МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ДРЕВЕСИНА МОДИФИЦИРОВАННАЯ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТОКСИЧНОСТИ

Издание официальное

БЗ 3—98/495

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН МТК 196 «Древесина модифицированная и изделия из нее»

ВНЕСЕН Госстандартом России

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 13—98 от 28 мая 1998 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Белоруссия	Госстандарт Белоруссии
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 16 октября 1998 г. № 374 межгосударственный стандарт ГОСТ 30567—98 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 1999 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 1998

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие положения 2
4 Отбор образцов 3
5 Метод испытаний 3
6 Требования безопасности 9

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ДРЕВЕСИНА МОДИФИЦИРОВАННАЯ

Метод определения токсичности

Modified wood. Method fod determination of toxicity

Дата введения 1999—07—01

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на модифицированную древесину и изделия из нее и устанавливает методы определения содержания модификаторов и требования безопасности.

Стандарт может быть использован для определения токсичности древесины и древесных материалов.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.298—78 ГСИ. Колориметры фотоэлектрические лабораторные. Методы и средства проверки

ГОСТ 8.485—83 ГСИ. Хроматографы аналитические газовые лабораторные. Методы и средства проверки

ГОСТ 12.1.005—88 Общие санитарные требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.3.034—84 ССБТ. Работы по защите древесины. Общие требования безопасности

ГОСТ 61—75 Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 244—76 Натрия тиосульфат кристаллический. Технические условия

ГОСТ 1625—89 Формалин технический. Технические условия

ГОСТ 1770—74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 3117—78 Аммоний уксуснокислый. Технические условия

ГОСТ 3118—77 Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3760—79 Аммиак водный. Технические условия

ГОСТ 3765—78 Аммоний молибденовокислый. Технические условия

ГОСТ 3773—72 Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4159—79 Йод. Технические условия

ГОСТ 4160—74 Калий бромистый. Технические условия

ГОСТ 4198—75 Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4232—74 Калий йодистый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4640—93 Вата минеральная. Технические условия

ГОСТ 4919.1—77 Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов

ГОСТ 5815—77 Ангидрид уксусный. Технические условия

ГОСТ 5962—67 Спирт этиловый ректификованный. Технические условия

ГОСТ 6691—77 Карбамид. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 7402—84 Электровентиляторы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 7658—74 Церезин синтетический высокоплавкий. Технические условия

ГОСТ 7931—76 Олифа натуральная. Технические условия

ГОСТ 8136—85 Алюминия оксид. Технические условия

Издание официальное

ГОСТ 8515—75 Диаммонийфосфат. Технические условия
ГОСТ 9147—80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия
ГОСТ 9629—81 Заготовки из модифицированной древесины. Технические условия
ГОСТ 10003—90 Стирол. Технические условия
ГОСТ 10157—79 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия
ГОСТ 10163—76 Крахмал растворимый. Технические условия
ГОСТ 10259—78 Ацетилацетон. Технические условия
ГОСТ 11235—75 Смолы фенолоформальдегидные. Методы определения свободного фенола
ГОСТ 14919—83 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия
ГОСТ 16483.0—89 Древесина. Методы испытаний. Общие требования
ГОСТ 16704—71 Смолы фенолоформальдегидные. Методы определения свободного формальдегида
ГОСТ 17567—81 Хроматография газовая. Термины и определения
ГОСТ 20015—88 Хлороформ. Технические условия
ГОСТ 20298—74 Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия
ГОСТ 20464—75 Уголь активный АГ-3. Технические условия
ГОСТ 20799—88 Масла индустриальные. Технические условия
ГОСТ 20903—75 Кюветы прямоугольные кварцевые для спектрофотометров. Основные размеры. Технические требования
ГОСТ 22360—95 Шкафы демонстрационные и лабораторные вытяжные. Типы и функциональные размеры
ГОСТ 23683—89 Парафины нефтяные твердые. Технические условия
ГОСТ 23932—90 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Общие технические условия
ГОСТ 23944—80 Древесина модифицированная. Термины и определения
ГОСТ 24104—88 Весы лабораторные общего назначения и образцовые. Общие технические условия
ГОСТ 24329—80 Древесина модифицированная. Способы модифицирования
ГОСТ 27068—86 Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия

3 ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

3.1 В зависимости от способов модифицирования и марок модифицированной древесины определяют содержание различных модификаторов, указанных в таблице 1.

