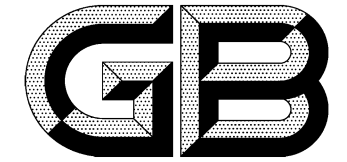


ICS 79-010
B 71



中华人民共和国国家标准

GB/T 27652—2011

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

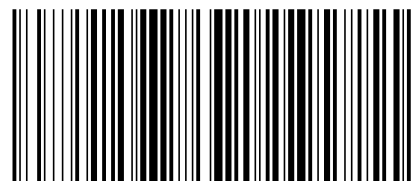
中华人民共和国
国家标准
防腐木材化学分析前的预处理方法
GB/T 27652—2011

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2012年3月第一版 2012年3月第一次印刷

*
书号: 155066·1-44304 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 27652-2011

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

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:

- a) 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;
- b) 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。

前 言

本标准参考美国木材防腐协会 AWPAC 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《木材防腐剂和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。