:将 0.5 g 二苯偶氮碳酰肼、0.05 g 溴酚蓝指示剂溶于 100 mL 无水乙醇中。

5 仪器和设备

5.1 高温燃烧水解装置(参见附录 A),其中:

- 高温炉:最高使用温度 $\geq 1\,050\text{ }^\circ\text{C}$,有 80 mm~100 mm 长的恒温带,控温精度为 $(1\,050 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。
- 燃烧管:透明石英管,能耐温 $1\,300\text{ }^\circ\text{C}$ 以上。
- 蛇形冷凝管。
- 水蒸气发生器:由 500 mL 磨口平底烧瓶和可调压圆盘电炉构成。
- 瓷舟:长 77 mm,高和宽分别为 10 mm,耐温 $1\,100\text{ }^\circ\text{C}$ 以上。
- 流量计:满刻度 1 000 mL/min,最小分度 10 mL/min。

5.2 烘箱:控温精度为 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.3 试验筛:孔径 0.5 mm。

5.4 高温炉:控温精度为 $(500 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

5.5 滴定管:10 mL、25 mL。

6 分析步骤

6.1 试样制备

采用锯、刨、钻等方法制取样品。对于表面经过处理(如:上漆)的木制品,应制取整体或具有代表性的局部,将制取的试样加以粉碎,过孔径为 0.5 mm 的试验筛(5.3),混合均匀,于 $105\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒重,取出,放入干燥器中冷却至室温,备用。

6.2 仪器准备

装备仪器,连接好电路、气和冷却水。将高温炉升温到 $1\,050\text{ }^\circ\text{C}$ 。往 1 号吸收瓶加入约 30 mL 蒸馏水,2 号吸收瓶加入约 20 mL 蒸馏水。开通冷凝管冷却水。塞紧进样推棒橡皮塞,调节氧气流量为 500 mL/min,检查是否漏气。

6.3 高温水解样品

准确称取干燥木制品样品 $(0.200 \pm 0.01)\text{ g}$ (精确至 $0.000\,1\text{ g}$)于瓷舟[5.1e)]中,再用适量石英砂

(4.1)铺盖在上面。把瓷舟放入燃烧管,插入进样推棒,塞紧橡皮塞,通入氧气和水蒸气。把瓷舟前端推到 200 ℃温度区,在 15 min 内分三段(300 ℃,400 ℃,500 ℃)各停留 5 min,然后把瓷舟推到恒温带(1 050±10) ℃并停留 15 min。整个操作过程中应控制水蒸气发生器水的蒸发量为 2 mL/min。燃烧水解完成后,停止通氧气和水蒸气,取下进样棒,将 1 号瓶中溶液倒入 250 mL 三角瓶中,用 2 号瓶中溶液冲洗 1 号瓶,用蒸馏水冲洗吸收瓶及导气管,1 号瓶洗两次,2 号瓶洗两次,洗液直接冲入三角瓶内(控制冲洗用水在 15 mL 以内)。

6.4 测定

向三角瓶中加 5~10 滴混合指示剂(4.8),摇匀,如果显现紫罗兰色,逐滴加入硝酸溶液(4.3),直至颜色变为黄色,加入 1 mL 过量酸。如果加入混合指示剂后呈黄色或橙色,逐滴加入氢氧化钠溶液(4.4)直至颜色变为紫罗兰色,接着逐滴加入硝酸溶液(4.3),直至颜色变为黄色,再加入 1 mL 过量酸。用硝酸汞标准滴定溶液(4.7)滴定至溶液由黄色变成紫罗兰色为终点。同时作空白实验。

7 测定结果的计算

氯含量以质量分数 X 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$X = \frac{cM \frac{(V - V_0)}{1\,000}}{m} \times 100 = \frac{cM(V - V_0)}{10\,m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- c ——硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- M ——氯的毫摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.453$);
- V ——测定消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白测定消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限(r),以大于重复性限(r)的情况不超过 5%为前提,重复性限(r)见表 1。

表 1 方法精密度 %

物质	水平(质量分数)	重复性限 r	再现性限 R
氯	0.054 0	0.004	0.005
	0.614	0.021	0.027
	1.92	0.024	0.035

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),以大于再现性限(R)的情况不超过 5%为前提,再现性限(R)见表 1。

附 录 A
(资料性附录)
高温燃烧水解装置

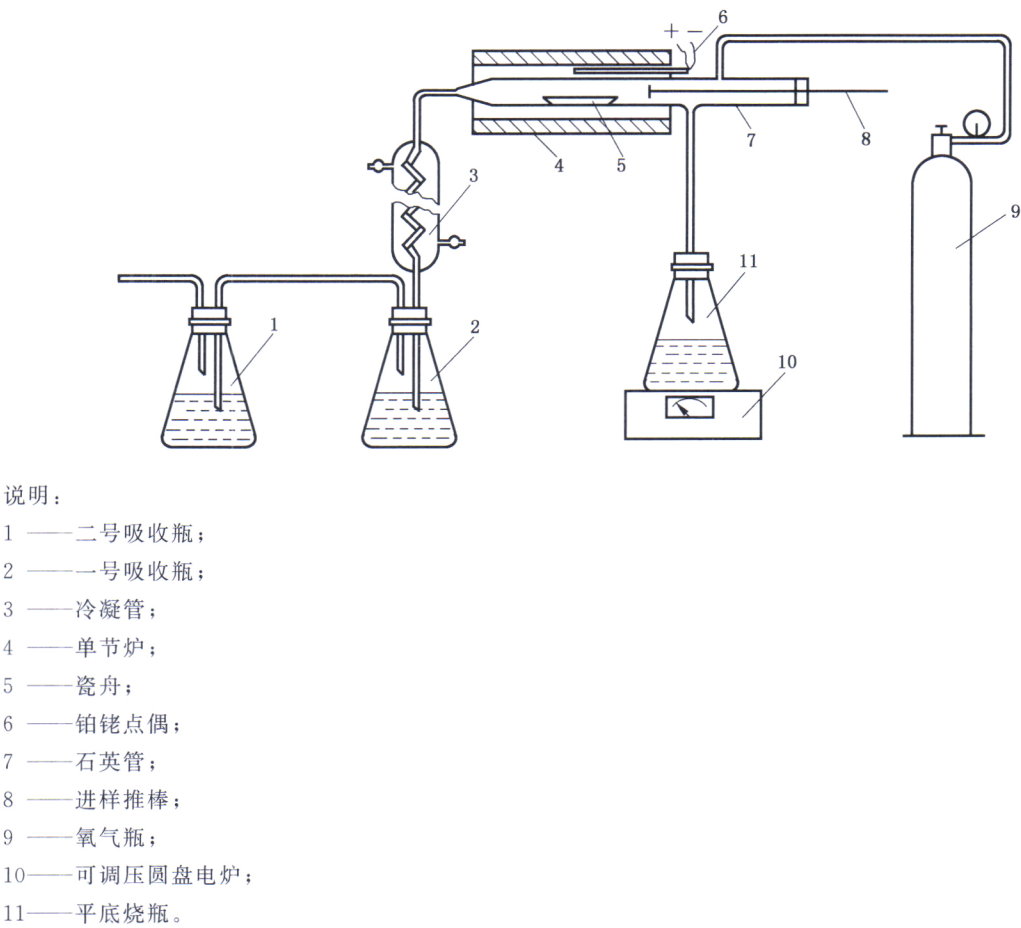


图 A.1 高温燃烧水解装置