Таблица 1

Наименование способа модифицирования по ГОСТ 23944	Наименование модификаторов по ГОСТ 24329	Номер государственного стандарта	Содержание модификатора, %, в абсолютно сухой древесине	Определяемый компонент
Термомеханический	Предельные углеводороды:			
	церезин	ГОСТ 7658	5—15	Церезин
	парафин	ГОСТ 23683	5—15	Парафин
	масло «Индустриальное-45»	ГОСТ 20799	5—15	Масло «Индустриальное-45»
	олифа техническая	ГОСТ 7931	5—15	Олифа техническая
Химический	Уксусный ангидрид	ГОСТ 5815	50—65	Уксусный ангидрид, уксусная кислота
Химико-механический	Карбамид	ГОСТ 6691	10—15	Карбамид
	Аммиак	ГОСТ 3760	3—5	Аммиак
Термохимический	Фенолформальдегидные	ГОСТ 11235	30—55	Фенол
		ГОСТ 16704	30—55	Формальдегид
	Стирол	ГОСТ 10003	35—50	Стирол
	Антипирен смесь гидрофосфат аммония, сульфат аммония 1:1	ГОСТ 8515	5—15	Сульфатионы, фосфатионы, ионы аммония
Радиационно-химический	Метилметакрилат		25—35	Метилметакрилат

3.2 Содержание компонентов препаратов должно соответствовать указанному в таблице 1.

3.3 По физико-механическим свойствам модифицирования древесина должна соответствовать ГОСТ 9629.

3.4 Погрешность всех методов определения содержания модификаторов древесины не должна превышать 5 %.

3.5 Статистическую обработку проводят по ГОСТ 16483.0.

4 ОТБОР ОБРАЗЦОВ

Из партии модифицированной древесины отбирают по ГОСТ 9629 шесть заготовок или изделий, которые раскалываются пополам. Из древесины двух центральных поверхностей, образуемых в результате раскола на две половины сверлением, получают не менее 3 г опилок длиной 0,5—2 мм. Опилки, полученные со всех образцов, тщательно перемешивают, причем суммарное их количество должно быть не менее 16 г. Допускается хранить и транспортировать герметично упакованные в полиэтиленовых пакетах опилки в течение 24 ч.

5 МЕТОД ИСПЫТАНИЙ

5.1 Метод определения массы предельных углеводородов (парафинов)

Сущность метода заключается в экстрагировании предельных углеводородов из воды хлороформом, дальнейшем удалении хлороформа, растворения остатка в гексане, последующем хроматографическом отделении полярных соединений и примесей воды ненефтяного происхождения в колонке активированным оксидом алюминия (ГОСТ 8136). Выделенные таким образом нефтепродукты определяют гравиметрически.

5.1.1 *Аппаратура, посуда, реактивы*

- Хлороформ (ГОСТ 20015).
- Н-гексан и петролейный эфир, кипящий при 40—70 °С.
- Хлористоводородная кислота (ГОСТ 3118), пл. 1190 кг/м^3.
- Оксид алюминия для хроматографии второй степени активности.
- Стекловата (ГОСТ 4640), промытая хлороформом и высушенная.
- Хроматографические колонки — стеклянные трубки длиной 10 см и диаметром 1 см с оттянутым до 1; 2 мм концом. В нижнюю часть колонки помещают слой стекловаты толщиной 1 см, затем слой оксида алюминия — 3 см и еще слой стекловаты — 1 см.

5.1.2 *Проведение испытания*

Берут (2,0±0,5) г (ГОСТ 24104) опилок, помещают в круглодонную колбу или в широкодонную склянку (ГОСТ 1770). Затем приливают 300 мл хлороформа, погружают мешалку на глубину около 50 мм выше пограничного слоя и перемешивают 5 мин. Затем переливают полученный экстракт через бумажный фильтр в колбу. Присоединив колбу к холодильнику (ГОСТ 23932), помещают ее в кипящую водяную баню или ставят на горячую закрытую плитку (ГОСТ 14919) и отгоняют хлороформ. Когда в колбе остается 10—20 мл хлороформного раствора, нагревание прекращают, дают колбе остыть и разбирают прибор.

Остатки хлороформа удаляют при комнатной температуре. Небольшой, предварительно взвешенный тигель (ГОСТ 9147), помещают в вытяжном шкафу (ГОСТ 22360) на расстоянии 25—35 см от обычного комнатного вентилятора (ГОСТ 7402). Тигель наполняют на $^3/_4$ его объема полученным экстрактом и включают вентилятор. По мере испарения хлороформа подливают экстракт в тигель до тех пор, пока он полностью не будет перенесен в тигель таким способом.

