



中华人民共和国国家标准

GB/T 27652—2011

防腐木材化学分析前的预处理方法

Methods of pretreatment for chemical analysis of preservative-treated wood

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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准参考美国木材防腐协会 AWWA 标准 A7-05《木材化学分析前的灰化程序》和澳大利亚 AS/NZS 1605:2006《木材防腐剂 and 防腐处理材的取样和分析方法》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：陈利芳、张燕君、苏海涛、谢桂军、居解语、李兴伟。

防腐木材化学分析前的预处理方法

1 范围

本标准规定了防腐木材化学分析前预处理的4种方法:过氧化氢-硝酸消化法、高氯酸消化法、微波-硝酸消化法和过氧化氢-稀硫酸水浴法。

本标准适用于分析防腐木材中砷、铬、铜、磷酸盐等有效成分含量的预处理。其中,微波-硝酸消化法和过氧化氢-稀硫酸水浴法适用于原子吸收光谱仪、电感耦合等离子体发射光谱仪和原子荧光光谱仪在分析防腐木材有效成分前的预处理。

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 1933 木材密度测定方法

3 木粉试样的制备

3.1 取样

防腐木材检测样品应取自距端头300 mm以上的具有代表性的木材试样,取样部位应避开节疤、开裂和应力木。确定位置后,横截木材取中间一段木块或用空心钻钻取木芯。

3.2 测定防腐木材的密度

按GB/T 1933规定的方法测定木材样品的密度。

3.3 制样

用植物破碎机将3.1中取得的防腐木材样品粉碎,取通过30目标准筛的木粉,于125℃烘约2.5 h至恒重。

4 过氧化氢-硝酸消化法

4.1 仪器与设备

分析天平(0.1 mg),可控温电加热板,250 mL或500 mL凯氏烧瓶,100 mL或200 mL容量瓶。

4.2 试剂

浓硝酸(70%,分析纯),过氧化氢溶液(30%,分析纯)。

4.3 处理过程

准确称取约5 g(精确至0.1 mg)经3.3制得的木粉样品,置于250 mL或500 mL凯氏烧瓶中,沿瓶壁慢慢加入75 mL浓硝酸使木粉完全润湿(相当于每克木粉试样加入15 mL浓硝酸),再加入3~5粒玻璃珠,然后将烧瓶置于可控温电热板上慢慢加热。

在形成棕色烟雾的初始反应过后,继续加热,直到溶液变为清澈透明。降温,逐滴加入5 mL过氧化氢溶液。若经上述消化处理后溶液未达清澈,再逐滴加入5 mL过氧化氢溶液,继续加热至溶液变清。

根据所称试样质量的多少,将消化液全部转移至100 mL或200 mL的容量瓶中,用蒸馏水稀释并定容。

准备一个250 mL或500 mL空的凯氏烧瓶,加入与上述所消化的木粉试样等量的酸和其他试剂,

随同样品一起消化,完成空白消化试验(以便在以后的操作中扣除空白值)。

5 高氯酸消化法

5.1 仪器与设备

分析天平(0.1 mg),可控温电加热板,1 000 mL 烧杯,500 mL 凯氏烧瓶,100 mL 或 200 mL 容量瓶。

5.2 试剂

浓硝酸(70%,分析纯),浓硫酸(98%,分析纯),浓高氯酸(70%,分析纯)。

酸氧化剂:在装有 100 mL 蒸馏水的烧杯中缓慢地加入 185 mL 的浓高氯酸,再一边搅拌一边加入 270 mL 的浓硫酸,混合均匀。

5.3 处理过程

准确称取约 5 g(精确至 0.1 mg)经 3.3 制得的木粉样品,置于 500 mL 的凯氏烧瓶中,加入 3~5 粒玻璃珠,沿瓶壁慢慢加入 30 mL 的浓硝酸,使木粉润湿,在抽气状态下慢慢在低温消化(约 100 ℃),抽气调节在烧瓶口处有棕色烟为准。

同时准备一个 500 mL 空的凯氏烧瓶,加入与所消化的木粉试样等量的酸和其他试剂,随同样品一起消化,完成空白消化试验(以便在以后的操作中扣除空白值)。

约 20 min 后,棕色烟消失,表明木粉已完全溶解。如果还没有,则再加入 10 mL 硝酸,继续消化。通常需要用超过 30 mL 的硝酸量,但应避免过量。

用滴管向瓶内滴加 10 mL 酸氧化剂,继续消化。约 40 min 后,可以看到白色浓烟,溶液呈绿色。若溶液转变成黑色,则立刻停止加热,使其自然冷却。再加入 10 mL 硝酸,继续加热,直到溶液转变为绿色。如果样品中没有铬,那么消化过程到此结束。如果样品中含有铬,则继续加热,直到溶液变成橙色,立即停止加热,将烧瓶撤出加热器,消化过程即告完成。待消化液冷却至室温,将其全部转移至 100 mL 或 200 mL 的容量瓶中,用蒸馏水稀释并定容。