Когда в тигле остается менее 0,5 мл хлороформа, включают вентилятор и продолжают испарение на воздухе до достижения постоянной массы, взвешивая тигель каждую одну-две минуты.

Разность между массой тигля с остатком после удаления хлороформа и массой пустого тигля показывает общее содержание экстрагируемых хлороформом веществ.

Остаток после отгонки хлороформа обрабатывают 1; 2 мл сухого и чистого гексана (гексан можно заменить петролейным эфиром) и переносят раствор или суспензию в колонку с оксидом алюминия, под которую подставляют маленькую колбу. Тигель, в котором был остаток отгонки хлороформа, несколько раз промывают маленькими порциями гексана, переносят каждую порцию на колонку с оксидом алюминия.

Получив таким способом раствор предельных углеводородов C_{10}—C_{36} в гексане, освобожден-

ный от примеси полярных соединений, удаляют гексан, испаряя его в тигле при комнатной температуре с помощью вентилятора так же, как раньше удаляли хлороформ.

Разность между массой тигля с остатком после удаления гексана и массой пустого тигля показывает содержание предельных углеводородов во взятой для исследования навеске измельченного древесного материала.

5.2 Метод определения массы карбамида (мочевины)

Сущность метода заключается в том, что мочевина образует с диацетилмонооксимом в присутствии ионов трехвалентного железа и тиосемикарбазида комплекс красного цвета, по интенсивности окраски которого определяют ее концентрацию, со светофильтром (длина волны $\lambda = 490—540$ нм, кювета 1 см).

5.2.1 *Материалы, аппаратура*

Состав стандартного набора:

- таблетки с диацетилмонооксимом 5 шт. (хранить при 0; +5 °С);
- эталон мочевины 8,32 ммоль/л (3 мл);
- раствор серной кислоты (ГОСТ 4204) 16 %.

5.2.2 *Подготовка к испытанию*

Опилки из модифицированной древесины массой 8 г (ГОСТ 24104) заливают дистиллированной водой (ГОСТ 6709) в количестве 50 г, перемешивают и выдерживают в течение 48 ч, после чего фильтруют через фильтровальную бумагу. Полученную водную вытяжку используют для анализа.

Раствор диацетилмонооксима: в мерной колбе (ГОСТ 1770) на 50 мл растворяют при нагревании на водяной бане одну таблетку диацетилмонооксима в 35—40 мл дистиллированной воды (ГОСТ 6709), охлаждают до комнатной температуры, доливают до метки дистиллированной водой. Хранить при 0; +5 °С. Раствор пригоден в течение месяца.

Раствор серной кислоты: в мерную колбу на 250 мл помещают 150 мл дистиллированной воды и при перемешивании добавляют 25 мл концентрированной серной кислоты. Охлаждают до комнатной температуры, доливают дистиллированной водой до метки.

Эталон мочевины — готов к работе.

5.2.3 *Проведение испытания*

В пробирку отмеряют по 1 мл раствора диацетилмонооксима и серной кислоты. К полученной смеси прибавляют 0,01 мл водной вытяжки. Пробу перемешивают, пробирку закрывают алюминиевой фольгой и помещают в кипящую водяную баню ровно на 10 мин. Одновременно аналогичным образом обрабатывают эталон и контроль. Затем содержимое пробирок быстро охлаждают в токе холодной воды и на фотоколориметре определяют оптическую плотность пробы (А) и эталона (В) против контрольного раствора. Измерение следует провести в течение не более 15 мин после охлаждения.

Концентрацию мочевины в пробе рассчитывают из соотношения 8,32 моль/л (А:В). Аликвоты анализируемых смесей приведены в таблице 2.

Таблица 2

Анализируемая смесь	Количество отмеряемой аликвоты, мл		
	Проба (А)	Эталон (В)	Контроль
Водная вытяжка	0,01	—	—
Эталон мочевины	—	0,01	—
Дистиллированная вода	—	—	0,01
Смесь серная кислота + раствор диацетилмонооксима (1:1)	2,0	2,0	2,0

5.3 Метод определения массы уксусного ангидрида и уксусной кислоты

5.3.1 *Подготовка к испытанию*

Готовят водную вытяжку из опилок, как указано в 5.2.2, и отбирают пробу в количестве 25 мл.

5.3.2 *Проведение испытания*

25 мл раствора титруют 1 н. раствором едкого калия в присутствии фенолфталеина (ГОСТ 4919.1). 1 мл 1 н. раствора едкого калия соответствует 51,04 мг уксусного ангидрида или 60,05 мг уксусной кислоты. При этом наряду с уксусным ангидридом титруют и присутствующую в нем уксусную кислоту. Так как на титрование 1 г чистого ангидрида после превращения его в уксусную кислоту затрачивается 19,59 мл 1 н. едкого калия, а на 1 г уксусной кислоты — 16,65 мл

1 н. едкого калия, то расход щелочи тем меньше, чем больше содержится уксусной кислоты в испытываемом образце уксусного ангидрида.

Расход щелочи на 2,94 мл меньше рассчитанного (19,59 — 16,65 = 2,94 мл) для чистого уксусного ангидрида. 19,59 мл соответствует 100 % уксусной кислоты, то есть понижение на каждые 0,29 мл соответствует 10 % уксусной кислоты.

5.4 Метод определения массы фенола

Сущность метода заключается в том, что при действии брома фенол превращается в трибромфенол. Применяя в избытке его после добавления йодида калия тиосульфатом натрия, удается определить количество брома, израсходованного на бромирование, а таким образом, и количество фенола.

5.4.1 *Подготовка к испытанию*

Готовят водную вытяжку, как указано в 5.2.2, и отбирают пробу в количестве 20 мл.

5.4.2 *Проведение испытания*

В коническую колбу (ГОСТ 23932) с притертой пробкой помещают 20 мл этого раствора и прибавляют последовательно при перемешивании 20 мл дистиллированной воды (ГОСТ 6709), 50 мл 0,1 н. раствора бромата калия (ГОСТ 4160) и 30 мл 3 н. соляной кислоты (ГОСТ 3118). Колбу тотчас закрывают, содержимое ее тщательно перемешивают и оставляют на 15 мин в темном месте, затем добавляют 1 г йодида калия (ГОСТ 4232), снова хорошо перемешивают и титруют выделившийся йод 0,1 н. раствором тиосульфата натрия (ГОСТ 244) (без крахмала) до обесцвечивания. 1 мл 0,1 н. бромата калия соответствует 1,567 мг фенола.

5.5 Метод определения массы аммиака

Сущность метода заключается в способности аммиака (свободный аммиак и ионы аммония) образовывать со щелочным раствором йодида ртути одновалентного окрашенного в желтый цвет соединения йодида меркураммония в виде коллоидного раствора, пригодного для колориметрирования.

5.5.1 *Материалы, аппаратура*

Безаммиачная вода. Устраняют следы аммиака фильтрованием дистиллированной воды (ГОСТ 6709) через катионит (ГОСТ 20298) в H^+-форме или активированный уголь (ГОСТ 20464). Проверяют наличие аммиака реактивом Несслера. Безаммиачную воду применяют для приготовления реактивов и разбавления пробы.

Реактив Несслера.

Тартрат калия-натрия (сегнетова соль), 50 %-ный раствор.

Растворяют 50 г $KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$ в безаммиачной воде при нагревании, доводят объем до 100 мл и фильтруют. Прибавляют 6 мл реактива Несслера. После осветления и проверки на полноту осаждения аммиака реактив готов к употреблению.

Гидроксид алюминия, суспензия для коагуляции.

Фосфатный буферный раствор, pH = 7,4. Растворяют 14,3 г калия фосфорнокислого однозамещенного KH_2PO_4 (ГОСТ 4198) и 90,15 г калия фосфорнокислого двузамещенного $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$ в безаммиачной воде. После растворения солей объем раствора доводят до 1 л.

Стандартные растворы хлорида аммония:

основной стандартный раствор. Растворяют 3,818 г (ГОСТ 3773) в безаммиачной воде и разбавляют до 1 л. 1 мл раствора содержит 1 мг азота аммиака;

рабочий стандартный раствор. 50 мл основного стандартного раствора разбавляют безаммиачной водой до 1 л. 1 мл рабочего стандартного раствора содержит 0,05 мг аммонийного азота.

5.5.2 *Подготовка к испытанию*

Готовят водную вытяжку, как указано в 5.2.2, и отбирают пробу в количестве 10 мл.

5.5.3 *Проведение испытания*

Качественное определение с приближенной количественной оценкой проводят следующим образом. В пробирку (ГОСТ 1770) диаметром 13—14 мм наливают 10 мл исследуемой воды, прибавляют 0,2—0,3 мл раствора тартрата калия-натрия и 0,2 мл реактива Несслера. Через 10—15 мин проводят приближенное определение по таблице 3.