在测定砷或铜时不应使用未经稀释的消化液,也不应将消化液加热煮得太干,以免发生爆炸。

对于含铬的木粉样品,在消化的任何时候都不应加热太强烈。如果产生过热现象,会形成绿色的不溶性硫酸铬,该盐不易再溶解。在消化的最后阶段,当溶液变成清澈的橙色时,应立即停止加热,并使其冷却,按上述的规定进行稀释。

5.4 特别安全防范措施

5.4.1 本方法应注意:如果使用高氯酸方法不当或不小心,会引起剧烈及危险的爆炸。以下两点是消化木粉样品时应防范的:

- 木粉样品应该用硝酸混合,消化开始,直到棕色烟雾减退或停止逸出后,才能再加入其他试剂;
- 高氯酸应用硫酸稀释成酸性氧化剂后再加入到消化混合物中。一旦消化开始,应避免再添加木粉样品或接触到其他有机物。如果不小心发生这样的接触,应立即将大量冷水加入到消化瓶中以制止反应的进一步发生。

5.4.2 木粉应该用硝酸预处理,高氯酸应和硝酸、硫酸联合使用。

5.4.3 消化过程应在具有良好排气装置的排烟柜中进行,柜内应有冲洗装置,且柜的构件应该是无机材料。

5.4.4 强制使用保护装置(护目镜,防护罩)。不应在操作中加大酸的用量,为避免使用大量的酸,实验室中不应存放多于 1 瓶或 0.45 kg 以上的酸,且应将其放在石凳和玻璃、陶瓷盘上,不应和木材或塑料接触。

5.4.5 溅出来的高氯酸应用大量的水冲洗,不应用木屑、抹布和其他有机材料去清理。

6 微波-硝酸消化法

6.1 仪器与设备

微波消解仪,分析天平(0.1 mg),100 mL 容量瓶。

6.2 试剂

浓硝酸(70%,分析纯),过氧化氢溶液(30%,分析纯)。

6.3 处理过程

准确称取约 0.2 g(精确至 0.1 mg)经 3.3 制得的木粉样品,置于微波消化管中。同时准备一个空白消化管,随同木粉样品进行同样处理(以便在以后的操作中扣除空白值)。

加入 5 mL 浓硝酸,把消化管放进消化罐,拧紧盖子固定好,再把消化罐放进微波消解仪,关紧门。按仪器操作规程设定消化程序。消化完成后,冷却,打开微波消解仪的门,移开消化罐。小心地打开消化罐,移出消化管,如果溶液呈黄色,则表明有残余有机物存在,再逐滴加入过氧化氢溶液至消化溶液变清为止(注意:使用过氧化氢溶液务必极为小心!)。如溶液已呈澄清,则直接待其冷却后用蒸馏水定容至 100 mL。

7 过氧化氢-稀硫酸水浴法

7.1 仪器与设备

分析天平(0.1 mg),200 mL 或 2 000 mL 容量瓶,2 000 mL 烧杯,250 mL 三角瓶。

7.2 试剂

2.5 mol/L 硫酸溶液:在装有 1 500 mL 水的烧杯中缓慢地加入 280 mL 浓硫酸(98%,分析纯),一边加酸一边搅拌,冷却后用水稀释至 2 000 mL。

过氧化氢溶液(30%,分析纯)。

7.3 处理过程

7.3.1 准确称取约 1.5 g(精确至 0.1 mg)经 3.3 制得的木粉样品,置入 250 mL 的三角瓶中,加入 40 mL 2.5 mol/L 的硫酸溶液,8 mL 30%的过氧化氢溶液。

7.3.2 将三角瓶置于水浴中,于 75 ℃保持加热 30 min,并不时地摇动。

7.3.3 从水浴中移出三角瓶,加入 80 mL 蒸馏水。

7.3.4 冷却至室温,移入 200 mL 容量瓶中,并用水稀释至刻度。

7.3.5 用滤纸进行过滤,弃去最初的 50 mL 滤液,收集余下的滤液,备分析测试用。

7.3.6 取一个 250 mL 空的三角瓶,加入 40 mL 2.5 mol/L 的硫酸溶液和 8 mL 30%的过氧化氢溶液。随同木粉样品按 7.3.2~7.3.5 步骤进行同步处理,制备一个空白样(以便在以后的操作中扣除空白值)。