Таблица 3

Окрашивание при рассматривании сбоку	Окрашивание при рассматривании сверху	Содержание азота аммиака, мг/л
Нет	Нет	Менее 0,01
Нет	Чрезвычайно слабое желтоватое	0,08
Чрезвычайно слабое желтоватое	Слабо-желтоватое	0,20
Очень слабое желтоватое	Желтоватое	0,40
Слабое желтоватое	Светло-желтое	0,80
Светло-желтое	Желтое	2,00
Желтое	Буровато-желтое	4,00
Мутноватое, резко-желтое	Бурое, раствор мутный	8,00
Интенсивно-бурое, раствор мутный	Бурое, раствор желтый мутный	Более 10,0

Прямое количественное определение проводят следующим образом. Объем исследуемой воды берут, исходя из приближенной количественной оценки. Оптимальная концентрация для колориметрирования (ГОСТ 8.298) находится в пределах до 0,07 мг азота в определяемом объеме. В соответствии с этим следует подбирать необходимый объем, доводят, где это требуется, до 100 мл безаммиачной водой.

100 мл исследуемой или разбавленной пробы помещают в мерную колбу объемом 100 мл (ГОСТ 1770), приливая 2 мл реактива Несслера, перемешивают. Через 10 мин развивается окраска, сохраняющаяся не более 1 ч.

Через 10 мин фотоколориметрируют в кюветах с толщиной оптического слоя 2 или 5 см, в зависимости от концентрации аммиака, с фиолетовым светофильтром (λ = 425 нм) по отношению к безаммиачной воде, в которую добавлены соответствующие реактивы. Содержание азота аммиака находят по калибровочному графику.

Приготовление шкалы стандартных растворов и построение калибровочного графика.

В ряд мерных колб вместимостью 100 мл вносят 0—0,1—0,2—0,4—0,8—1,2—1,6—2,0 мл рабочего стандартного раствора, доводят безаммиачной водой до 100 мл и прибавляют реактивы, как при анализе пробы. Получают шкалу растворов с содержанием 0—0,005—0,01—0,02—0,04—0,06—0,08—0,1 мг азота аммиака. Фотометрируют не позже чем через 10 мин после прибавления реактива Несслера. Калибровочный график строят в координатах: оптическая плотность — содержание азота аммиака (мг).

Содержание азота аммиака N, мг/л, рассчитывают по формуле

$$N = A\ 1000/V_{пр}, \quad (1)$$

где A — азот аммиака, найденный по калибровочному графику или по шкале стандартных растворов, мг;

$V_{пр}$ — объем пробы, взятой для анализа, мл.

5.6 Метод определения формальдегида

5.6.1 *Отбор образцов*

Из плиты модифицированной древесины вырезают образцы, размер которых определяют из реального отношения поверхности исследуемого материала к объему помещения (насыщенность):

$$F = S/V, \quad (2)$$

где S — площадь открытой поверхности материала, м^2;

V — объем помещения, м^3.

5.6.2 *Аппаратура, посуда, реактивы*

- фотоэлектроколориметр (ГОСТ 8.298) со светофильтром λ = 412 нм и кюветы (ГОСТ 20903), L = 20 мм;
- колбы мерные объемом 50, 100, 250 мл (ГОСТ 1770);
- колбы конические объемом 100 мл (ГОСТ 23932);
- поглотительные приборы Рихтера;
- баня водяная с терморегулятором;
- ацетилацетон, ч.д.а. (ГОСТ 10259);

- кислота уксусная ледяная, х.ч. (ГОСТ 61);
- ацетат аммония, ч.д.а. (ГОСТ 3117);
- формалин, 40 %-ный раствор (ГОСТ 1625);
- едкий натр NaOH, ч.д.а., 30 %-ный раствор (ГОСТ 4328);
- хлористоводородная кислота HCl, ч.д.а. (ГОСТ 3118) 1:5;
- тиосульфат натрия $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ (ГОСТ 27068) 0,1 н. раствор (готовят из фиксанала);
- йод 0,1 н. раствора (ГОСТ 4159) готовят из фиксанала;
- крахмал растворимый (ГОСТ 10163) 1 %-ный раствор.

5.6.3 *Подготовка к испытанию*

Приготовление стандартного раствора формальдегида. 5 мл формалина вносят в мерную колбу емкостью 250 мл и доводят объем дистиллированной водой (ГОСТ 6709) до метки. Затем определяют содержание формальдегида в этом растворе. Для этого 5 мл раствора помещают в коническую колбу емкостью 250 мл с притертой пробкой, приливают 20 мл 0,1 н. йода и по каплям вносят 30 %-ный раствор едкого натра до появления устойчивой бледно-желтой окраски. Колбу оставляют на 10 мин, затем осторожно подкисляют раствор 2,5 мл хлористоводородной кислоты, оставляют на 10 мин в темноте и оттировывают избыток йода 0,1 н. раствором тиосульфата натрия. Когда раствор станет бледно-желтым, прибавляют несколько капель крахмала. Предварительно устанавливают количество тиосульфата, расходуемое на титрование 20 мл 0,1 н. раствора йода. По разности двух титрований (контрольного и исследуемого) устанавливают количество йода, которое пошло на окисление формальдегида. 1 мл 0,1 н. раствора йода соответствует 1,5 мг формальдегида. Соответствующим разбавлением водой готовят исходный стандартный раствор формальдегида с содержанием 0,1 мг/мл. Содержание формальдегида в стандартом растворе устанавливают йодометрически.

Поглотительный раствор (ацетилацетоновый реактив): 150 г ацетата аммония растворяют в 800 мл воды в мерной колбе емкостью 1 л. К раствору добавляют 2 мл ацетилацетона, 3 мл уксусной кислоты и объем в колбе доводят водой до метки. Раствор перемешивают и хранят в склянке темного цвета.

5.6.4 *Проведение испытания*

Исследование проводят при температуре 20 и 40 °С и влажности воздуха 65—70 %.

Количество воздуха $V_в$, л, отбираемого из камеры для определения содержания формальдегида, рассчитывают по формуле

$$V_в = a/b, \qquad (3)$$

где a — чувствительность метода определения, мкг;

b — допустимый уровень выделения вещества из материала, мг/м^3 (для формальдегида — 0,01 мг/м^3).

Камеру тщательно моют и вытирают досуха. Затем в камеру подают в течение 30 мин с большой скоростью очищенный на фильтре подогретый воздух. Для проверки чистоты камеры отбирают пробы без материала. Если примесей не обнаружено, в камеру помещают образец и выдерживают при заданных воздухообмене и температуре 24 ч, после чего к камере подключают поглотитель Рихтера и отбирают пробу формальдегида из воздуха. (Воздухообмен составляет в жилых и общественных помещениях не более 0,5 объема помещения в час).

Содержание формальдегида в пробе определяют фотометрически. Для этого отобранные пробы в поглотительных приборах помещают в водяную баню, нагретую до 40 °С, и выдерживают 30 мин. После охлаждения пробы измеряют оптическую плотность окрашенного раствора по отношению к контрольному стандарту. Количественную оценку проводят по калибровочному графику, затем рассчитывают концентрацию формальдегида C, млг/л, по формуле

$$C = d/V_в, \qquad (4)$$

где d — количество вещества в пробе, мкг;

$V_в$ — количество воздуха, прошедшего через поглотитель, л.

5.7 Метод определения массы стирола

Сущность метода заключается в определении оптической плотности спиртовой вытяжки в кювете (ГОСТ 20903), $\lambda = 246$ нм.

5.7.1 *Аппаратура, реактивы, материалы:*

спектрофотометр, имеющий $\lambda = 246$ нм;

стандартный раствор стирола (ГОСТ 10003) в 40 %-ном этиловом спирте, 0,1 мг/мл;

кюветы цилиндрические длиной 50 мм.

5.7.2 *Проведение испытания*

Готовят вытяжку из опилок, как указано в 5.2.2, но вместо воды используют этиловый спирт (ГОСТ 5962) и берут пробу в количестве 40 мл.

Построение калибровочного графика. На спектрофотометре при $\lambda = 246$ нм определяют оптическую плотность стандартных растворов стирола D в 40 %-ном эталоне с концентрацией 0,025; 0,05; 0,10 мг/л и т.д., после чего строят графическую зависимость $D = f(C)$ (C — концентрация стирола, мг/л).

Содержание стирола в 40 %-ных спиртовых вытяжках определяют по оптической плотности, пользуясь калибровочным графиком.

5.8 Метод определения сульфатионов, фосфатионов и ионов аммония

5.8.1 *Подготовка к испытанию*

Готовят водную вытяжку, как указано в 5.2.2, и берут пробу в количестве 40 мл.

5.8.2 *Проведение испытания*

Определение сульфатионов. К исследуемому раствору добавляют известное количество раствора Ba^{2+}. Полученный осадок отделяют фильтрованием, высушивают до постоянной массы при температуре (105±2) °С и взвешивают (ГОСТ 24104). Если в исследуемом растворе присутствуют одновременно ионы сульфат- и фосфатионов, то в начале определяют фосфатионы, и из массы смеси ионов сульфат- и фосфатионов вычитают долю фосфатионов.

Определение фосфатионов. К 40 мл воды добавляют 8 мл свежеприготовленного раствора реагента и доводят объем до 50 мл (ГОСТ 3765), 75 мл 0,1 М аскорбиновой кислоты, 0,037 г тартрата калия-антимонила (катализатор, ускоряющий процесс образования окрашенного соединения) и 12,5 мл дистиллированной воды (ГОСТ 6709), добавляют к 125 мл 2,5 М серной кислоты (ГОСТ 4204). Раствор готовят в тот же день. Через 10 мин измеряют оптическую плотность при $\lambda = 882$ нм. Калибровочный график строят для содержания фосфора 10—70 мкг, если оптическую плотность измеряют в 1—2 сантиметровых кюветах.

Определение ионов аммония. Ионы аммония можно определить в водах прямым методом реактивом Несслера (10 г HgJ_2 + 5 г KJ) (ГОСТ 4232) + 20 г NaOH (ГОСТ 4328) в 100 мл воды тартрата калия-натрия в качестве маскирующего агента. Ионы аммония дают желто-коричневую окраску при реакции со щелочным раствором K_2HgJ_4.

В некоторых случаях ионы аммония отделяют, чтобы избежать мешающего влияния. При этом к 500 мл пробы воды добавляют 20 мл 40 %-ного раствора едкого натра или (в присутствии мочевины) 20 мл буферного раствора (14,3 г K_3HPO_4 + 68,8 г K_2HPO_4 (ГОСТ 4198) в 1 л воды, pH = 7,4). Из полученного раствора отгоняют аммиак и поглощают его 20 мл 0,01 М серной кислоты, объем полученного раствора доводят до 250 мл. Из этого раствора отбирают аликвотную часть менее 50 мл, прибавляют 1 мл раствора реактива Несслера, доводят объем раствора до 50 мл и фотометрируют при $\lambda = 425$ нм. Калибровочный график строят для содержания ионов аммония 2÷100 мкг/50 мл.

5.9 Метод определения массы метилметакрилата (ММА)

Сущность метода заключается в использовании хроматографа (ГОСТ 8.485) с пламенно-ионизационным детектором (ГОСТ 17567) и фор-колонкой с минеральной ватой (ГОСТ 4640) для улавливания нелетучих продуктов.

Чувствительность определения составляет по бутилакрилату 0,003 %, ММА 0,005 %, метакриловой кислоте 0,01 %, относительная погрешность измерения составляет 11,0 — 11,9 % для бутилакрилата, 19,8 % для ММА и 20 % для метакриловой кислоты.

Диоксан и бутанол определению не мешают.

5.10.1 *Аппаратура, реактивы, материалы*

- Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором, снабженный испарителем, генератором водорода, баллоном с аргоном (ГОСТ 10157) или гелием.

В зависимости от конструкционных особенностей хроматографа фор-колонкой может служить стандартный вкладыш из нержавеющей стали длиной 45 мм и внутренним диаметром 4 мм, на $^2/_3$ заполненный стекловатой, либо испаритель из нержавеющей стали. В испарителе имеется цилиндрический канал диаметром 6 мм и высотой 100 мм, в который вставляется сменная стеклянная фор-колонка, на 70 мм заполненная минеральной ватой. Высота фор-колонки 90 мм, внутренний диаметр 4 мм.

- хромосорб ζ, зернением 30—60 меш;

- хроматон N—AW—HMDS;
- 2-диэтилгексилсебацинат (ДЭГС);
- триэтиленгликоль, ч.д.а. (ТЭГ);
- компрессорная установка.

5.10.2 *Подготовка к испытанию*

16 г опилок заливают 25 мл изопропанола и выдерживают 24 ч. После этого опилки отфильтровывают и полученную спиртовую вытяжку используют для анализа.

Условия хроматографирования. Используют наиболее инертный из известных твердых носителей — хромосорб ζ. В случае необходимости он может быть заменен на силанизированный хроматон N—AW—HMDS. Количество триэтиленгликоля на хромосорб составляет 5 %; 2-диэтилгексилсебацината — 10 %. Параметры хроматографической колонки: 2,5 × 3 мм с триэтиленгликолем; 3,7 × 3 мм с 2-диэтилгексилсебацинатом. Температура анализа на первой колонке 71 °С, на второй 122 °С. Температура дозатора 160 °С. Расход газа-носителя 30 мл/мин.

5.10.3 *Проведение испытания*

Аликвотное количество спиртовой вытяжки (3—6 мкл) вводят в хроматограф, в котором перед хроматографической колонкой установлена фор-колонка с минеральной ватой.

Замену минеральной ваты осуществляют при измерении времени выхода компонентов и ухудшении их разделения.

Относительный объем удерживания компонентов анализируемой смеси приведен в таблице 4.

Таблица 4

Номер пика на хроматографе анализируемой смеси	Компоненты	ТЭГ, 70 °С	ДЭГС, 120 °С
1	Изопропанол	1,00	1,00
2	Метилметакрилат	0,64	—
3	Диоксан	1,48	3,30
4	*н*-Бутанол	3,65	—
5	Бутилакрилат	1,96	10,00
6	Метакриловая кислота	—	20,00

Количественный анализ проводят методом абсолютной калибровки. Объем пробы калибровочных смесей равен объему проб анализируемых.

6 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Модификаторы древесины, особенно такие, как фенолформальдегид и карбамидоформальдегидные смолы, относятся к токсичным продуктам. Классы опасности модифицированной древесины в зависимости от вида модификаторов и вида воздействия на организм человека приведены в таблице 5.

Таблица 5

Способ модифицирования	Модификатор в древесине	Класс опасности древесины по ГОСТ 12.1.005	Воздействие на организм человека
Термомеханический	Предельные углеводороды	IV	Нетоксичная древесина
Химический	Уксусная кислота	III	Малотоксичная древесина. При попадании внутрь вызывает желудочно-кишечные расстройства
Химико-механический	Карбамид	III	То же
Термомеханический	Фенолформальдегидная или карбамидоформальдегидная смола как с антипиренами, так и без них	I	Токсичная древесина. Раздражает слизистые оболочки верхних дыхательных путей, легких, желудка, кожные покровы

Продолжение табл. 5

Способ модифицирования	Модификатор в древесине	Класс опасности древесины по ГОСТ 12.1.005	Воздействие на организм человека
Термомеханический	Стирол	II	Среднетоксичная древесина. Вызывает заболевание верхних дыхательных путей, пищеварительных органов и дерматит
Радиационно-химический	Метилметакрилат	III	Малотоксичная древесина. При попадании внутрь вызывает желудочно-кишечные расстройства

В таблице 6 приведены предельно допустимые концентрации модификаторов древесины в воздухе.

Таблица 6

Вещество	Значение ПДК, мг/м^3	
	в рабочей зоне	в атмосферном воздухе (среднесуточное)
Формальдегид	0,5	0,012
Фенол	5,0	0,010
Аммиак	5,0	0,150
Стирол	5,0	0,003
Карбамид	—	0,200
Уксусный ангидрид	20,0	0,030
Метилметакрилат	10,0	0,100

6.1 Общие требования безопасности — по ГОСТ 12.3.034.

6.2 Проверка микроклимата, наличие паров и пыли вредных веществ в производственных помещениях следует проводить в соответствии с ГОСТ 12.1.005 и нормам, утвержденным национальными органами здравоохранения.

6.3 Все работы, связанные с определением токсичности модифицированной древесины, следует проводить в химических лабораториях, оборудованных вытяжными шкафами.

6.4 Газы, отсасываемые из технологического оборудования (содержащие пыль и аэрозоли модификаторов, древесную пыль), перед выбросом в атмосферу подвергаются сухой или мокрой очистке до установленных санитарных норм в приземном слое атмосферы с учетом наличного фона загрязнения.

6.5 Попадание растворов препаратов в почву и водоемы не допускается. Стоячие воды, образующиеся в результате смывов, влажной уборки и очистке воздуха, собирают и используют в технологическом процессе. Излишки растворов, а также пришедшая в негодность специальная одежда и обувь должны быть захоронены в местах, исключающих вымывание вредных веществ в почву и воду.

Места захоронения и способы утилизации должны быть согласованы с местными органами Государственного санитарного надзора.

6.6 Персонал, занятый на определении токсичности древесины, должен проходить медосмотр при приеме на работу и периодически во время работы.

УДК 674.812.02:006.354 МКС 79.040 К29 ОКСТУ 53.09

Ключевые слова: модифицированная древесина, методы испытания, отбор образцов, подготовка к испытанию, материалы, аппаратура, реактивы, испытания, модификатор, класс опасности

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *С.И. Фирсова*
Компьютерная верстка *С.В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 23.10.98. Подписано в печать 02.12.98. Усл.печ.л. 1,86. Уч.-изд.л. 1,36.
Тираж 264 экз. С/Д 920. Зак. 256.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256.
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru