



# 中华人民共和国城镇建设行业标准

CJ/T 428—2013  
代替 CJ/T 3018.1~3018.15-1993

---

## 生活垃圾渗沥液检测方法

Detection methods for the leachate from municipal solid waste

2013-04-27 发布

2013-10-01 实施

---

中华人民共和国住房和城乡建设部 发布

## 目 次

前言 .....	1
1 范围 .....	
2 规范性引用文件 .....	
3 术语和定义 .....	
4 色度 .....	
5 总固体 .....	
6 总溶解性固体与总悬浮性固体 .....	
7 硫酸盐 .....	
8 氨氮 .....	
9 凯氏氮 .....	1
10 总氮 .....	1
11 氯化物 .....	1
12 总磷 .....	1
13 pH 值 .....	2
14 五日生化需氧量(BOD <sub>5</sub> ) .....	2
15 化学需氧量(COD <sub>Cr</sub> ) .....	2
16 电导率 .....	3
17 钾和钠 .....	3
18 总汞 .....	3
19 总砷 .....	4
20 铅和镉 .....	4
21 总铬 .....	4
22 细菌总数 .....	5
23 总大肠菌群 .....	5
24 粪大肠菌群 .....	5
25 质量保证和控制 .....	6
附录 A (资料性附录) 硫酸标准滴定溶液及甲基红-溴甲酚绿混合指示剂 .....	6
附录 B (规范性附录) 标准溶液的 pH 随温度变化值 .....	6
附录 C (规范性附录) 革兰氏染色和镜检 .....	6

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准是对 CJ/T 3018.1—1993《生活垃圾渗沥水 专用术语》、CJ/T 3018.2—1993《生活垃圾渗沥水 色度的测定》、CJ/T 3018.3—1993《生活垃圾渗沥水 总固体的测定》、CJ/T 3018.4—1993《生活垃圾渗沥水 总溶解性固体与总悬浮性固体的测定》、CJ/T 3018.5—1993《生活垃圾渗沥水 硫酸盐的测定 重量法》、CJ/T 3018.6—1993《生活垃圾渗沥水 氨态氮的测定 蒸馏法和滴定法》、CJ/T 3018.7—1993《生活垃圾渗沥水 凯氏氮的测定 硫酸汞催化消解法》、CJ/T 3018.8—1993《生活垃圾渗沥水 氯化物的测定 硝酸银滴定法》、CJ/T 3018.9—1993《生活垃圾渗沥水 总磷的测定 钼钼磷酸盐》、CJ/T 3018.10—1993《生活垃圾渗沥水 pH值的测定 玻璃电极法》、CJ/T 3018.11—1993《生活垃圾渗沥水 五日生化需氧量(BOD<sub>5</sub>)的测定 稀释与培养法》、CJ/T 3018.12—1993《生活垃圾渗沥水 化学需氧量(COD<sub>Cr</sub>)的测定 重铬酸钾法》、(CJ/T3018.13—1993)《生活垃圾渗沥水 钾和钠的测定 火焰光度计法》、CJ/T 3018.14—1993《生活垃圾渗沥水 细菌总数的检测 平板菌落计数法》和 CJ/T 3018.15—1993《生活垃圾渗沥水 总大肠菌群的测定 多管发酵法》15项标准的整合修订。

本标准与 CJ/T 3018.1~3018.15—1993 相比主要技术变化如下：

- 原标准中渗沥水名称改成渗沥液；
- 氨氮的检测增加了纳氏试剂分光光度法；
- 总磷的检测增加了钼酸铵分光光度法；
- 总大肠菌群的检测增加了滤膜法；
- 增加了碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法对总氮的测定；
- 增加了原子荧光光谱法对汞和砷的测定；
- 增加了火焰原子吸收分光光度法、石墨炉原子吸收分光光度法及电感耦合等离子发射光谱法对镉和铅的测定；
- 增加了原子吸收分光光度法和电感耦合等离子发射光谱法对总铬的测定；
- 增加了多管发酵法和滤膜法对粪大肠菌群的测定；
- 增加了电导率仪法对电导率的测定；
- 增加了质量保证和控制。

本标准由住房和城乡建设部标准定额研究所提出。

本标准由住房和城乡建设部市容环境卫生标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位：上海市环境工程设计科学研究院有限公司。

本标准参加起草单位：天津市市容环境工程设计研究所、同济大学、北京市环境卫生科学研究所、深圳市华测检测技术股份有限公司上海分公司。

本标准主要起草人：赵爱华、张益、李晓勇、沈国萱、岳优琴、王磊、张玉林、马志峻、董晓丹、吴爽、陈晓岚、张建军、姚庆军、韩志梅、何俊宝。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- CJ/T 3018.1~3018.15—1993。

# 生活垃圾渗沥液检测方法

## 1 范围

本标准规定了生活垃圾渗沥液的术语和定义、色度、总固体、总溶解性固体与总悬浮性固体、硫酸盐、氨氮、凯氏氮、总氮、氯化物、总磷、pH 值、五日生化需氧量、化学需氧量、电导率、钾和钠、总汞、总砷、铅和镉、总铬、细菌总数、总大肠菌群、粪大肠菌群等 21 个项目的检测方法及其质量保证和控制。

本标准适用于生活垃圾渗沥液的测定。

## 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 7485 水质 总砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

GB/T 7489 水质 溶解氧的测定 碘量法

HJ 168 环境监测 分析方法标准制修订技术导则

HJ 535 水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**检出限** limit of detection

某特定分析方法在给定的置信度内可从样品中检出待测物质的最小浓度或最小量。

### 3.2

**标准曲线** standard curve

以纯溶剂作参比,用一系列标准溶液直接测得信号值后所绘制的曲线。然后在相同的操作条件下测定样品的信号值,从标准曲线上查得该样品信号值的含量或浓度。

### 3.3

**工作曲线** working curve

当样品的前处理对被测组分产生的干扰不可忽视时,不应用一系列标准溶液直接测定信号值,应制作经与样品完全相同前处理后的标准溶液,再测定信号值后所绘制的曲线。从工作曲线上可查得在相同操作条件下被测样品信号值的含量或浓度。

### 3.4

**准确度** accuracy

测定值与真实值的符合程度。可用直接测定标准样品或测定标准样品回收率的方法进行分析评价。

#### 3.4.1

**标样分析** standard sample analysis

用一个已知被测物质含量的标准样品(一般都是人工合成的)进行分析,从测得结果与已知含量(当

CJ/T 428—2013

作为真值)之间的差,计算出相对误差作为操作和方法的准确度[见式(1)]。

$$Z_1 = \frac{D - B}{B} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$Z_1$ ——准确度(相对误差);

$D$ ——测定值;

$B$ ——标样含量。

计算结果应用正负号表示。

3.4.2

**加标回收 recovery of known addition standard**

在分取样品的同时,另分取一份加入适量的标准物质同时进行测定,由测定结果计算加入标准物质的回收率作为方法的准确度[见式(2)]。

$$Z_2 = \frac{E - F}{G} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$Z_2$ ——准确度(加标回收率);

$E$ ——加标样品;

$F$ ——原始样品;

$G$ ——加标量。

3.5

**精密度 precision**

在确定条件下,将实验步骤实施多次所得结果之间的一致程度。影响实验结果的随机误差越小,实验结果的精密度就越高。

3.5.1

**相对标准偏差 relative standard deviation**

标准偏差与算术平均的绝对值之比的百分数。常用于评价一个测定方法的精密度[见式(3)]。

$$P_1 = \frac{S}{\bar{X}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$P_1$ ——测定方法的精密度(相对标准偏差);

$S$ ——标准偏差;

$\bar{X}$ ——多次测定结果的算术平均值。

在有限个样品测定时(小于10个),标准偏差  $S$  的计算式如式(4)所示:

$$S = \sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{n - 1}} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$S$ ——标准偏差;

$X_i$ ——各单次测定值;

$\bar{X}$ ——多次测定结果的算术平均值;

$n$ ——测定次数。

3.5.2

**相对偏差 relative deviation**

平行双样测定中的任何一个值的偏差绝对值与两个测定值的算术平均值之比的百分数,以此对测

定结果的精密度作出可否允许的检查[见式(5)]。

$$P_2 = \frac{|X - \bar{X}|}{\bar{X}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$P_2$ ——平行双样测定的精密度(相对偏差);

$X$ ——两个测定值中的任何一个数据;

$\bar{X}$ ——两个测定值的算术平均值。

## 4 色度

渗沥液中色度的检测可采用稀释倍数法。

### 4.1 原理

经过澄清或离心后的渗沥液试样,用蒸馏水稀释,直至用肉眼观察与蒸馏水相比较刚好看不出颜色时为止的稀释倍数。

### 4.2 仪器和设备

- a) 离心机:5 000 r/min;
- b) 标准比色管 50 mL;
- c) 瓷板:白色;
- d) 烧杯:200 mL;
- e) 酸度计。

### 4.3 样品

供色度测定的渗沥液实验室样品量约需 300 mL,采样后应尽快测定,否则用聚乙烯或玻璃瓶贮存在温度 2 ℃~5 ℃于暗处,24 h 内测定。

### 4.4 分析步骤

4.4.1 取 100 mL~150 mL 澄清水样置于烧杯中,以白色瓷板为背景,观测并描述其颜色种类。

4.4.2 分取澄清的水样,用水稀释成不同倍数。分取 50 mL 分别置于 50 mL 比色管中,管底部衬一白瓷板,由上向下观察稀释后水样的颜色,并与同体积的蒸馏水比较,直至刚好看不到颜色,记录此时的倍数。同时测定 pH 值。

### 4.5 结果计算与表示

渗沥液中色度值用稀释倍数值和文字描述相结合表达结果。

4.5.1 稀释倍数值按式(6)进行计算:

$$C_1 = 2^n \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$C_1$ ——稀释倍数值;

$n$ ——稀释次数。

### 4.5.2 颜色描述

在出具报告时,需同时写出被测样品的颜色。可用深黑、灰黑、深绿、浅绿、蓝绿、黄绿、暗灰、浅灰、

## CJ/T 428—2013

土黄、橙黄等表示。

## 4.5.3 pH值

在出具报告时,应同时报告被测样品的pH值。

## 5 总固体

渗沥液中总固体的检测可采用重量法。

## 5.1 原理

用已知质量的蒸发皿盛放确定体积的渗沥液试样,先置于水浴锅上蒸发至干,后移干燥箱内在103℃~105℃烘至恒重,蒸发皿增加的质量即为总固体。

## 5.2 仪器和设备

- a) 分析天平:分度值0.1 mg,最大称量200 g;
- b) 干燥箱;
- c) 水浴锅;
- d) 干燥器;
- e) 移液管:50.0 mL;
- f) 蒸发皿:100 mL;
- g) 称量蒸发皿用手套:白色细纱手套。

## 5.3 样品

供总固体测定的渗沥液实验室样品量应包括总溶解性固体与总悬浮性固体测定时的用量,需500 mL,采样后应尽快测定,否则用聚乙烯或玻璃瓶贮存在温度为2℃~5℃处,24 h内测定。

## 5.4 分析步骤

5.4.1 将洗净、编号的蒸发皿置于干燥箱内,在103℃~105℃烘约1 h,放入干燥器内冷却30 min,称重。再烘30 min,冷却,称重,直至恒重(至两次称重相差小于0.4 mg)。

5.4.2 用移液管吸取50.0 mL摇荡均匀的样品溶液,放入已恒重的蒸发皿中,置于水浴锅蒸发至干后移入干燥箱内,于103℃~105℃烘1 h,在干燥器内冷却30 min,称重。重复烘干、冷却直至恒重(至两次称重相差小于0.4 mg)。

5.4.3 如采取样品在保存期内发现有悬浮物因凝聚而沉降,用50 mL量筒量取经充分摇匀的试样入已恒重的蒸发皿中。以下操作同5.4.2。

## 5.5 结果计算与表示

渗沥液中总固体质量浓度按式(7)进行计算:

$$c_2 = \frac{(w_2 - w_1) \times 10^6}{V} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$c_2$  ——渗沥液中总固体的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$w_1$  ——空蒸发皿质量,单位为克(g);

$w_2$  ——空蒸发皿及总固体质量,单位为克(g);

$V$  ——渗沥液试样体积,单位为毫升(mL)。

结果以3位有效数字表示,并且取整数。

## 5.6 精密度和准确度

5.6.1 对总固体含量为1 000 mg/L~2 400 mg/L的渗沥液样品,经5批平行双样测定的相对偏差小于0.5%。

5.6.2 分析总固体含量为2 358.7 mg/L和1 069.8 mg/L的渗沥液试样,分别分成两批,每批测定5次的相对标准偏差分别为0.37%、0.59%和0.67%、0.87%。

## 6 总溶解性固体与总悬浮性固体

渗沥液中总溶解性固体与总悬浮性固体的检测可采用重量法。

### 6.1 原理

将渗沥液样品通过指定规格的滤纸,定量吸取滤过的滤液,置于已知质量的蒸发皿中,先在水浴锅上蒸干,再在103℃~105℃干燥箱内烘至恒重,蒸发皿增加的质量即为总溶解性固体。由总固体减去总溶解性固体即得总悬浮性固体。

### 6.2 仪器和设备

- a) 锥形烧瓶:250 mL;
- b) 长颈玻璃漏斗:直径75 mm;
- c) 定量滤纸:中速,直径125 mm;
- d) 水浴锅;
- e) 干燥器;
- f) 移液管:50.0 mL;
- g) 蒸发皿:100 mL。

### 6.3 样品

供总溶解性固体与总悬浮性固体测定的渗沥液实验室样品量应包括总固体测定时的用量,总计约500 mL,采样后应尽快测定。否则用聚乙烯或玻璃瓶贮存在温度为2℃~5℃处,24 h内测定。

### 6.4 分析步骤

6.4.1 倾泻渗沥液实验室样品溶液通过中速定量滤纸入锥形烧瓶而得滤液。

6.4.2 将洗净、编号的蒸发皿置于干燥箱内,在103℃~105℃烘约1 h,放入干燥器内冷却30 min,称重,再烘30 min,冷却,称重,直至恒重(至两次称重相差小于0.4 mg)。

6.4.3 用移液管吸取50.0 mL滤液入已恒重的蒸发皿中,置于水浴上蒸发至干后移入干燥箱内于103℃~105℃烘1 h,在干燥器内冷却30 min,称重。重复烘干,冷却,称重,直至恒重(两次称量之差小于0.4 mg)。

### 6.5 结果计算与表示

渗沥液中总溶解性固体质量浓度按式(8)计算。

$$c_3 = \frac{(w_2 - w_1) \times 10^6}{V} \dots\dots\dots(8)$$

式中:

$c_3$  ——渗沥液中总溶解性固体的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$w_1$  ——空蒸发皿质量,单位为克(g);

$w_2$  ——空蒸发皿及总溶解性固体质量,单位为克(g);

$V$  ——吸取滤液的体积,单位为毫升(mL)。

结果应以 3 位有效数字表示,并且取整数。总悬浮性固体为总固体与总溶解性固体之差。

## 6.6 精密度和准确度

6.6.1 对总溶解性固体含量为 1 000 mg/L~2 300 mg/L 的渗沥液样品,经 6 批平行双样测定的相对偏差小于 0.8%。

6.6.2 分析总溶解性固体含量为 2 278.9 mg/L 的渗沥液试样,分 3 批,每批测定 5 次的相对标准偏差分别为 0.30%、0.57%和 0.60%。

## 7 硫酸盐

渗沥液中硫酸盐的检测可采用重量法。该方法测定试样中硫酸盐的浓度范围为(10~5 000)mg/L (以  $\text{SO}_4^{2-}$  计)。

### 7.1 原理

硫酸盐在用盐酸酸化的溶液中,在加热近沸的温度下,滴加温热的氯化钡溶液而沉淀出硫酸钡晶体,再经陈化后过滤,用温水洗涤沉淀到无氯离子为止,然后烘干,并在 800 °C 灼烧后称重,从称得的  $\text{BaSO}_4$  质量计算  $\text{SO}_4^{2-}$ 。

### 7.2 干扰和消除

悬浮物、二氧化硅、硝酸盐和亚硫酸盐、沉淀剂氯化钡等可造成结果的正误差;沉淀中的碱金属硫酸盐、特别是碱金属硫酸氢盐可造成负误差。铬和铁等的存在,由于形成铬和铁的硫酸盐而影响硫酸钡的完全沉淀也使结果偏低。

### 7.3 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为蒸馏水或去离子水。

#### 7.3.1 盐酸(HCl),1+1 溶液

将盐酸(HCl, $\rho=1.18$  g/mL)与水等体积混合。

#### 7.3.2 氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ),50 g/L 溶液

将 50 g 二水合氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶于水并稀释至 1 000 mL,此溶液每毫升相当于 20 mg  $\text{SO}_4^{2-}$ 。

#### 7.3.3 硝酸银-硝酸( $\text{AgNO}_3\text{-HNO}_3$ )溶液

将 1.7 g 硝酸银( $\text{AgNO}_3$ )溶于 100 mL 水中,再加 0.1 mL 硝酸( $\text{HNO}_3$ , $\rho=1.40$  g/mL),贮于棕色试剂瓶内避光保存。

### 7.3.4 甲基红指示剂, 1 g/L 溶液

将 50 mg 水溶性甲基红钠盐溶于 50 mL 水中, pH4.4~6.2。

### 7.3.5 滤纸浆

将定量滤纸撕碎放入水中, 充分搅动呈糊状后, 用中速定量滤纸过滤, 经水洗 3 次后加水使成悬浮液备用。

## 7.4 仪器和设备

- a) 马弗炉;
- b) 坩埚钳;
- c) 烧杯: 400 mL;
- d) 表面皿: 直径 100 mm;
- e) 长颈漏斗: 直径 75 mm;
- f) 瓷坩埚: 25 mL;
- g) 定量滤纸: 慢速, 直径 125 mm;
- h) 称量坩埚用手套: 白色细纱手套。

## 7.5 样品

供硫酸盐测定的渗沥液实验室样品量约需 600 mL。采样后若无法及时测定, 应用聚乙烯或玻璃瓶贮存在温度为(2~5)℃处, 7 d 内测定。

## 7.6 分析步骤

7.6.1 将洗净的瓷坩埚置于 105℃ 干燥箱内烘干后、编号(可用少许结晶三氯化铁加入数毫升蓝墨水配制的溶液编号), 放入马弗炉中于 800℃ 灼烧 30 min, 取出稍冷片刻随即用坩埚钳入干燥器内冷却 30 min, 称重。再将瓷坩埚重复置于同一温度的马弗炉中灼烧 15 min, 以同样操作进行冷却, 称重, 直至恒重(前后两次称量相差不超过 0.2 mg)。

7.6.2 用移液管吸取适量渗沥液试样(此溶液中含大约 50 mgSO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 为宜), 移入 400 mL 烧杯中, 用水稀释至总体积约为 250 mL。加 2~3 滴甲基红指示剂(7.3.4), 用盐酸(7.3.1)调节到溶液呈微红色后, 再加入 2 mL 盐酸, 加热煮沸 5 min(此时若溶液内还含有不溶物, 应过滤后再进行沉淀), 缓慢加入温热的氯化钡溶液(7.3.2)于试样溶液中, 直到不再出现沉淀, 再过量 2 mL。继续煮沸 20 min, 放置过夜。

7.6.3 用慢速定量滤纸过滤经 7.6.2 处理后的沉淀, 再以温热的水少量多次地洗涤沉淀至无氯离子为止(用一小烧杯收集滤液约 2 mL, 加 2 滴 AgNO<sub>3</sub>-HNO<sub>3</sub> 溶液, 直到不出现浑浊为止)。最后取少量滤纸浆和滤纸内的沉淀相混, 待过滤完全后将漏斗内的沉淀、滤纸浆及漏斗内的滤纸上一并折成小包。

7.6.4 将经过 7.6.3 步骤折成的滤纸小包, 放入已经 7.6.1 步骤恒重的坩埚中, 经干燥箱干燥和马弗炉口炭化和灰化后, 推入炉膛内, 在 800℃ 下灼烧 1 h, 取出稍冷片刻, 移入干燥箱内冷却, 称量; 第 2 次灼烧 15 min, 冷却, 再称量, 直至恒重(前后两次称量相差小于 0.3 mg)。

## 7.7 结果计算与表示

渗沥液中硫酸盐浓度按式(9)计算。

$$c_1 = \frac{(w_2 - w_1) \times 0.4116 \times 10^6}{V} \dots\dots\dots(9)$$

## CJ/T 428—2013

式中:

$c_1$  —— 渗沥液中硫酸盐的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$w_1$  —— 空坩埚质量,单位为克(g);

$w_2$  —— 空坩埚及  $BaSO_4$  质量,单位为克(g);

$V$  —— 渗沥液试样体积,单位为毫升(mL);

0.411 6—— $BaSO_4$  转换成  $SO_4^{2-}$  的换算因数。

结果以 3 位有效数字表示,并且取整数。

## 7.8 精密度和准确度

7.8.1 对硫酸盐含量为 800 mg/L~2 500 mg/L 的渗沥液样品,经 5 批平行双样测定的相对偏差小于 2.5%。

7.8.2 用含硫酸盐浓度为 1 000.9 mg/L 的硫酸钠标准溶液,分两批,每批测定 5 次的相对标准偏差分别为 0.28%和 0.34%,回收率为 98.4%~100.2%。

7.8.3 分析含 1 557.2 mg/L 和 2 467.9 mg/L 硫酸盐的渗沥液加标样品,分别经 5 次测定,相对标准偏差分别为 0.83%和 1.10%,加标回收率为 95.8%~99.3%。

## 8 氨氮

渗沥液中氨氮的检测可采用蒸馏滴定法和纳氏试剂比色法。纳氏试剂比色法的测定见 HJ 535。蒸馏滴定法测定试样中氨氮的浓度范围为 30 mg/L~7 000 mg/L(以 N 计)。

### 8.1 原理

用 pH 为 7.4 的磷酸盐缓冲溶液,使试样处于微碱性状态,经加热蒸馏,将随水汽逸出的氨被硼酸溶液吸收,以甲基红-亚甲蓝混合液作指示剂,用标准酸滴定馏出液中的铵。

### 8.2 干扰和消除

挥发性碱性化合物,如胍和胺类等,会同氨一起馏出,并在滴定时与酸反应而使测定结果偏高。

### 8.3 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为按 8.3.1 制备的无氨水。

#### 8.3.1 无氨水

每升水中加入 0.10 mL 浓硫酸蒸馏,收集馏出液于具塞玻璃容器中。也可使用新制备的去离子水。

#### 8.3.2 无水碳酸钠( $Na_2CO_3$ )

基准试剂。

#### 8.3.3 磷酸盐缓冲溶液

将 14.3 g 无水磷酸二氢钾( $KH_2PO_4$ )和 90.2 g 三水合磷酸氢二钾( $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$ )溶于水中,稀释至 1 000 mL。并用 pH 计测定其 pH 值,必要时加无水磷酸二氢钾或三水合磷酸氢二钾调至 pH 7.4。

### 8.3.4 甲基红-亚甲蓝混合指示剂

将 200 mg 甲基红(methyl red)和 100 mg 亚甲蓝(methylene blue)分别溶于 100 mL 和 50 mL 的 90%(体积分数)乙醇中,再把两者混在一起即成,有效期一个月。

也可用甲基红-溴甲酚绿混合指示剂(见附录 A)。

### 8.3.5 硼酸溶液

将 20 g 硼酸( $H_3BO_3$ )溶于温水,冷至室温,并稀释至 1 000 mL,一个月内有效。

### 8.3.6 盐酸溶液, $c(HCl)=0.2 \text{ mol/L}$

吸取 16.7 mL 盐酸( $HCl, \rho=1.1 \text{ g/mL}$ )于水中,稀释至 1 000 mL。

### 8.3.7 盐酸标准滴定溶液 $c(HCl)=0.02 \text{ mol/L}$

a) 配制:吸取 100 mL 0.2 mol/L 盐酸(8.3.6)于水中,并稀释至 1 000 mL。然后用无水碳酸钠标定。也可直接使用市售有证标准溶液。

b) 标定:称取无水碳酸钠(8.3.2)约 30 mg(须在 250 °C 烘干 4 h,或在 285 °C 干燥 1 h)于 500 mL 锥形烧瓶中,加 200 mL 冷却的煮沸蒸馏水,溶解后加入 50 mL 硼酸溶液(8.3.5),并加入 2~3 滴甲基红-亚甲蓝混合指示剂(8.3.4),用盐酸标准滴定溶液[a)]滴定至溶液颜色由绿色转变到紫色为终点。盐酸标准滴定溶液的浓度(须用双份试样取平均值,其相对偏差应小于 1%)按式(10)计算:

$$c_s = \frac{w \times 2 \times 1\,000}{106 \times V} = \frac{w}{0.053 \times V} \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

- $c_s$  —— 盐酸标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $w$  —— 称取的无水碳酸钠质量,单位为克(g);
- $V$  —— 盐酸标准滴定溶液所消耗的体积,单位为毫升(mL);
- 2 —— 中和 mol $Na_2CO_3$  所需 HCl 的摩尔数;
- 106 —— 碳酸钠( $Na_2CO_3$ )的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

也可用硫酸( $H_2SO_4$ )标准滴定溶液(见附录 A)。

## 8.4 仪器和设备

- a) 蒸馏装置:由 500 mL~800 mL 凯氏烧瓶、定氮球和垂直放置的长为 300 mm~400 mm 蛇形冷凝管组装而成。冷凝管末端要连接一适当长度的导管,使导管出口尖端浸入吸收液液面以下;
- b) 锥形烧瓶:500 mL;
- c) 酸式滴定管:50 mL;
- d) 酸度计。

## 8.5 样品

供氮氮测定的渗沥液实验室样品量约需 100 mL,收集在具塞聚乙烯或玻璃瓶内。采样后要尽快测定,否则滴加硫酸( $H_2SO_4, \rho=1.84 \text{ g/mL}$ )酸化,使其 pH 小于 2,并在温度为(2~5)°C 贮存,24 h 内测定,还应注意防止酸化样品吸收空气中的氮而被污染。

## CJ/T 428—2013

## 8.6 分析步骤

## 8.6.1 蒸馏器清洗

向凯氏烧瓶中加入 350 mL 水, 10 mL 磷酸盐缓冲溶液, 再加几粒玻璃珠。装好仪器, 加热蒸馏, 用 20 mL 硼酸溶液(8.3.5)吸收, 硼酸溶液临用时加入 2~3 滴甲基红-亚甲蓝混合指示剂, 然后蒸馏到馏出液中不含氨为止, 冷却, 将馏出液及瓶内残留液弃去, 留下玻璃珠。

## 8.6.2 测定

8.6.2.1 量取 50.0 mL 硼酸溶液(8.3.5)于锥形烧瓶内, 并加入 2~3 滴甲基红-亚甲蓝混合指示剂, 置于冷凝管出口下, 并确保蒸馏液导管出口尖端深入硼酸吸收液液面以下 2 cm。

8.6.2.2 用移液管吸取渗沥液实验室样品(其吸取量应使试样滴定所消耗的盐酸标准滴定溶液体积约为 25 mL)于凯氏烧瓶中, 用水稀释至总体积约为 350 mL, 再加入 10 mL 磷酸盐缓冲溶液, 并立即将烧瓶与冷凝管连接好。

8.6.2.3 加热凯氏烧瓶, 使蒸馏速度控制在 6 mL/min~8 mL/min, 当馏出液收集到总体积约 300 mL 时, 要准备停止蒸馏。在蒸馏停止前 1 min~2 min, 把锥形接收烧瓶放低, 使蒸馏液导管尖端脱离硼酸吸收液液面, 并再蒸馏 1 min 后停止加热。

8.6.2.4 用盐酸标准滴定溶液(8.3.7)滴定馏出液, 溶液由绿色转变到紫色为终点。记录酸用量。

## 8.6.3 空白试验

按 8.6.2 操作步骤进行空白试验, 但用水代替试样。

## 8.7 结果计算与表示

渗沥液中氨氮浓度按式(11)计算:

$$c_6 = \frac{(V_1 - V_2)}{V_0} \times c_5 \times 14.01 \times 1000 \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:

- $c_6$  —— 渗沥液中氨氮的质量浓度, 单位为毫克每升(mg/L);
- $V_1$  —— 试样滴定时所消耗的盐酸标准滴定溶液体积, 单位为毫升(mL);
- $V_2$  —— 空白试验滴定时所消耗的盐酸标准滴定溶液体积, 单位为毫升(mL);
- $V_0$  —— 渗沥液试样的体积, 单位为毫升(mL);
- $c_5$  —— 盐酸标准滴定溶液实际浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);
- 14.01 —— 氮(N)的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol)。

结果以 4 位有效数字表示, 小数点后最多保留 2 位。

## 8.8 精密度和准确度

8.8.1 对氨氮含量为 40 mg/L~600 mg/L 的渗沥液样品, 经 5 批平行双样测定的相对偏差小于 3.6%。

8.8.2 用氯化铵配成氨氮浓度为 1 000.8 mg/L 的标准溶液, 经 5 次测定, 相对标准偏差为 2.3%, 回收率 93.9%~99.8%。

8.8.3 分析含 262 mg/L 氨氮的渗沥液加标样品, 经 4 次测定, 相对标准偏差为 3.5%, 加标回收率为 95%~103%。

## 9 凯氏氮

渗沥液中凯氏氮的检测可采用硫酸汞催化消解法。该方法测定试样中凯氏氮的浓度范围为 300 mg/L~7 000 mg/L(以 N 计)。

### 9.1 原理

渗沥液试样中的有机氮,在催化剂硫酸汞的存在下,用硫酸消解,为提高消解液沸点,还加一定量的硫酸钾。在这样的消解条件下,使有机氮转化成硫酸铵,游离氨和铵离子也转变成硫酸铵。但与此同时,有部分铵离子形成汞铵络合物。通过加碱蒸馏,使氨从硫酸铵中释放出来,在碱液中加入硫代硫酸钠,可将汞铵络合物分解,并使分解出来的铵离子转化成氨,也一起随水蒸汽蒸馏出来。随水蒸汽馏出来的氨,经硼酸吸收,用甲基红-亚甲蓝混合指示剂,以标准酸滴定馏出液中的铵。

### 9.2 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为按 9.2.1 制备的无氨水。

#### 9.2.1 无氨水

每升水中加入 0.10 mL 浓硫酸蒸馏,收集馏出液于具塞玻璃容器中。也可使用新制备的去离子水。

#### 9.2.2 无水碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )

基准试剂。

#### 9.2.3 消解剂

溶解 134 g 硫酸钾( $\text{K}_2\text{SO}_4$ )于 650 mL 水中,加 200 mL 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )( $\rho=1.84 \text{ g/mL}$ ),一边搅拌一边加入 2.8 g 硫酸汞( $\text{HgSO}_4$ )粉末,然后用水将此混合液稀释至 1 000 mL。也可用 2 g 氧化汞( $\text{HgO}$ )代替硫酸汞( $\text{HgSO}_4$ )溶入 25 mL 3 mol/L 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )中,再将此溶液混合于  $\text{K}_2\text{SO}_4$ - $\text{H}_2\text{SO}_4$  溶液中,用水稀释至 1 000 mL。

#### 9.2.4 氢氧化钠-硫代硫酸钠( $\text{NaOH-Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )溶液

将 500 g 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )和 25 g 五水合硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )溶解于水,并稀释至 1 000 mL。

#### 9.2.5 甲基红-亚甲蓝混合指示剂

将 200 mg 甲基红(methyl red)和 100 mg 亚甲蓝(methylene blue)分别溶于 100 mL 和 50 mL 的 95%(体积分数)乙醇中,再把两者混在一起,有效期为一个月。也可用甲基红-溴嗅甲酚绿混合指示剂(见附录 A)。

#### 9.2.6 硼酸-指示剂溶液

将 20 g 硼酸( $\text{H}_3\text{BO}_3$ )溶于温水,冷至室温,加入 4 mL 甲基红-亚甲蓝混合指示剂(9.2.5),并稀释至 1 000 mL。有效期为一个月。

## CJ/T 428—2013

### 9.2.7 盐酸溶液, $c(\text{HCl}) = 0.2 \text{ mol/L}$

按 8.3.6 步骤配制。

### 9.2.8 盐酸标准滴定溶液, $c(\text{HCl}) = 0.02 \text{ mol/L}$

按 8.3.7 步骤配制。

### 9.2.9 酚酞指示剂

溶解 0.5 g 酚酞(phenolphthalein)于 60 mL 95%(体积分数)乙醇中,再加 40 mL 水。

## 9.3 仪器和设备

- 蒸馏装置:由(500~800)mL 凯氏烧瓶、定氮球和垂直放置的长为(300~400)mm 蛇形冷凝管组装而成。冷凝管末端要连接一适当长度的导管,使导管出口尖端浸入吸收液液面以下;
- 弯颈小漏斗:直径 40 mm;
- 锥形烧瓶:500 mL;
- 酸式滴定管:50 mL。

## 9.4 样品

供凯氏氮测定的渗沥液实验室样品量约需 100 mL,可收集在聚乙烯或玻璃瓶内,采样后应尽快分析,否则滴加硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ )酸化,使其 pH 小于 2,并在温度为(2~15) $^\circ\text{C}$ 贮存,24 h 内测定。应注意防止酸化样品吸收空气中的氮而被污染。

## 9.5 分析步骤

### 9.5.1 蒸馏器清洗

向凯氏烧瓶中加入 350 mL 水,几粒玻璃珠,接好装置,加热蒸馏到至少收集 100 mL 水。将馏出液及瓶内残留液弃去,收集好玻璃珠。

### 9.5.2 消解

用移液管吸取渗沥液实验室样品(其吸取量应使试样滴定所消耗的盐酸标准滴定溶液体积约为 25 mL)于凯氏烧瓶中,用水稀释至 25 mL。然后缓缓加入 50 mL 消解剂(9.2.3),混匀后,在烧瓶口上加一弯颈小漏斗,置通风柜内加热,直至溶液颜色变清并不冒白烟时,再消解 30 min。

### 9.5.3 蒸馏

9.5.3.1 量取 50 mL 硼酸-指示剂溶液(9.2.6)于锥形烧瓶内,置于蒸馏装置的冷凝管出口下,并确保蒸馏液导管出口尖端深入硼酸吸收液液面以下 2 cm。

9.5.3.2 待消解液冷却后,用水稀释到 300 mL,加入 0.5 mL 酚酞指示剂(9.2.9),并加几粒玻璃珠混匀,然后把烧瓶倾斜,慢慢加入 50 mL 氢氧化钠-硫代硫酸钠溶液(9.2.4),使之成上下两层(此时上层应呈紫红色,否则需增加碱液量)。把这个烧瓶和用蒸汽清洗过的蒸馏装置连接起来,换下原来清洗过的烧瓶。

9.5.3.3 加热凯氏烧瓶,使蒸馏速度控制在(6~8)mL/min。当馏出液收集到总体积约 300 mL 时,要准备停止蒸馏。在蒸馏停止前(1~2)min,把锥形吸收烧瓶放低,使蒸馏液导管尖端脱离硼酸液面并再蒸馏 1 min 后停止加热。

#### 9.5.4 滴定

用盐酸标准滴定溶液(9.2.8)滴定馏出液,溶液由绿色变到紫色为终点。记录酸用量。

#### 9.5.5 空白试验

按 9.5.2~9.5.4 操作步骤进行空白试验,但用水代替试样。

#### 9.6 结果计算与表示

渗沥液中凯氏氮浓度按式(12)计算:

$$c_7 = \frac{V_1 - V_2}{V_0} \times c_5 \times 14.01 \times 1000 \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

- $c_7$  —— 渗沥液中凯氏氮的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $V_1$  —— 试样滴定时所消耗的盐酸标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- $V_2$  —— 空白试验滴定时所消耗的盐酸标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- $V_0$  —— 渗沥液试样的体积,单位为毫升(mL);
- $c_5$  —— 盐酸标准滴定溶液实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 14.01 —— 氮(N)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

结果以 4 位有效数字表示,小数点后最多保留 2 位。

#### 9.7 精密度和准确度

9.7.1 对凯氏氮含量为 1 500 mg/L~2 000 mg/L 的渗沥液样品,经 5 批平行双样测定的相对偏差小于 1.6%。

9.7.2 用含凯氏氮浓度为 275.9 mg/L 的 EDTA 二钠盐标准溶液,经 6 次测定的相对标准偏差为 3.3%,回收率为 94.2%~102.4%。

9.7.3 分析含 2 152 mg/L 凯氏氮的渗沥液加标样品,经 6 次测定,相对标准偏差为 1.7%,加标回收率为 94.8%~98.6%。

### 10 总氮

渗沥液中总氮的检测可采用碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法。该方法测定试样中总氮的最低检出浓度为 0.05 mg/L,测定上限为 4.00 mg/L。

#### 10.1 原理

在 60 ℃ 以上水溶液中,过硫酸钾可分解产生硫酸氢钾和原子态氧,硫酸氢钾在溶液中离解而产生氢离子,故在氢氧化钠的碱性介质中可促使分解过程趋于完全。分解出的原子态氧在(120~124)℃条件下,可使水样中含氮化合物的氮元素转化为硝酸盐。并且在此过程中有机物同时被氧化分解。可用紫外分光光度法于波长 220 nm 和 275 nm 处,分别测出吸光度  $A_{220}$  及  $A_{275}$ ,按式(13)求出校正吸光度  $A$ :

$$A = A_{220} - 2A_{275} \quad \dots\dots\dots(13)$$

按  $A$  的值查校准曲线并计算总氮(以 N 计)含量。

#### 10.2 干扰和消除

测定中干扰物主要是碘离子与溴离子,碘离子相对于总氮含量的 2.2 倍以上,溴离子相对于总氮含

## CJ/T 428—2013

量的 3.4 倍以上有干扰。某些有机物在本法规定的测定条件下无法完全转化为硝酸盐氮时对测定有影响。

### 10.3 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为按 10.3.1 制备的无氨水。

#### 10.3.1 无氨水

每升水中加入 0.10 mL 浓硫酸蒸馏,收集馏出液于具塞玻璃容器中。也可使用新制备的去离子水。

#### 10.3.2 氢氧化钠溶液: $c=200\text{ g/L}$

称取 20 g 氢氧化钠(NaOH),溶于水(10.3.1)中,稀释至 100 mL。

#### 10.3.3 氢氧化钠溶液: $c=20\text{ g/L}$

将溶液(10.3.2)稀释 10 倍而得。

#### 10.3.4 碱性过硫酸钾溶液

称取 40.0 g 过硫酸钾( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ )溶于 600 mL 水中(可置于 50 °C 水浴中加热至全部溶解);另称取 15.0 g 氢氧化钠溶于 300 mL 水中。待氢氧化钠溶液温度冷却至室温后,混合两种溶液定容至 1 000 mL,存放于聚乙烯瓶内,可保存一周。

#### 10.3.5 盐酸溶液

1+9。

#### 10.3.6 硝酸钾标准溶液

##### 10.3.6.1 硝酸钾标准储备液: $c_N=100\text{ mg/L}$

硝酸钾( $\text{KNO}_3$ )在 105 °C~110 °C 烘箱中干燥 3 h,在干燥器中冷却后,称取 0.721 8 g,溶于水(10.3.1)中,移至 1 000 mL 容量瓶中,用水(10.3.1)稀释至标线在 0 °C~10 °C 暗处保存,或加入(1~2)mL 三氯甲烷保存,可稳定 6 个月。也可直接使用市售有证标准溶液。

##### 10.3.6.2 硝酸钾标准使用液: $c_N=10\text{ mg/L}$

将储备液用水(10.3.1)稀释 10 倍而得。临用现配。

#### 10.3.7 硫酸溶液

1+35。

### 10.4 仪器和设备

- 紫外分光光度计及 10 mm 石英比色皿;
- 医用手提式蒸汽灭菌器[压力为(1.1~1.4)kg/cm<sup>2</sup>],锅内温度相当于(120~124)°C;
- 具玻璃磨口塞比色管,25 mL。

注:玻璃器皿宜用盐酸(1+9)或硫酸(1+35)浸泡,清洗后再用无氨水(10.3.1)冲洗数次。

## 10.5 样品

### 10.5.1 采样

在水样采集后立即放入冰箱中或低于 4 ℃ 的条件保存, 24 h 内测定。水样放置时间较长时, 可在 1 000 mL 水样中加入约 0.5 mL 硫酸( $\rho=1.84$  g/mL), 酸化到 pH 小于 2, 常温下保存 7 d。贮存在聚乙烯瓶中-20 ℃ 冷冻, 一个月内测定。

### 10.5.2 试样的制备

取实验室样品(10.5.1)用氢氧化钠溶液(10.3.3)或硫酸溶液(10.3.7)调节 pH 5~9 从而制得试样。如果试样中不含悬浮物按 10.6.1.2 步骤测定, 试样中含悬浮物则按 10.6.1.3 步骤测定。

## 10.6 分析步骤

### 10.6.1 测定

10.6.1.1 用无分度吸管取 10.00 mL 试样( $c_N$  超过 100  $\mu\text{g}$  时, 可适当稀释后取样)置于比色管中。

10.6.1.2 试样不含悬浮物时, 按下述步骤进行。

- a) 加入 5 mL 碱性过硫酸钾溶液(10.3.4), 塞紧磨口塞用布及绳等方法扎紧瓶塞, 以防弹出。
- b) 将比色管置于医用手提蒸汽灭菌器中, 加热, 使压力表指针到(1.1~1.4) kg/cm<sup>2</sup>, 此时温度达(120~124) ℃ 后开始计时。保持此温度加热 30 min 以上。
- c) 冷却、开阀放气, 移去外盖, 取出比色管并冷至室温。
- d) 准确移取 1 mL 盐酸(10.3.5), 用无氨水稀释至 25 mL 标线, 混匀。
- e) 移取部分溶液至 10 mm, 石英比色皿中, 在紫外分光光度计上, 以无氨水作参比, 分别在波长为 220 nm 与 275 nm 处测定吸光度, 并用式(13)计算出校正吸光度  $A$ 。

10.6.1.3 试样含悬浮物时, 先按上述 10.6.1.2 中 a)~d) 步骤进行, 然后待澄清后移取上清液到石英比色皿中。再按上述 10.6.1.2 中步骤 e) 继续进行测定。

### 10.6.2 空白试验

空白试验以 10 mL 水(10.3.1)代替试样, 采用与测定完全相同的试剂、用量和分析步骤进行平行操作。

注: 当测定在接近检测限时, 应控制空白试验的吸光度  $A_0$  不超过 0.03, 超过此值, 应检查所用水、试剂、器皿和家用压力锅或医用手提灭菌器的压力。

### 10.6.3 校准

#### 10.6.3.1 校准系列的制备

- a) 用分度吸管向一组(10支)比色管中, 分别加入硝酸钾标准使用液(10.3.6.2) 0.00 mL, 0.50 mL, 1.00 mL, 3.00 mL, 5.00 mL, 7.00 mL, 10.00 mL。加水(10.3.1)稀释至 10.00 mL。
- b) 按 10.6.1.2 中 a)~e) 步骤进行测定。

#### 10.6.3.2 校准曲线的绘制

零浓度(空白)溶液和其他硝酸钾标准使用溶液(10.3.6.2)制得的校准系列完成全部分析步骤, 于波长 220 nm 和 275 nm 处测定吸光度后, 分别按式(14)~(16)求出除零浓度外其他校准系列的校正吸

## CJ/T 428—2013

光度  $A_s$  和零浓度的校正吸光度  $A_b$  及其差值  $A_r$ 。以总氮(以 N 计)含量( $\mu\text{g}$ )为横坐标、对应的  $A_r$  值为纵坐标,绘制校准曲线。

$$A_s = A_{s220} - 2A_{s275} \quad \dots\dots\dots(14)$$

$$A_b = A_{b220} - 2A_{b275} \quad \dots\dots\dots(15)$$

$$A_r = A_s - A_b \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中:

$A_{s220}$ ——标准溶液在 220 nm 波长的吸光度;

$A_{s275}$ ——标准溶液在 275 nm 波长的吸光度;

$A_{b220}$ ——零浓度(空白)溶液在 220 nm 波长的吸光度;

$A_{b275}$ ——零浓度(空白)溶液在 275 nm 波长的吸光度。

### 10.7 结果计算与表示

按式(13)计算得试样校准吸光度  $A_r$ , 渗沥液中总氮浓度(以 N 计)按式(17)计算:

$$c_s = \frac{m}{V} \quad \dots\dots\dots(17)$$

式中:

$c_s$ ——渗沥液中总氮(以 N 计)的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$m$ ——从绘制的校准曲线上查得的总氮含量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V$ ——测定用试样体积,单位为毫升(mL)。

结果以 3 位有效数字表示,小数点后最多保留 2 位。

### 10.8 精密度和准确度

经 3 家实验室对总氮浓度为  $1.09 \times 10^3$  mg/L 的渗沥液样品测定,室内的相对标准偏差为 0.5%~3.8%,加标回收率为 98.8%~102%;室间的相对标准偏差为 1.4%。

## 11 氯化物

渗沥液中氯化物的检测可采用硝酸银滴定法。该方法测定试样中氯化物的浓度范围为(10~500)mg/L(以  $\text{Cl}^-$  计)。

### 11.1 原理

在中性或弱碱性(pH 6.5~pH 10.5)溶液中,以铬酸钾作指示剂,用硝酸银标准溶液进行滴定。由于氯化银沉淀的溶解度比铬酸银小,因此溶液中首先析出氯化银沉淀,待白色的氯化银沉淀完全以后,稍过量的硝酸银即与铬酸钾生成砖红色的铬酸银沉淀,从而指示到达终点。

### 11.2 干扰和消除

溴化物、碘化物和氰化物均会引起与氯化物相同的反应而在结果中均以氯化物计入,硫化物、亚硫酸盐和硫代硫酸盐干扰测定,正磷酸盐含量超过 25 mg/L 时因生成磷酸盐沉淀而发生干扰,铁含量超过 10 mg/L 时会使终点模糊;当色度大而难以辨别滴定终点时,一般采用氢氧化铝悬浮液进行沉降过滤来消除。

### 11.3 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为蒸馏水或去离

子水。

### 11.3.1 氯化钠(NaCl)

基准试剂。

### 11.3.2 氯化钠基准溶液, $c(\text{NaCl})=0.01 \text{ mol/L}$

取适量氯化钠(11.3.1)于  $500\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$  灼烧 1 h 后,称取 0.584 4 g 溶解于水,稀释至 1 000 mL。也可直接使用市售有证标准溶液。

### 11.3.3 硝酸银标准滴定溶液, $c(\text{AgNO}_3)=0.01 \text{ mol/L}$

- 称取 1.699 g 硝酸银( $\text{AgNO}_3$ ),在  $105\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥 1 h 溶于水,稀释至 1 000 mL,贮于棕色试剂瓶内,用氯化钠基准溶液(11.3.2)标定。
- 标定:吸取氯化钠基准溶液(11.3.2) 10.0 mL 于 250 mL 锥形烧瓶内,加入 20 mL 水和 1.0 mL 铬酸钾溶液(11.3.4),用待标定的硝酸银溶液滴定至呈砖红色为终点。同时做试剂空白滴定。按式(18)计算硝酸银标准滴定溶液的浓度:

$$c_9 = \frac{c \times 10}{V_1 - V_2} \quad \dots\dots\dots(18)$$

式中:

- $c_9$  ——硝酸银标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $c$  ——氯化钠基准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V_1$  ——滴定氯化钠基准溶液时硝酸银溶液的耗用量,单位为毫升(mL);
- $V_2$  ——滴定试剂空白时硝酸银溶液的耗用量,单位为毫升(mL)。

标定结果要用双份试样取平均值,其相对偏差应小于 1%。

### 11.3.4 铬酸钾( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ ), 50 g/L 溶液

将 50 g 铬酸钾( $\text{K}_2\text{CrO}_4$ )溶于少量水中,滴加硝酸银( $\text{AgNO}_3$ )标准滴定溶液(11.3.3)至生成明显的橙红色沉淀为止,搅匀后放置过夜,过滤,将滤液用水稀释至 1 000 mL。

## 11.4 仪器和设备

- 移液管;
- 酸式滴定管:25 mL,棕色;
- 锥形烧瓶:250 mL。

## 11.5 样品

供氯化物测定的渗沥液实验室样品量约需 100 mL,可收集在聚乙烯或玻璃瓶内,可在室温下保存 3 个月。用滤纸过滤渗沥液实验室样品,取其滤液即为试样。

## 11.6 分析步骤

11.6.1 用移液管吸取渗沥液试样[其吸取量应使试样滴定所消耗的硝酸银标准滴定溶液体积约为(10~15)mL]于锥形烧瓶中,用水稀释至 100 mL,加 1.0 mL 铬酸钾溶液(11.3.4),在强烈摇动下,以硝酸银标准滴定溶液(11.3.3)滴定至带砖红的黄色为终点。辨别终点时要保持色调一致。渗沥液的 pH 值在 6.5~10.5 范围内,不必调节酸度,若试样不在此范围内,则用 1 mol/L 硫酸( $1/2\text{H}_2\text{SO}_4$ )或 1 mol/L 氢氧化钠(NaOH)调节试样溶液的 pH 值,然后再加入 1.0 mL 铬酸钾溶液进行硝酸银滴定。

## CJ/T 428—2013

11.6.2 取 100 mL 水于锥形烧瓶中,按 11.6.1 操作进行滴定,以确定一个试剂空白值。

## 11.7 结果计算与表示

渗沥液中氯化物浓度(以  $\text{Cl}^-$  计)按式(19)计算:

$$c_{10} = \frac{V_1 - V_2}{V_0} \times c_9 \times 35.45 \times 1000 \quad \dots\dots\dots(19)$$

式中:

- $c_{10}$  —— 渗沥液中氯化物(以  $\text{Cl}$  计)的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $V_0$  —— 渗沥液试样的体积,单位为毫升(mL);
- $V_1$  —— 试料滴定时所消耗的硝酸银标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- $V_2$  —— 滴定试剂空白时所消耗的硝酸银标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);
- $c_9$  —— 硝酸银标准滴定溶液实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 35.45 —— 氯(Cl)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

结果以 3 位有效数字表示,小数点后最多保留 1 位。

## 11.8 精密度和准确度

11.8.1 对氯化物含量为(700~1 600)mg/L 的渗沥液样品,经 5 批平行双样测定的偏差小于 0.7%。

11.8.2 用含氯化物浓度为 83.1 mg/L 的氯化钾标准溶液,测定 7 次的相对标准偏差为 0.94%,回收率为 100.6%~103.1%。

11.8.3 分析含  $1.38 \times 10^3$  mg/L 氯化物的渗沥液加标样品,测定 7 次,相对标准偏差为 2.0%,加标回收率为 97.3%~102.6%。

## 12 总磷

渗沥液中总磷的检测可采用钒钼磷酸盐分光光度法和钼酸铵分光光度法。

## 12.1 钒钼磷酸盐分光光度法

该方法测定试样中总磷的浓度范围为(2~10)mg/L(以 P 计)。

## 12.1.1 原理

试样中的有机磷,在硝酸-硫酸的联合氧化作用下,被转化成正磷酸盐,聚合磷酸盐也转变成正磷酸盐。在酸性条件下,正磷酸盐与钼酸铵反应,生成钼磷酸铵的杂多酸盐,当有钼酸盐时,便形成一种稳定的黄色钒钼磷酸盐,黄色的深度与正磷酸盐的浓度成正比,因此可用分光光度计进行比色测定。

## 12.1.2 干扰和消除

硅、砷酸盐、硫化物和过量的钼酸盐等都会引起干扰,二价铁的浓度小于 100 mg/L 不影响测定结果,而氯化物浓度达 75 mg/L 时就有干扰。

## 12.1.3 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为蒸馏水或去离子水。

12.1.3.1 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), $\rho=1.84$  g/mL。

12.1.3.2 硝酸( $\text{HNO}_3$ ), $\rho=1.40$  g/mL。

### 12.1.3.3 氢氧化钠溶液, $c(\text{NaOH})=6 \text{ mol/L}$ 。

将 240 g 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )溶于水,冷却,稀释至 1 000 mL,贮于聚乙烯瓶内。

### 12.1.3.4 盐酸( $\text{HCl}$ ), 1+1 溶液。

### 12.1.3.5 钒酸盐-铝酸盐溶液:

#### a) 溶液 A

溶解 25 g 四水合钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_2\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 于 300 mL 水中。

#### b) 溶液 B

溶解 1.25 g 偏钼酸铵( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ )于 300 mL 沸水中,冷却后加入 330 mL 盐酸( $\text{HCl}$ ,  $\rho=1.12 \text{ g/mL}$ )。

将溶液 A 倾入到溶液 B 中,混匀,并稀释至 1 000 mL。

### 12.1.3.6 正磷酸盐标准溶液:

取适量磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )在 105 °C 干燥至恒重,溶解 0.219 7 g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  于大约 800 mL 水中,加(1+1)硫酸 5 mL 后,再用水稀释至 1 000 mL。此溶液每毫升含 50  $\mu\text{g}$  磷(以 P 计)。贮于玻璃瓶内在温度为(2~5)°C 处贮存,至少可保存 6 个月。也可直接使用市售有证标准溶液。

### 12.1.3.7 酚酞指示剂溶液:

溶解 0.5 g 酚酞(phenolphthalein)于 60 mL 95%(体积分数)乙醇中,再加 40 mL 水。

## 12.1.4 仪器和设备

#### a) 分光光度计;

#### b) 微型凯氏烧瓶:100 mL。

## 12.1.5 样品

采取 500 mL 水样后加入 1 mL 硫酸(12.1.3.1)调节样品的 pH 值,使之低于或等于 1,或不加任何试剂于冷处保存。

## 12.1.6 分析步骤

### 12.1.6.1 消解

用移液管吸取渗沥液实验室样品(最大为 40 mL)入微型凯氏烧瓶,加入 2 mL 硫酸(12.1.3.1)混合,加几粒玻璃珠。加热到产生白烟。冷却后加入 0.5 mL 硝酸(12.1.3.2),并加热到棕色烟雾停止产生为止,根据需要可再加硝酸直至消解完全。冷却后,加入 20 mL 水,1 滴酚酞指示剂溶液。再滴加氢氧化钠溶液(12.1.3.3),使消解液变为淡粉红色。冷却后,将溶液转移到 100 mL 容量瓶中,用少量水洗涤凯氏烧瓶,将洗涤液也加入到同一容量瓶内,并稀释到刻度。

### 12.1.6.2 空白试验

按 12.1.6.1 操作步骤进行,但用同体积的水代替试样,以检测试剂和水中含磷量的空白值。

### 12.1.6.3 标准曲线

#### a) 标准溶液的制备

用移液管分别吸取正磷酸盐标准溶液(12.1.3.6)0.0 mL,5.0 mL,10.0 mL,15.0 mL,20.0 mL,25.0 mL,30.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度。

#### b) 显色

用移液管分别吸取 25.0 mL 标准溶液[12.1.6.3 中 a) 溶液]入 50 mL 容量瓶内,加入 10 mL 钒酸盐-钼酸盐溶液(12.1.3.5),并用水稀释至刻度。

## CJ/T 428—2013

## c) 测吸光度

待每只显色溶液放置 10 min 以后,在 420 nm 波长处,用 10 mm 比色皿,以空白溶液为参比,测定每只标准溶液的吸光度。

## d) 绘制标准曲线

以扣除空白溶液吸光度后的(A)为纵坐标,磷含量( $\mu\text{g}$ )为横坐标,绘制吸光度对磷含量的标准曲线。

## 12.1.6.4 试样测定

## a) 显色

用消解后的定容试样消解液(12.1.6.1),按 12.1.6.3 中 b)步骤操作进行显色。

## b) 测吸光度

以空白溶液作参比,按 12.1.6.3 中 c)步骤操作进行吸光度测定。

## 12.1.7 结果计算与表示

渗沥液中总磷浓度(以 P 计)按式(20)计算:

$$c_{11} = \frac{m}{V} \dots\dots\dots(20)$$

式中:

$c_{11}$ ——渗沥液中总磷(以 P 计)的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$m$ ——扣除空白试验吸光度后从绘制的校准曲线上查得的总磷含量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V$ ——测定用试样体积,单位为毫升(mL)。

结果以 3 位有效数字表示,小数点后最多保留 3 位。

## 12.1.8 精密度和准确度

12.1.8.1 对总磷含量为 0.3 mg/L~6.1 mg/L 的渗沥液样品,经 4 批平行双样测定的相对偏差小于 1.3%。

12.1.8.2 用  $\beta$ -甘油磷酸钠(sodium- $\beta$ -glycerophosphate)配成总磷浓度为 49.7 mg/L 的标准溶液,经 6 次测定,相对标准偏差为 0.39%,回收率为 100.0%~100.6%。

12.1.8.3 分析含 120.3 mg/L 总磷的渗沥液加标样品,经 5 次测定,相对标准偏差为 3.3%,加标回收率为 94%~102%。

## 12.2 钼酸铵分光光度法

取 25 mL 试样,该方法的最低检出浓度为 0.01 mg/L,测定上限为 0.60 mg/L。

## 12.2.1 原理

在中性条件下用硝酸-高氯酸使试样消解,将所含磷全部氧化为正磷酸盐。在酸性介质中,正磷酸盐与钼酸铵反应,在锑盐存在下生成磷钼杂多酸后,立即被抗坏血酸还原,生成蓝色的络合物。

## 12.2.2 干扰和消除

在酸性条件下,砷、铬、硫干扰测定。

## 12.2.3 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为蒸馏水或去离

子水。

12.2.3.1 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ),密度为 1.84 g/mL。

12.2.3.2 硝酸( $\text{HNO}_3$ ),密度为 1.4 g/mL。

12.2.3.3 高氯酸( $\text{HClO}_4$ ),优级纯,密度为 1.68 g/mL。

12.2.3.4 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ),1+1,用硫酸(12.2.3.1)。

12.2.3.5 硫酸,约  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/L}$ :将 27 mL 硫酸(12.2.3.1)加入到 973 mL 水中。

12.2.3.6 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ ),6 mol/L 溶液:将 240 g 氢氧化钠溶于水并稀释至 1 000 mL。

12.2.3.7 抗坏血酸,100 g/L 溶液:溶解 10 g 抗坏血酸( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$ )于水中,并稀释至 100 mL。此溶液贮于棕色的试剂瓶中,在冷处可稳定几周。如不变色可长时间使用。

12.2.3.8 钼酸盐溶液:溶解 13 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 于 100 mL 水中。溶解 0.35 g 酒石酸锑钾 $[\text{KSbC}_4\text{H}_4\text{O}_7 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}]$ 于 100 mL 水中。在不断搅拌下把钼酸铵溶液徐徐加到 300 mL 硫酸(12.2.3.4)中,加酒石酸锑钾溶液并且混合均匀。此溶液贮存于棕色试剂瓶中,在冷处可保存 2 个月。

12.2.3.9 浊度-色度补偿液:混合两个体积硫酸(12.2.3.4)和一个体积抗坏血酸溶液(12.2.3.7)。使用当天配制。

12.2.3.10 磷标准储备溶液:称取 0.219 7 g 于 110 °C 干燥 2 h 在干燥器中放冷的磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ),用水溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶中,加入大约 800 mL 水,加 5 mL 硫酸(12.2.3.4)用水稀释至标线并混匀。1.00 mL 此标准溶液含 50.0  $\mu\text{g}$  磷。也可直接使用市售有证标准溶液。本溶液在玻璃瓶中可贮存至少 6 个月。

12.2.3.11 磷标准使用溶液:将 10.0 mL 的磷标准储备溶液(12.2.3.10)转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至标线并混匀。1.00 mL 此标准溶液含 2.0  $\mu\text{g}$  磷。使用当天配制。

12.2.3.12 酚酞,10 g/L 溶液:0.5 g 酚酞溶于 50 mL 95%乙醇中。

12.2.3.13 过硫酸钾,50 g/L 溶液:将 5 g 过硫酸钾( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ )溶解于水中,并稀释至 100 mL。

#### 12.2.4 仪器和设备

- a) 医用手提式蒸汽消毒器或一般压力锅 1.1  $\text{kg}/\text{cm}^2 \sim 1.4 \text{ kg}/\text{cm}^2$ ;
- b) 50 mL 具塞(磨口)比色管;
- c) 分光光度计;
- d) 平板电热板。

#### 12.2.5 采样和样品

采取 500 mL 水样后加入 1 mL 硫酸(12.2.3.1)调节样品的 pH 值,使之低于或等于 1,或不加任何试剂于冷处保存。

#### 12.2.6 分析步骤

##### 12.2.6.1 消解

###### 12.2.6.1.1 过硫酸钾消解

取 25 mL 试样(12.2.5)于具塞比色管中,加入 4 mL 过硫酸钾(12.2.3.13),将具塞比色管的盖塞紧后,用一小块布和线将玻璃塞扎紧,放在大烧杯中置于高压蒸汽消毒器中加热,待压力达到 1.1  $\text{kg}/\text{cm}^2$ ,相应温度为 120 °C 时,保持 30 min 后停止加热。待压力表读数降至零后,取出放冷。然后稀释至标线。

注:如用硫酸保存样品。当用过硫酸钾消解时,需先将试样调至中性。

###### 12.2.6.1.2 硝酸-高氯酸消解

- a) 试样中的有机物用过硫酸钾氧化无法完全破坏时,可用此方法。消解操作应在高效的通风柜

## CJ/T 428—2013

内进行。

- b) 硝酸-高氯酸消解:取 25 mL 试样(12.2.5)于锥形瓶中,加数粒玻璃珠,加 2 mL 硝酸(12.2.3.2)在电热板上加热浓缩至 10 mL。冷却后加 5 mL 硝酸(12.2.3.2),再加热浓缩至 10 mL,放冷。加 3 mL 高氯酸(12.2.3.3),加热至高氯酸冒白烟,此时可在锥形瓶上加小漏斗或调节电热板温度,使消解液在锥形瓶内壁保持回流状态,直至剩下 3 mL~4 mL,放冷。
- c) 加水 10 mL,加 1 滴酚酞指示剂(12.2.3.12)。滴加氢氧化钠溶液(12.2.3.6)至刚呈微红色,再滴加硫酸溶液(12.2.3.5)使微红刚好退去,充分混匀。稀释定容至 100 mL 容量瓶中。
- d) 取适量消解液于 50 mL 比色管中(消解液的取样量,以保证显色的工作样品浓度在标准曲线范围内为宜),并稀释定容至 50 mL。

## 12.2.6.2 空白试验

按 12.2.6.1 操作步骤进行空白试验,用水代替试样,并加入与测定时相同体积的试剂。

## 12.2.6.3 试样测定

分别向各份样品中加入 1 mL 抗坏血酸溶液(12.2.3.7)混匀,30 s 后加 2 mL 钼酸盐溶液(12.2.3.8)充分混匀。室温下放置 15 min 后,使用 30 mm 比色皿,在 700 nm 波长下,以水做参比,测定吸光度。扣除空白试验的吸光度后,从工作曲线(12.2.6.4)上查得磷的含量。

## 12.2.6.4 工作曲线的绘制

取 7 支具塞比色管分别加入 0.00 mL,0.50 mL,1.00 mL,3.00 mL,5.00 mL,10.0 mL,15.0 mL 磷酸盐标准溶液(12.2.3.11)。加水至 50 mL。然后按测定步骤(12.2.6.3)进行处理。以水做参比,测定吸光度。扣除空白试验的吸光度后,和对应的磷的含量( $\mu\text{g}$ )绘制工作曲线。

## 12.2.7 结果计算与表示

渗沥液中总磷浓度(以 P 计)按式(21)计算:

$$c_{12} = \frac{m}{V} \quad \dots\dots\dots(21)$$

式中:

$c_{12}$ ——渗沥液中总磷(以 P 计)的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$m$ ——扣除空白试验吸光度后从绘制的校准曲线上查得的总磷含量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V$ ——测定用试样体积,单位为毫升(mL)。

结果以 3 位有效数字表示,小数点后最多保留 3 位。

## 12.2.8 精密度和准确度

经 3 家实验室对总磷浓度为 9.04 mg/L 的渗沥液样品测定,室内的相对标准偏差为 1.8%~2.2%,加标回收率为 100%~102.7%;室间的相对标准偏差为 1.1%。

## 13 pH 值

渗沥液中 pH 值的检测可采用玻璃电极法。该方法测定样品 pH 值的范围为 pH 4~9。

## 13.1 原理

pH 值由测量电池的电动势而得。该电池通常由饱和甘汞电极作参比电极,玻璃电极为指示电极

所组成。溶液的 pH 值受其温度影响,在溶液温度为 25 ℃时,其 pH 值每变化一个单位时,电池的电动势将改变 59.16 mV,这在仪器上可直接转换成以 pH 的读数表示,而溶液的温度差异可通过仪器上的温度补偿装置进行校正。应采用国际上通用的已知 pH 值的标准缓冲溶液进行 pH 值标度。

## 13.2 干扰和消除

当 pH 大于 10 时,因有大量钠离子存在而使读数偏低,常称钠差。

## 13.3 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为蒸馏水或去离子水。

### 13.3.1 标准缓冲溶液(简称标准溶液)

#### 13.3.1.1 pH 标准溶液 A(pH 4.008,25 ℃)

称取预先在 110 ℃~130 ℃干燥 2 h~3 h 的邻苯二甲酸氢钾( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ )10.12 g。溶于水,转移到 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。也可直接使用市售有证标准溶液。

#### 13.3.1.2 pH 标准溶液 B(pH 6.865,25 ℃)

分别称取预先在 110 ℃~130 ℃干燥 2 h~3 h 的磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )3.386 g 和磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ )3.533 g,溶于水中,转移到 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。也可直接使用市售有证标准溶液。

#### 13.3.1.3 pH 标准溶液 C(pH 9.180,25 ℃)

为了使晶体具有一定的组成,应称取与饱和溴化钠( $\text{NaBr}$ )或氯化钠( $\text{NaCl}$ )加蔗糖( $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ )溶液在室温下共同在干燥器中放置两昼夜平衡时间的硼砂( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ )3.80 g,溶于水,转入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。也可直接使用市售有证标准溶液。

注 1: 配好的标准溶液应贮于聚乙烯瓶或硬质玻璃瓶内,密闭保存。在室温条件下,有效期为一个月;置于温度为 4 ℃,可延长使用期限。

注 2: 标准溶液的 pH 随温度变化值见附录 B。

## 13.4 仪器和设备

- a) 酸度计或离子活度计;
- b) 玻璃电极与甘汞电极;
- c) 磁力搅拌器及包有聚四氟乙烯层的磁力搅拌棒;
- d) 水银温度计:0 ℃~100 ℃。

## 13.5 样品

供 pH 值测定的渗沥液实验室样品量约需 100 mL,可收集在聚乙烯或玻璃瓶内密闭。采样后应现场测定,否则应在低于样品温度的条件下运送到实验室,置于温度(2~5)℃内,6 h 内测定。

## 13.6 分析步骤

### 13.6.1 仪器校准

13.6.1.1 按仪器使用说明书操作程序,先打开电源,预热 30 min。

## CJ/T 428—2013

13.6.1.2 将试样与标准溶液置于相同条件以达同一温度,记录温度计读数,并将仪器温度补偿旋钮调到该温度上。

13.6.1.3 用标准溶液校正仪器:先用与试样 pH 相差不超过 2 个 pH 单位的标准溶液校正。校正前先用水冲洗电极,并用滤纸吸干,然后将电极的玻璃泡浸入溶液中,再把甘汞电极底部盐桥口的橡皮塞拔掉,也插入溶液内,小心摇动或搅拌 0.5 min,调整仪器指针,使其位于该标准溶液的 pH 值处,以后就按同样的操作,再将电极浸入第 2 个标准溶液中,而其 pH 值大约与第 1 个标准溶液相差 3 个 pH 单位。如果仪器响应的示值与第 2 个标准溶液的 pH 值相差超过 0.1 pH 单位,就要检查仪器、电极或标准溶液是否存在问题。当三者均正常时,方可用于测定样品。

### 13.6.2 试样测定

13.6.2.1 测定试样时,先用水冲洗电极 3~5 次,再用被测试样冲洗 3~5 次,然后将电极浸入试样中,小心摇动或搅拌 0.5 min,读取 pH 值。

13.6.2.2 按 13.6.2.1 重复操作一次,比较两次结果,两次结果以小于 0.02 pH 单位为宜。

注 1: 新的玻璃电极在使用前,应先放入水中浸泡 24 h 以上,用后应没在水里。

注 2: 甘汞电极中的饱和氯化钾(KCl)溶液的液面应高出汞体,在室温下应有少许氯化钾晶体存在,以保证处于饱和状态,但氯化钾晶体不应过多,以防堵塞与被测溶液的通路。

注 3: 玻璃电极表面受到污染时,需进行处理。如果是无机盐结垢,应用温的稀盐酸溶解;对钙、镁等难溶性结垢,应用 EDTA 二钠盐溶液溶解;沾有油污时,应用丙酮清洗。电极经上述处理后,应在水中浸泡 24 h 以上后再使用。不应用无水乙醇、洗涤剂处理电极。

### 13.7 结果计算与表示

pH 值应取一位小数。

### 13.8 精密度和准确度

pH 值范围在 pH 6~9,允许差为±0.05 pH 单位。

## 14 五日生化需氧量(BOD<sub>5</sub>)

渗沥液中五日生化需氧量的检测可采用稀释与培养法。该方法适用于含 BOD<sub>5</sub> 浓度大于 2 mg/L 的水样。对未经稀释的水样的测定上限为 6 000 mg/L(以 O<sub>2</sub> 计)。

### 14.1 原理

- a) 生化需氧量是指在规定的条件下,微生物分解水中的某些可氧化的物质,特别是分解有机物的生物化学过程消耗的溶解氧。通常情况下是指水样充满完全密闭的溶解氧中,在(20±1)℃的暗处培养 5 d±4 h 或(2+5)d±4 h。先在 0℃~4℃的暗处培养 2 d,接着在(20±1)℃的暗处培养 5 d,即培养(2+5)d。分别测定培养前后水样中溶解氧的质量浓度,由培养前后溶解氧的质量浓度之差,计算每升样品消耗的溶解氧量,以 BOD<sub>5</sub> 形式表示。
- b) 由于渗沥液中含有较多的需氧物质,其需氧量往往超过空气饱和水中可能有的溶解氧量,因此在培养前应稀释样品,以使需氧和供氧达到适当的平衡,稀释时细菌生长所需的营养物和合适的 pH 范围都需满足。对不含或含微生物少的工业废水,如酸性废水、碱性废水、高温废水、冷冻保存的废水或经过氯化处理等的废水,在测定 BOD<sub>5</sub> 时应进行接种,以引进可分解废水中有机物的微生物。当废水中存在难以被一般生活污水中的微生物以正常的速度降解的有机物或含有剧毒物质时,应将驯化后的微生物引入水样中进行接种。

c) 在测定  $BOD_5$  的同时,需用葡萄糖-谷氨酸标准溶液进行校正试验。

## 14.2 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为蒸馏水或去离子水。水中含铜量不应超过  $0.01 \text{ mg/L}$ ,不含有氯或氯胺等物质。

### 14.2.1 接种水

渗沥液自身就是一种合适的接种水。如果试样本身不含有足够量的可适应微生物,就可利用生活污水于  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  放置  $24 \text{ h} \sim 36 \text{ h}$  培养后的上清液作为接种水。

### 14.2.2 盐溶液

下述溶液至少可稳定一个月,贮存在玻璃瓶内置于暗处。发现有生物滋长迹象,则应弃去不用。

14.2.2.1 磷酸盐缓冲溶液:将  $8.50 \text{ g}$  磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ),  $21.75 \text{ g}$  磷酸氢二钾( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ ),  $33.40 \text{ g}$  七水合磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )和  $1.70 \text{ g}$  氯化铵( $\text{NH}_4\text{Cl}$ )溶于约  $500 \text{ mL}$  水中,稀释至  $1000 \text{ mL}$ ,混匀。此缓冲溶液的  $\text{pH}$  应为  $7.2$ 。

14.2.2.2 硫酸镁( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ),  $22.5 \text{ g/L}$  溶液:将  $22.5 \text{ g}$  七水合硫酸镁( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )溶于水中,稀释至  $1000 \text{ mL}$ ,混匀。

14.2.2.3 氯化钙( $\text{CaCl}_2$ ),  $27.5 \text{ g/L}$  溶液:将  $27.5 \text{ g}$  无水氯化钙( $\text{CaCl}_2$ )(若用水合氯化钙,取量应相当)溶于水,稀释至  $1000 \text{ mL}$ ,混匀。

14.2.2.4 氯化铁( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ),  $0.25 \text{ g/L}$  溶液:将  $0.25 \text{ g}$  六水合氯化铁(Ⅲ)( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ )溶于水,稀释至  $1000 \text{ mL}$ ,混匀。

### 14.2.3 稀释水

分别取磷酸盐缓冲溶液(14.2.2.1)、硫酸镁溶液(14.2.2.2)、氯化钙溶液(14.2.2.3)和氯化铁溶液(14.2.2.4)各  $1 \text{ mL}$  于约  $500 \text{ mL}$  水中,稀释至  $1000 \text{ mL}$ ,混匀。然后用清洁空气鼓泡[用无油空气压缩机或薄膜泵,将吸入的空气先后经活性炭吸附管及水洗涤管后导入稀释水内,  $5 \text{ L} \sim 20 \text{ L}$  需鼓泡( $2 \sim 8$ )h],瓶口上盖两层经洗涤晾干的纱布,置于  $20 \text{ }^\circ\text{C}$  培养箱中放置  $4 \text{ h}$ ,以确保溶解氧浓度不低于  $8 \text{ mg/L}$ ( $20 \text{ }^\circ\text{C}$ )。此溶液的五日生化需氧量不应超过  $0.2 \text{ mg/L}$ ,否则应进一步提高水质纯度。此溶液的  $\text{pH}$  值为  $7.2$ ,应在  $8 \text{ h}$  内使用。

### 14.2.4 接种稀释水

每升稀释水(14.2.3)中加入  $1 \text{ mL} \sim 3 \text{ mL}$  接种水(14.2.1),混匀。接种稀释水应在配制后立即使用。接种稀释水的五日生化需氧量应控制在  $0.6 \text{ mg/L} \sim 1.0 \text{ mg/L}$ 。

### 14.2.5 葡萄糖-谷氨酸标准溶液

将无水葡萄糖( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ )和谷氨酸( $\text{HOOC}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{CHNH}_2-\text{COOH}$ )在  $103 \text{ }^\circ\text{C}$  干燥  $1 \text{ h}$ ,各取( $150 \pm 1$ ) $\text{mg}$  溶于水,稀释至  $1000 \text{ mL}$ ,混匀。此溶液于临用前制备。

### 14.2.6 盐酸溶液

$c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ :将  $40 \text{ mL}$  浓盐酸( $\text{HCl}$ )溶于水中,稀释至  $1000 \text{ mL}$ 。

### 14.2.7 氢氧化钠溶液

$c(\text{NaOH})=0.5 \text{ mol/L}$ :将  $20 \text{ g}$  氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )溶于水中,稀释至  $1000 \text{ mL}$ 。

## CJ/T 428—2013

### 14.2.8 亚硫酸钠溶液

$c(\text{Na}_2\text{SO}_3)=0.025 \text{ mol/L}$ :将 1.575 g 亚硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_3$ )溶于水中,稀释至 1 000 mL。此溶液不稳定,需用现配。

### 14.2.9 乙酸溶液

1+1。

### 14.2.10 碘化钾溶液

$c(\text{KI})=100 \text{ g/L}$ :将 10 g 碘化钾( $\text{KI}$ )溶于水中,稀释至 100 mL。

### 14.2.11 淀粉溶液

$c=5 \text{ g/L}$ :将 0.5 g 淀粉溶于水中,稀释至 100 mL。

## 14.3 仪器和设备

使用的玻璃器皿要认真清洗,不可附有生物毒性物质或生物可降解的化合物,并防止受到污染。

- a) 培养瓶:容积在 250 mL~300 mL 之间的具磨口塞玻璃细颈瓶或带有磨口塞并具有供水封用的钟形口玻璃瓶;
- b) 培养箱:温度可控制在 $(20\pm 1)^\circ\text{C}$ ;
- c) 稀释容器:1 000 mL 量筒;
- d) 活塞型搅棒:要与 1 000 mL 量筒相配,自制一根粗玻璃棒,底端套上一个比量筒口径略小、厚约 2 mm 的多孔橡皮圆片;
- e) 溶解氧测定仪;
- f) 曝气装置:多通道空气泵或其他曝气装置。

## 14.4 样品

供测定  $\text{BOD}_5$  的渗沥液实验室样品量约需 100 mL,可收集在聚乙烯或玻璃瓶内充满密封。采样后于温度为 $(0\sim 4)^\circ\text{C}$ 置于暗处保存,24 h 内测定。如 24 h 内无法分析,可冷冻保存(冷冻保存时避免样品瓶破裂),冷冻样品分析前需解冻、均质化和接种。

## 14.5 分析步骤

### 14.5.1 样品前处理

14.5.1.1 若样品或稀释后的样品 pH 值不在 6~8 范围内,应用盐酸溶液(14.2.6)或氢氧化钠溶液(14.2.7)调节 pH 值至 6~8。

14.5.1.2 若水样中含有少量余氯,一般在采样后放置 1 h~2 h,游离氯即可消失。对在短时间内无法消失的余氯,可加入适量亚硫酸钠溶液(14.2.8)去除样品中存在的余氯和结合氯,加入亚硫酸钠溶液的量见 14.5.1.3。

14.5.1.3 取已中和好的水样 100 mL,加入乙酸溶液(14.2.9)10 mL、碘化钾溶液(14.2.10)1 mL,混匀,暗处静置 5 min。用亚硫酸钠溶液滴定析出的碘至淡黄色,加入 1 mL 淀粉溶液(14.2.11)呈蓝色。再继续滴至蓝色刚刚退去,即为终点,记录所用亚硫酸钠溶液体积,由亚硫酸钠溶液消耗的体积,计算出水样中应加亚硫酸钠溶液的体积。

## 14.5.2 试样稀释

14.5.2.1 通过测定试样的化学需氧量,以谋取与 BOD 之间的相关性而求得稀释倍数。一般取 3 个稀释倍数,如从测得的 COD 值除以 5、6、7,再取小于商值的 3 个整数作为稀释倍数;或者取 2 个稀释倍数,如从测得的 COD 值除以 5 和 7 的整数作为稀释倍数。COD 的测定见第 15 章。

14.5.2.2 按选定的稀释倍数,将已知体积的试样,用移液管移入到稀释容器内,再用虹吸法把所需量的稀释水(14.2.3)或接种稀释水(14.2.4)沿器壁引入,用活塞型搅棒在液面下混匀,以避免雾沫状空气泡的产生。稀释时,水温要控制在 20℃左右,为此稀释水在冬季低于 20℃应预热,夏季高于 20℃应冷却。

## 14.5.3 灌装培养瓶

14.5.3.1 将稀释好的试样虹吸到 2 只预先编号的培养瓶中,直到充满后溢出少许。瓶壁有气泡,要轻击瓶口使之逸出。盖紧瓶塞,勿使插入的瓶塞存有气泡。

14.5.3.2 用同样方法灌装另外 2 个稀释好的试样。

## 14.5.4 空白试验

另取 2 只有编号的培养瓶,用虹吸法装满稀释水(14.2.3)或接种稀释水(14.2.4)作空白。

## 14.5.5 测定

14.5.5.1 将培养瓶分成甲、乙两组,每组都有不同稀释比的试样各 1 瓶和空白各 1 瓶。

14.5.5.2 将甲组培养瓶倒置在水盘内,使瓶口被水封住,置培养箱中于暗处。具有供水封用的钟形口培养瓶则可直接置于培养箱内。

14.5.5.3 自甲组培养瓶放入培养箱后,即刻测定乙组培养瓶培养前的溶解氧。溶解氧的测定按 GB/T 7489 进行操作。

14.5.5.4 在甲组培养瓶培养期间,要每天检查培养箱温度和水封情况。

14.5.5.5 从开始放入培养箱算起,经过 5 d 后,取出甲组培养瓶,立即测定培养后的溶解氧。溶解氧的测定按 GB/T 7489 进行操作。

## 14.5.6 校正试验

为了检验接种水、稀释水和分析人员的操作技术,应同时进行校正试验。将 20 mL 葡萄糖-谷氨酸标准溶液(14.2.5)用接种稀释水(14.2.4)稀释至 1 000 mL,并按 14.5.5 的操作步骤进行测定。得到的 BOD<sub>5</sub> 应在(180~230)mg/L 之间,否则应检查接种水,必要时检查分析人员的操作技术。

## 14.6 结果计算与表示

### 14.6.1 计算

渗沥液中五日生化需氧量浓度按式(22)计算:

$$c_{13} = \frac{(P_1 - P_2) - (P_3 - P_4) \cdot f_1}{f_2} \quad \dots\dots\dots(22)$$

式中:

$c_{13}$ ——渗沥液中五日生化需氧量质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$P_1$ ——接种稀释水样在培养前的溶解氧质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$P_2$ ——接种稀释水样在培养后的溶解氧质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$P_3$ ——空白样在培养前的溶解氧质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

## CJ/T 428—2013

$P_1$ ——空白样在培养后的溶解氧质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$f_1$ ——接种稀释水或稀释水在培养液中所占的比例;

$f_2$ ——原样品在培养液中所占的比例。

结果以 3 位有效数字表示,小数点后最多保留 1 位。

14.6.2 样品的稀释的程度应使消耗的溶解氧质量浓度不小于 2 mg/L,培养后样品中的剩余溶解氧质量浓度不小于 2 mg/L,且试样中剩余溶解氧的质量浓度为开始浓度的 1/3~2/3 为最佳。若无法满足以上条件,则应调整稀释倍数,舍弃重做。

14.6.3 若有几种稀释倍数的培养液所得数据皆满足 14.6.2 所述的条件,则该试样的几种稀释倍数所得结果均有效,取其平均值为  $BOD_5$  的测定结果。

#### 14.7 精密度和准确度

用 300 mg/L 葡萄糖-谷氨酸标准溶液经 6 次测定获得的  $BOD_5$  值范围为 195 mg/L~211 mg/L,相对标准偏差为 2.7%。

### 15 化学需氧量(COD<sub>Cr</sub>)

渗沥液中化学需氧量的检测可采用重铬酸钾法。该方法适用于含 COD 浓度大于 30 mg/L 的水样。对未经稀释的水样的测定上限为 700 mg/L。

#### 15.1 原理

试样在硫酸溶液中,与已知过量的重铬酸钾在以硫酸银作催化剂和硫酸汞作消除氯离子干涉的掩蔽剂存在下,进行固定时间的加热回流。在回流时间内,有部分重铬酸盐被所存在的可被氧化的物质所还原。以试亚铁灵作指示剂,用硫酸亚铁铵滴定剩余重铬酸盐,由消耗的重铬酸盐量计算 COD 值。当氯离子含量高于 2 000 mg/L 时会影响测定结果。1 mol 重铬酸盐( $Cr_2O_7^{2-}$ )相当于 1.5 mol 氧( $O_2$ )。

#### 15.2 干扰和消除

- 无机还原性物质如亚硝酸盐、硫化物及二价铁盐将使结果增加,将其需氧量作为水样 COD 值的一部分是可接收的。
- 该实验的主要干扰为氯化物,可加入硫酸汞(15.3.2)部分去除,经回流后,氯离子可与硫酸汞结合成可溶性的氯汞络合物。
- 当氯离子含量超过 1 000 mg/L 时,COD 的最低允许值为 250 mg/L,低于此值结果的准确度不可靠。

#### 15.3 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为蒸馏水或去离子水。

15.3.1 硫酸银( $Ag_2SO_4$ ),化学纯。

15.3.2 硫酸汞( $HgSO_4$ )化学纯。

15.3.3 硫酸, $c(H_2SO_4)=4$  mol/L。

将 220 mL 硫酸( $H_2SO_4$ , $\rho=1.84$  g/mL)加入到约 500 mL 水中,待冷却后稀释至 1 000 mL。

15.3.4 硫酸银-硫酸溶液。

将 10 g 硫酸银( $Ag_2SO_4$ )于 35 mL 水中,再加 965 mL 硫酸( $H_2SO_4$ , $\rho=1.84$  g/mL)。需要(1~2)d 溶解,并不时摇动以利溶解。

15.3.5 硫酸亚铁铵标准滴定溶液,  $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 0.25 \text{ mol/L}$ 。

- a) 配制:将 98.0 g 六水合硫酸亚铁铵  $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  溶于水,加入 20 mL 硫酸 ( $\text{H}_2\text{SO}_4, \rho = 1.84 \text{ g/mL}$ )。冷却,并用水稀释到 1 000 mL。每天临用前,用重铬酸钾基准溶液标定 1 次。
- b) 标定:用 4 mol/L 硫酸(15.3.3)将 10.0 mL 重铬酸钾基准溶液(15.3.6)稀释到 100 mL,加 2 滴或 3 滴试亚铁灵指示剂(15.3.9),用待标定的硫酸亚铁铵溶液滴定到溶液由黄色经蓝绿刚变成红棕色即为终点。记录用量,按式(23)计算硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度:

$$c_{14} = \frac{10 \times 0.250}{V} \dots\dots\dots (23)$$

式中:

- $c_{14}$  ——硫酸亚铁铵  $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$  标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升 (mol/L);
- $V$  ——硫酸亚铁铵标准溶液耗用量,单位为毫升 (mL);
- 0.250 ——重铬酸钾基准溶液浓度,单位为摩尔每升 (mol/L);
- 10 ——吸取重铬酸钾基准溶液体积,单位为毫升 (mL)。

15.3.6 重铬酸钾基准溶液,  $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.250 \text{ mol/L}$ 。

将 12.258 g 重铬酸钾 ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , 基准试剂,于 105 °C 干燥 2 h) 溶于水中,稀释至 1 000 mL。

15.3.7 重铬酸钾基准溶液,  $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.025 0 \text{ mol/L}$ 。

将 15.3.6 溶液稀释 10 倍而得。

15.3.8 邻苯二甲酸氢钾基准溶液:  $c(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = 2.082 4 \text{ mol/L}$ 。

将 0.425 1 g 邻苯二甲酸氢钾 ( $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ , 基准试剂,于 105 °C 干燥 1 h) 溶于水,并稀释至 1 000 mL。此溶液的理论 COD 值为 500 mg/L。

15.3.9 试亚铁灵指示剂溶液:将 0.7 g 七水合硫酸亚铁 ( $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) 溶于水中,加 1.50 g 1,10-邻菲罗啉 ( $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , 1,10-phenanthroline monohydrate), 摇动溶解,稀释到 100 mL。贮于棕色瓶中。

#### 15.4 仪器和设备

- a) 回流装置:250 mL 锥形烧瓶与 400 mm 长的球形冷凝管通过标准磨口相连;
- b) 加热装置:电热板或变阻电炉,可使溶液在 10 min 之内沸腾,并保证不会引起加热溶液的局部过热现象发生;
- c) 酸式滴定管:50 mL。

#### 15.5 样品

供测定 COD 的渗沥液实验室样品量约需 100 mL,宜收集在玻璃瓶内,采样后置于温度 (2~5) °C 处,应尽快分析,否则用硫酸酸化,每升样品加 10 mL 硫酸(15.3.3),5 d 内测定。

#### 15.6 分析步骤

##### 15.6.1 清洗回流装置

用 10 mL 重铬酸钾基准溶液(15.3.6)、30 mL 硫酸银-硫酸溶液(15.3.4)和 20 mL 水的混合液回流 2 h。

##### 15.6.2 测定

15.6.2.1 用移液管吸取均匀试样入磨口锥形烧瓶,用水稀释到 20 mL(或吸取适量试样入容量瓶,用

## CJ/T 428—2013

水稀释到刻度后,摇匀,再从中吸取 20.0 mL),使其中 COD 值为(350~700)mg/L,10.0 mL 重铬酸钾基准溶液(15.3.6)和几粒玻璃珠,混匀。

15.6.2.2 慢慢地加入 30 mL 硫酸银-硫酸溶液(15.3.4),接上冷凝管,轻轻摇动锥形烧瓶以使溶液加热回流 2 h(自玻璃珠开始跳动时计算)。当试样中氯离子含量超过 30 mg/L 时,应先把 0.4 g 硫酸汞(15.3.2)加入回流锥形瓶中。再加 20.00 mL 试样、摇匀。

15.6.2.3 冷却后,用少量水冲洗冷凝管内壁入烧瓶,然后卸下烧瓶,再用水稀释至约 140 mL。

15.6.2.4 待溶液冷却至室温后,加 2 滴或 3 滴试亚铁灵指示剂(15.3.9),用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定过量的重铬酸盐到溶液由黄色经蓝绿刚变成红棕色为终点。记录标准滴定溶液的用量。

## 15.6.3 空白试验

按 15.6.2 操作步骤进行空白试验,但用 20.0 mL 水代替试样。

## 15.6.4 校正试验

为了检验试剂纯度和实验技术,需同时进行校正试验。将 20.0 mL 邻苯二甲酸氢钾基准溶液(15.3.8)按 15.6.2 和 15.6.3 测定试样同样的操作步骤进行分析。该溶液的理论需氧量为 500 mg/L。假如校正试验结果为此值的 96% 以上,即可认为实验步骤基本上是适宜的,否则,应寻找失败的原因,重复实验,使之达到要求。

## 15.6.5 试剂量和浓度

采用 250 mL 锥形烧瓶回流装置,样品体积和试剂用量要按表 1 作相应调整。

表 1 不同样品量采用的试剂量和浓度

锥形烧瓶体积 mL	样品体积 mL	含汞盐的重铬酸 钾基准溶液体积 mL	硫酸银-硫酸溶 液体积 mL	硫酸亚铁铵浓度 mol/L	滴定前总体积 mL
250	20	10	30	0.10	140
500	50	25	75	0.25	350

## 15.7 结果计算与表示

渗沥液中化学需氧量的浓度按式(24)计算:

$$c_{15} = \frac{(V_1 - V_2) \times c_{14} \times 8 \times 1000}{V_0} \dots\dots\dots(24)$$

式中:

$c_{15}$ ——渗沥液中化学需氧量的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V_1$ ——空白滴定时所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——试样滴定时所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——稀释前,渗沥液试样的体积,单位为毫升(mL);

$c_{14}$ ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

8 —— $1/4O_2$  的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

结果以 3 位有效数字表示,并且取整数报告。

## 15.8 精密度和准确度

15.8.1 对 COD 值为 500 mg/L~800 mg/L 的渗沥液样品,经 5 批平行双样测定的相对偏差小于 3.3%。

15.8.2 COD 值为 500 mg/L 的邻苯二甲酸氢钾标准溶液,经 5 次测定,相对标准偏差为 1.8%,氧化率为 95.8%~100.0%。

15.8.3 分析 COD 为 103 mg/L 的渗沥液加标样品,经 5 次测定,相对标准偏差为 0.4%,加标回收率为 106.8%~108.5%。

## 16 电导率

渗沥液中电导率的检测可采用电导率仪法。

### 16.1 原理

当两个电极插入溶液中,电极两端就会产生电阻  $R$ ,根据欧姆定律,温度一定时,这个电阻值与电极的间距  $L$  成正比,与电极的截面积  $A$  成反比。即  $R = \rho L / A$  公式中的  $1/\rho$  为电导率。

### 16.2 干扰及消除

水样中含有粗大悬浮物质、油和脂等干扰物测定,可先测水样,再测校准溶液。若有干扰,应经过滤或萃取除去。

### 16.3 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为去离子水或蒸馏水。

16.3.1 实验用水:将蒸馏水通过离子交换柱或直接使用去离子水,电导率小于  $1 \mu\text{S}/\text{cm}$ 。

16.3.2 标准氯化钾溶液,0.01 mol/L:

称取预先在  $105 \text{ }^\circ\text{C}$  干燥 2 h 的优级纯氯化钾 0.745 6 g,溶于水(16.3.1),于  $25 \text{ }^\circ\text{C}$  定容至 1 000 mL 容量瓶中。也可直接使用市售有证标准溶液。必要时,可将标准溶液用纯水加以稀释,各种浓度氯化钾溶液得电导率( $25 \text{ }^\circ\text{C}$ ),见表 2。

表 2 不同浓度氯化钾的电导率

浓度/(mol/L)	电导率/( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )	浓度/(mol/L)	电导率/( $\mu\text{S}/\text{cm}$ )
0.000 1	14.94	0.001	147
0.000 5	73.9	0.005	717.8

### 16.4 仪器和设备

- 电导率仪:误差不超过 1%;
- 恒温水浴锅:( $25 \pm 0.2$ ) $^\circ\text{C}$ ;
- 水银温度计:可读至  $0.1 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

### 16.5 样品

水样采集后应尽快分析,如果无法在采样后及时进行分析,样品应贮存于聚乙烯瓶中,并满瓶封存,

## CJ/T 428—2013

于 4 ℃冷暗处保存,24 h 内测定,测定前应加温至 25 ℃,不应加保存剂。

## 16.6 分析步骤

应阅读各种型号的电导率仪使用说明书。一般测量操作步骤如下:

## 16.6.1 电导池常数测定

16.6.1.1 用 0.01 mol/L 标准氯化钾溶液冲洗电导池 3 次。

16.6.1.2 将电导池注满标准溶液,放入恒温水浴中约 15 min。

16.6.1.3 测定溶液电阻  $R_{KCl}$ ,更换标准液后再进行测定,重复数次,使电阻稳定在 ±2% 范围内,取其平均值。

16.6.1.4 电导池常数  $Q$  应用公式  $Q = KR_{KCl}$  计算。对于 0.01 mol/L 氯化钾溶液,在 25 ℃时的  $K$  为 1 413  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ,则相应的电导池常数  $Q$  的计算公式为  $Q = 1\,413 R_{KCl}$ 。

## 16.6.2 样品测定

用水冲洗数次电导池,再用水样冲洗后,装满水样,按 16.6.1.3 步骤测定水样电阻  $R$ 。由已知电导池常数  $Q$ ,得出水样电导率  $K_t$ 。同时记录测定温度。

## 16.7 结果计算与表示

电导率按式(25)计算:

$$K_t = \frac{Q}{R} = \frac{1\,413 R_{KCl}}{R} \quad \dots\dots\dots(25)$$

式中:

$K_t$  ——测定时  $t$  温度下的电导率,单位为微西门子每厘米( $\mu\text{S}/\text{cm}$ );

$R_{KCl}$  ——0.01 mol/L 标准氯化钾溶液电阻,单位为欧姆( $\Omega$ );

$R$  ——水样电阻,单位为欧姆( $\Omega$ );

$Q$  ——电导池常数。

当测定时的水样温度不是 25 ℃时,应报出的 25 ℃时电导率为:

$$K_s = \frac{K_t}{1 + a(t - 25)} \quad \dots\dots\dots(26)$$

式中:

$K_s$  ——25 ℃时电导率,单位为微西门子每厘米( $\mu\text{S}/\text{cm}$ );

$K_t$  ——测定时  $t$  温度下电导率,单位为微西门子每厘米( $\mu\text{S}/\text{cm}$ );

$a$  ——各离子电导率平均温度系数,取 0.022;

$t$  ——测定时温度,单位为摄氏度(℃)。

结果以 3 位有效数字表示,小数点后最多保留 1 位。

## 16.8 精密度

对电导率为 18 023  $\mu\text{S}/\text{cm}$  渗沥液原液做 6 次平行样的相对标准偏差为 0.55%,对电导率为 6 937  $\mu\text{S}/\text{cm}$  渗沥液排放水做 6 次平行样的相对标准偏差为 0.33%。

## 16.9 注意事项

16.9.1 使用和水样电导率相近的氯化钾标准溶液测定电导池常数。

16.9.2 如使用已知电导池常数的电导池,不需测定电导池常数,可调节好仪器直接测定,但应经常用

标准氯化钾溶液校准仪器。

## 17 钾和钠

渗沥液中钾和钠的检测可采用火焰光度法(原子吸收分光光度计发射法)。该方法测定试样中钾的浓度范围为(0.1~25.0)mg/L(以K计),钠浓度范围为样品中与钾相应比例含量的钠浓度。

### 17.1 原理

将试样中与有机物结合的以及与悬浮颗粒相结合的钾与钠,在硝酸-硫酸的联合氧化作用下被转化成盐溶液。将消解液中的全部钾、钠盐溶液,以雾滴状引入火焰中,靠火焰的热能进行激发,并辐射出它们的特征谱线(钾 766.5 nm,钠 589.0 nm),其强度与钾、钠原子的浓度有着定量关系,再利用光电检测系统进行测定。

### 17.2 干扰和消除

碱金属之间可相互增强激发,如钙、锶的存在使钾、钠的发射强度增大;一些常见的阴离子,如硝酸根、硫酸根、重碳酸根、氯离子和磷酸根都会使结果偏低,尤以氯离子和磷酸根影响严重。

### 17.3 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为蒸馏水或去离子水。

#### 17.3.1 盐酸, $c=3 \text{ mol/L}$

用  $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ ,优级纯 HCl 配制。

#### 17.3.2 硝酸( $\text{HNO}_3$ )

$\rho=1.40 \text{ g/mL}$ ,优级纯。

#### 17.3.3 钾标准储备溶液

将 1.906 7 g 氯化钾(KCl,基准试剂,于 110 °C 干燥 2 h)溶于去离子水中,并稀释至 1 000 mL。此溶液每毫升含 1 000  $\mu\text{g}$  钾(K)。也可直接使用市售有证标准溶液。

#### 17.3.4 钠标准储备溶液

将 2.542 1 g 氯化钠[NaCl 基准试剂,于(500~600)°C 灼烧 1 h]溶于去离子水中,并稀释至 1 000 mL。此溶液每毫升含 1 000  $\mu\text{g}$  钠(Na)。也可直接使用市售有证标准溶液。

#### 17.3.5 钾、钠混合标准溶液

用移液管先吸取 10.0 mL 钾标准储备溶液(17.3.3)1 000 mL 容量瓶中,再按实际样品中钾与钠的近似比例,吸取相应量的钠标准储备溶液(17.3.4)于同一容量瓶内,用水稀释到刻度。此溶液每毫升含 10  $\mu\text{g}$  钾(K)及相应比例含量的钠(Na)。

## 17.4 仪器和设备

- 单光束火焰光度计、原子吸收分光光度计(带发射功能);
- 烧杯:150 mL;

## CJ/T 428—2013

c) 聚乙烯瓶。

## 17.5 样品

供钾、钠测定的渗沥液实验室样品量约需 100 mL,宜收集在聚乙烯瓶内,7 d 内测定。若酸化到 pH 小于 2,可保存 3 个月。

## 17.6 分析步骤

## 17.6.1 消解

- 将 50 mL 充分混匀的渗沥液样品(17.5)放入 150 mL 烧杯中,加入 3 mL 浓硝酸(17.3.2),盖上浅沟型表面皿,至于电热板上加热消解至 5 mL 左右,样品不应沸腾。冷却后再加入 3 mL 浓硝酸,提高加热温度,使之形成平稳回流状态继续消解。根据需要可再加酸,直至消解完全。冷却后加 10 mL 盐酸溶液(17.3.1),稍湿热烧杯 15 min,溶解蒸发生成的任何沉淀或残留物,最后定容至 50 mL 容量瓶中。
- 取 50 mL 去离子水,按步骤 a)操作,以此为空白样。

## 17.6.2 绘制工作曲线

- 用移液管分别吸取钾、钠混合标准溶液(17.3.5)0.00 mL,5.00 mL,10.0 mL,15.0 mL,20.0 mL,25.0 mL 于烧杯中,按 17.6.1 操作步骤进行消解、定容。
- 按火焰光度计使用说明书,将仪器调节到最佳状态,用水做空白溶液调整读数标尺为零点,最大浓度的标准溶液调整读数标尺到 80%处为满刻度,如此反复调节,至少 2 次以上。并在此操作条件下,继续测定其他浓度标准溶液的发射强度读数。要不时校验零点和满度。
- 以发射强度(E)为纵坐标,钾(或钠)含量(mg/L)为横坐标,绘制发射强度对钾(或钠)浓度的工作曲线。

## 17.6.3 试样测定

用消解定容后的试样(17.6.1)按 17.6.2 操作步骤进行测定(如样品浓度过高,应再作进一步的稀释)。仪器应调节到与测定标准溶液时的相同条件,并不时用水作空白溶液和最大浓度的标准溶液校验零点和满度。

## 17.7 结果计算与表示

渗沥液中钾、钠元素的浓度按式(27)计算:

$$c_{16} = \frac{c \times 50}{V} \dots\dots\dots(27)$$

式中:

- $c_{16}$ ——渗沥液中钾、钠元素的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $c$ ——扣除空白试验吸光度后从工作曲线上查得的试样中钾、钠元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- $V$ ——渗沥液消解试料的体积,单位为毫升(mL)。
- 结果以 3 位有效数字表示,小数点后最多保留 3 位。

## 17.8 精密度和准确度

17.8.1 对钾含量为 1 500 mg/L~2 800 mg/L 和相应的钠含量为 600 mg/L~1 300 mg/L 的渗沥液样品,经 5 批平行双样测定的相对偏差分别小于 1.4%和 2.2%。

17.8.2 用邻苯二甲酸氢钾和 EDTA 二钠盐分别配成浓度都为 100 mg/L 的钾和钠标准溶液,分别经 5 次测定,相对标准偏差都为 2.4%,回收率 100%~105%。

17.8.3 分析含钾 26.5 mg/L 和钠 48.0 mg/L 的渗沥液加标样品,经 5 次测定,钾相对标准偏差为 1%,加标回收率为 95.3%~103.5%;钠相对标准偏差为 3.0%,加标回收率为 104.7%~106.3%。

## 18 总汞

渗沥液中总汞的检测可采用原子荧光光谱法和冷原子吸收分光光度法。

### 18.1 原子荧光光谱法

该方法测定试料中汞的浓度范围为 0.01  $\mu\text{g/L}$ ~1.60  $\mu\text{g/L}$ 。对于含量过高的样品,宜适当稀释后进行测定。

#### 18.1.1 原理

水样经过消解处理后,在酸性介质中加入硼氢化钾(钠),汞被还原成原子态汞,由载气(氩气)直接导入石英管原子化器中,进而在氩氢火焰中原子化。基态原子受特种空心阴极灯光源的激发,产生原子荧光,通过检测原子荧光的相对强度,利用荧光强度与溶液中汞的含量成正比的关系,计算样品溶液中汞的含量。

#### 18.1.2 干扰和消除

本方法存在的主要干扰元素是高含量的  $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Ag}^{2+}$  以及形成氢化物元素之间的互相影响等。一般水样中,这些元素的含量在本方法的测定条件下,不会产生干扰。其他常见的阴阳离子没有干扰。

#### 18.1.3 样品

供汞测定的渗沥液样品应酸化至含酸达 1%。

#### 18.1.4 试剂

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为去离子水。

18.1.4.1 浓硝酸( $\text{HNO}_3$ ), $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ,优级纯。

18.1.4.2 盐酸( $\text{HCl}$ ), $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ,优级纯。

18.1.4.3 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), $\rho=1.84\text{ g/mL}$ ,优级纯。

18.1.4.4 硝酸(1+1)溶液,用硝酸(18.1.4.1)配制。

18.1.4.5 高锰酸钾溶液( $m/V$ ),5%:将 50 g 高锰酸钾( $\text{KMnO}_4$ ,优级纯)用水溶解并稀释至 1 000 mL。

18.1.4.6 过硫酸钾溶液( $m/V$ ),5%:将 5 g 过硫酸钾( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ )用水溶解并稀释至 100 mL,使用当天配制。

18.1.4.7 盐酸羟胺( $m/V$ ),20%:将 20 g 盐酸羟胺( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ )用水溶解并稀释至 100 mL。

18.1.4.8 硼氢化钾(钠)溶液( $m/V$ ),0.05%:称取 0.5 g 硼氢化钾(钠)( $\text{KBH}_4$ )于预先加有 5 g 氢氧化钾(钠)( $\text{NaOH}$ )的 200 mL 去离子水中,用玻璃棒搅拌至溶解后,稀释至 1 000 mL。此溶液现用现配。

18.1.4.9 汞标固定液:称取 0.5 g 重铬酸钾( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )溶于蒸馏水中,加入 50 mL 浓硝酸(18.1.4.1),稀释至 1 000 mL。

## CJ/T 428—2013

18.1.4.10 汞标准储备液:准确称取 1.080 g 氧化汞(HgO)于烧杯中,用固定液(18.1.4.9)溶解后,转移至 1 000 mL 容量瓶中,再用固定液稀释至标线,摇匀。此溶液汞浓度为 1 mg/mL。也可直接使用市售有证标准溶液。

18.1.4.11 汞标准使用液:准确吸取汞标准储备液(18.1.4.10),按照 10 倍的关系逐级稀释至 0.01  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ,每次使用汞标准固定液(18.1.4.9)液稀释至标线。玻璃对汞有吸附作用,锥形瓶、容量瓶、反应瓶等玻璃器皿每次使用后都应用 10%硝酸溶液浸泡,随后用水洗净备用。

18.1.4.12 硝酸载流液(体积分数),2%:用硝酸(18.1.4.1)配制。

## 18.1.5 仪器和设备

- a) 原子荧光光谱仪;
- b) 微波消解器;
- c) 水浴箱;
- d) 分析天平。

## 18.1.6 分析步骤

## 18.1.6.1 试样的消解

## 18.1.6.1.1 微波消解

- a) 取 5 mL~10 mL 渗沥液样品于微波消解罐中,加入 5 mL 浓硝酸(18.1.4.1),拧紧盖子。将微波消解罐放入微波消解仪中,按照表 3 中的条件进行消解。

表 3 微波消解仪使用条件

罐子数量	步骤	最大功率 W	功率 %	爬升时间 min	温度 $^{\circ}\text{C}$	保持时间 min
8~16	1	800	100	5	120	2
	2			10	18.10	10
>16	1	1 600	100	5	120	2
	2			10	18.10	10

- b) 消解程序结束后,待温度降到 70  $^{\circ}\text{C}$  以下取出消解管,放气,冷却后直接过滤定容至 50 mL 容量瓶中(如汞含量过高,消解定容后应再适当稀释,以保证上机溶液浓度在标准曲线范围内)。

## 18.1.6.1.2 高锰酸钾-过硫酸钾消解法(近沸保温法)

- a) 取适量渗沥液样品于 150 mL 锥形瓶中,并补充水至 50 mL,加入 1.5 mL 硫酸(18.1.4.3)、1.5 mL 硝酸溶液(18.1.4.4),4 mL 高锰酸钾溶液(18.1.4.5)(如 15 min 内无法维持紫色,再补加适量高锰酸钾溶液使维持紫色,但总量不超过 30 mL),然后再加 4 mL 过硫酸钾溶液(18.1.4.6),插入小漏斗,置沸腾水浴中使样品在近沸状态保温 1 h,取下冷却。
- b) 临近测定时,边摇边滴加盐酸羟胺溶液(18.1.4.7),直至刚好使用过剩的高锰酸钾褪色及二氧化锰全部溶解为止。用水定容至 50 mL 容量瓶中(如汞含量过高,消解定容后应再适当稀释,以保证上机溶液浓度在标准曲线范围内)。

## 18.1.6.2 空白试验

取与样品同样体积的去离子水,按步骤 18.1.6.1 操作,以此为空白样。

### 18.1.6.3 校准曲线的绘制

准确吸取汞标准使用液(18.1.4.11)0.00 mL,0.50 mL,1.00 mL,2.00 mL,4.00 mL,6.00 mL,8.00 mL分别置于50 mL容量瓶中,加入硝酸(18.1.4.4)2 mL,定容,摇匀。按试样测定步骤18.1.6.4进行操作,记录相应的相对荧光强度,绘制校准曲线。

### 18.1.6.4 试样的测定

通过蠕动泵进样测定(调整进样和进硼氢化钾溶液流速为0.5 mL/s),设定仪器分析参数,保证进样量的准确性和一致性,具体按照仪器操作规程进行测定。测量空白样和试样,根据扣除空白样后的吸光度,从校准曲线查出试样中汞的浓度。

### 18.1.7 结果计算与表示

渗沥液中汞的浓度按式(28)计算:

$$c_{17} = \frac{V_1 c}{V_2} \dots\dots\dots(28)$$

式中:

$c_{17}$ ——渗沥液中汞的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$c$ ——扣除空白试验吸光度后从校准曲线上查得的试样中汞浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$V_1$ ——制样时定容体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——测定移取水样的体积,单位为毫升(mL)。

结果以3位有效数字表示,小数点后最多保留3位。

### 18.1.8 精密度与准确度

经3家实验室对汞浓度为0.971  $\mu\text{g/L}$ 的渗沥液样品测定,室内的相对标准偏差为0.5%~5.1%,加标回收率为88.0%~100.8%;室间的相对标准偏差为3.8%。

### 18.1.9 注意事项

18.1.9.1 样品经推荐微波消解程序消化,若发现没有完全消化彻底,应调整消化程序。

18.1.9.2 为延长微波消解用消化罐的使用寿命,宜用低温消化样品;升温速率不宜过高;高温下保温时间不宜过长。

## 18.2 冷原子吸收分光光度法

该方法测定试样中汞的检出限为0.1  $\mu\text{g/L}$ ;当试样体积为200 mL时,最低检出限为0.05  $\mu\text{g/L}$ 。

### 18.2.1 原理

汞原子蒸汽对波长253.7 nm的紫外线光具有强烈的吸收作用,汞蒸汽浓度与吸收值成正比。水样在硫酸-硝酸介质及加热条件下,用高锰酸钾-过硫酸钾将试样消解,用盐酸羟胺将过剩的氧化剂还原,再用氯化亚锡将二价汞还原成金属汞。在室温通入空气或氮化流,将金属汞气化,载入冷原子吸收测汞仪,测量吸收值,可求得试样中汞的含量。

### 18.2.2 干扰和消除

碘离子浓度大于等于3.8 mg/L时,会明显影响高锰酸钾-过硫酸钾消解法的回收率与精密度。

## CJ/T 428—2013

## 18.2.3 样品

供汞测定的渗沥液样品应酸化至含酸达1%。

## 18.2.4 试剂

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为去离子水。

18.2.4.1 浓硝酸( $\text{HNO}_3$ ), $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ,优级纯。

18.2.4.2 盐酸( $\text{HCl}$ ), $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ,优级纯。

18.2.4.3 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), $\rho=1.84\text{ g/mL}$ ,优级纯。

18.2.4.4 硝酸(1+1)溶液,用浓硝酸(18.2.4.1)配制。

18.2.4.5 高锰酸钾溶液( $m/V$ ),5%:将50 g高锰酸钾( $\text{KMnO}_4$ ,优级纯)用水溶解并稀释至1 000 mL。

18.2.4.6 过硫酸钾溶液( $m/V$ ),5%:将5 g过硫酸钾( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ )用水溶解并稀释至100 mL,使用当天配制。

18.2.4.7 盐酸羟胺( $m/V$ ),20%:将20 g盐酸羟胺( $\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$ )用水溶解并稀释至100 mL。

18.2.4.8 氯化亚锡溶液( $m/V$ ),20%:称取20 g氯化亚锡( $\text{SnCl}_2\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )于烧杯中,加入20 mL盐酸(18.2.4.2),微热加热。待完全溶解后,冷却,再用去离子水稀释至100 mL。

18.2.4.9 汞标固定液:称取0.5 g重铬酸钾( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )溶于蒸馏水中,加入50 mL浓硝酸(18.2.4.1),稀释至1 000 mL。

18.2.4.10 汞标准储备液:准确称取1.080 g氧化汞( $\text{HgO}$ )于烧杯中,用固定液(18.2.4.9)溶解后,转移至1 000 mL容量瓶中,再用固定液稀释至标线,摇匀。此溶液汞浓度为1 mg/mL。也可直接使用市售有证标准溶液。

18.2.4.11 汞标准使用液:准确吸取汞标准储备液(18.2.4.10),按照10倍的关系逐级稀释至0.1  $\mu\text{g/mL}$ ,每次使用汞标固定液(18.2.4.9)液稀释至标线。

18.2.4.12 稀释液:将0.2 g重铬酸钾( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ )溶于972.2 mL水中,再加入27.8 mL硫酸(18.2.4.3)。

18.2.4.13 变色硅胶: $\phi(3\sim 4)\text{ mm}$ ,干燥用。

18.2.4.14 经碘化处理的活性炭:称取1份质量碘,2份质量碘化钾和20份质量去离子水,在玻璃烧杯中配成溶液,然后向溶液中加入约10份质量的柱状活性炭[工业用,柱状, $\phi 3$ 长(3~7)mm]。用力搅拌至溶液脱色后,从烧杯中取出活性炭,用玻璃纤维把溶液滤出,然后在100  $^{\circ}\text{C}$ 左右烘干(1~2)h。

## 18.2.5 仪器和设备

- a) 测汞仪;
- b) 台式自动平衡记录仪,量程与测汞仪匹配;
- c) 汞还原器,总体积分别50 mL、75 mL、100 mL、250 mL、500 mL,具有磨口,带连蓬形多孔吹气头的玻璃翻泡瓶;
- d) U形管( $\phi 15\text{ mm}\times 110\text{ mm}$ ),内填变色硅胶(18.2.4.13)(60~80)mm;
- e) 三通阀;
- f) 汞吸收塔,250 mL玻璃干燥塔,内填经碘化处理的活性炭(18.2.4.14)。

## 18.2.6 测试步骤

## 18.2.6.1 试样的消解

试样消解方法见18.1.6.1.2。

### 18.2.6.2 空白试验

取与样品同样体积的去离子水,按步骤 18.2.6.1 操作,以此为空白样。

### 18.2.6.3 校准曲线的绘制

准确吸取汞标准使用液(18.2.4.11)0.00 mL,0.50 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL分别置于 100 mL 容量瓶中,用稀释液(18.2.4.12)稀释定容,摇匀。按样品测定步骤 18.2.6.4 进行操作,记录相应的相吸光度,绘制校准曲线。

### 18.2.6.4 试样的测定

18.2.6.4.1 连接好仪器,更换 U 形管中变色硅胶,按说明书调试好测汞仪及记录器,选择好灵敏度档及载气流速。将三通阀旋至“校零”端。

注:接入填有变色硅胶的 U 形管,以消除水雾及微量易挥发性有机物干扰,使零点稳定。硅胶不宜填充太多,否则会增大气阻,严重影响灵敏度,应采用少填勤换方式。新鲜变色硅胶对汞蒸汽稍有吸附作用,因此,测汞含量低的试样时,应在正式进行测定前,先取中等含量的标准系列溶液,按测定步骤 18.2.6.4.2 进行操作二次或三次,使变色硅胶表面吸附汞达到平衡,然后进行测定,当有一半硅胶变红时,应更换硅胶。

18.2.6.4.2 取出汞还原器吹头,逐个吸取 10.00 mL。按步骤 18.2.6.1 制备的试样或空白试样(18.2.6.2)溶液作为试份,注入汞还原器中,加入 1 mL 氯化亚锡溶液(18.2.4.8),迅速插入吹气头,然后将三通阀旋至“进样”端,使载气通入汞还原器,此时试份中汞被还原气化成汞蒸汽,随载气流载入测汞仪的吸收池,表头指针和记录笔迅速上升,记下最高读数或峰高。待指针和记录笔重新回零后,将三通阀旋回“校零”端,取出吹气头,弃去废液。用去离子水洗汞还原器两次,再用稀释液(18.2.4.12)洗一次,以氧化可能残留的二价锡,然后进行另一试份的测定。

注:对汞含量低的样品,为提高灵敏度,应适当增加试份体积(最大体积为 200 mL),按每个 40 mL 试份中加入 1 mL 氯化亚锡溶液后,迅速插入吹气头,先在闭气条件下,用手将汞还原器沿前后或左右方向强烈震动 1 min,然后将三通阀旋至“进样”端,其余操作均相同。此时校准曲线系列试份体积及测定操作均应与试样相同。

### 18.2.7 结果计算与表示

渗沥液中汞浓度按式(29)计算:

$$c_{18} = \frac{V_1 c}{V_2} \quad \dots\dots\dots (29)$$

式中:

$c_{18}$ ——渗沥液中汞的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$c$ ——扣除空白试验吸光度后从校准曲线上查得的试样中汞浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$V_1$ ——制样时定容体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——测定移取水样的体积,单位为毫升(mL)。

结果以 3 位有效数字表示,小数点后最多保留 3 位。

### 18.2.8 精密度和准确度

采用高锰酸钾-过硫酸钾消解法,使用 A、B 两样品进行实验室间测试,其中样品 B 含有 1.5 mg/L 碘化物离子。测试结果数据详见表 4。

表 4 实验室间比对数据

样品	参加 实验室 数目	删除 实验室 数目	标准值 $\mu\text{g/L}$	测得平均值 $\mu\text{g/L}$	标准偏差			
					重复性		再现性	
					绝对	相对/%	绝对	相对/%
A	47	3	0.58	0.580 3	0.050	8.6	0.166	28.6
B	47	5	0.67	0.560 9	0.057	10.2	0.326	58.0

## 19 总砷

渗沥液中总砷的检测可采用原子荧光光谱法和二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法。二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法的测定见 GB/T 7485。原子荧光光谱法测定试样中砷浓度范围为(0.10~16.00) $\mu\text{g/L}$ 。对于含量过高的样品,宜适当稀释后进行测定。

### 19.1 原理

水样经过消解处理后,在酸性介质中加入硼氢化钾(钠),三价砷形成砷化氢气体,由载气(氢气)直接导入石英管原子化器中,进而在氢火焰中原子化。基态原子受特种空心阴极灯光源的激发,产生原子荧光,通过检测原子荧光的相对强度,利用荧光强度与溶液中砷的含量成正比的关系,计算样品溶液中砷的含量。

### 19.2 干扰和消除

本方法存在的主要干扰元素是高含量的  $\text{Cu}^{2+}$ 、 $\text{Co}^{2+}$ 、 $\text{Ni}^{2+}$ 、 $\text{Ag}^{2+}$ 、 $\text{Hg}^{2+}$  以及形成氢化物元素之间的互相影响等。一般水样中,这些元素的含量在本方法的测定条件下,不会产生干扰。其他常见的阴阳离子没有干扰。

### 19.3 样品

供砷测定的渗沥液样品应酸化至含酸达 1%。

### 19.4 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为去离子水。

- 19.4.1 浓硝酸( $\text{HNO}_3$ ), $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ,优级纯。
- 19.4.2 盐酸( $\text{HCl}$ ), $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ,优级纯。
- 19.4.3 高氯酸( $\text{HClO}_4$ ), $\rho=1.764\text{ g/mL}$ ,优级纯。
- 19.4.4 硝酸(1+1)溶液,用硝酸(19.4.1)配制。
- 19.4.5 盐酸(1+1)溶液。用盐酸(19.4.2)配制。
- 19.4.6 硝酸-高氯酸(1+1)溶液,用硝酸(19.4.1)和高氯酸(19.4.3)配制。
- 19.4.7 氢氧化钾(1 mol/L):称取 56 g 优级纯氢氧化钾溶解于 1 000 mL 去离子水中。
- 19.4.8 盐酸(1 mol/L),用盐酸(19.4.2)配制。

19.4.9 硼氢化钾(钠)溶液( $m/V$ ), 2%: 称取 20 g 硼氢化钾(钠)于预先加有 5 g 氢氧化钾(钠)的 200 mL 去离子水中, 用玻璃棒搅棒至溶解后, 稀释至 1 000 mL。此溶液现用现配。为测砷时专用。

19.4.10 砷标准储备液: 准确称取 0.132 0 g 经过 105 °C 干燥 2 h 的优级纯三氧化二砷( $As_2O_3$ )于烧杯中, 用 5 mL 氢氧化钾溶液(19.4.7)溶解, 用盐酸(19.4.8)中和至酚酞红色褪去, 稀释至 1 000 mL。此溶液砷浓度为 0.1 mg/mL。也可直接使用市售有证标准溶液。

19.4.11 砷标准使用液: 准确吸取砷标准储备液(19.4.10)按照 10 倍的关系逐级稀释至 0.1  $\mu\text{g/mL}$ 。砷标准使用液需用盐酸(19.4.13)作为定容介质贮存。

19.4.12 硫脲-抗坏血酸混合液( $m/V$ ), 5%: 分别称取硫脲和抗坏血酸各 5 g, 用 100 mL 去离子水溶解, 现用现配。

19.4.13 盐酸载流液溶液( $m/V$ ), (5%), 用盐酸(19.4.2)配制。

## 19.5 仪器和设备

- a) 原子荧光光谱仪;
- b) 微波消解器;
- c) 电热板;
- d) 分析天平。

## 19.6 分析步骤

### 19.6.1 试样的消解

#### 19.6.1.1 微波消解

按 18.1.6.1.1 的消解程序消解。待消解程序结束后, 温度降到 70 °C 以下取出消解罐, 放气、赶酸。赶酸操作温度设置在 160 °C ~ 190 °C 左右, 赶酸体积至 1 mL ~ 2 mL 为宜, 冷却定容至 50 mL 容量瓶中待用。

#### 19.6.1.2 电热板消解

取适量渗沥液样品于 150 mL 锥形瓶中, 并补充水至 50 mL。加入 5 mL 新配制的  $\text{HNO}_3$ - $\text{HClO}_4$  溶液(19.4.6), 于电热板上加热至冒白烟后, 取出冷却, 再加 5 mL  $\text{HCl}$ (19.4.5)加热至黄褐色烟冒尽, 冷却定容至 50 mL 容量瓶中待用。

### 19.6.2 空白试验

取与样品同样体积的去离子水, 按步骤 19.6.1 操作, 以此为空白样。

### 19.6.3 校准曲线的绘制

准确吸取砷标准使用液(19.4.11) 0.00 mL, 0.50 mL, 1.00 mL, 2.00 mL, 4.00 mL, 6.00 mL, 8.00 mL 分别置于 50 mL 容量瓶中, 加入 2.5 mL 浓盐酸(19.4.2)、10 mL 硫脲-抗坏血酸的混合液(19.4.12)。定容于 50 mL 容量瓶中, 摇匀。按试样测定步骤 19.6.4 进行操作, 记录相应的相对荧光强度, 绘制校准曲线。

### 19.6.4 试样的测定

- a) 临近测试时, 取适量经 19.6.1 消解处理后的试样于 50 mL 容量瓶中, 同时加入 2.5 mL 浓盐

## CJ/T 428—2013

酸(19.4.2)、10 mL 硫脲-抗坏血酸的混合液(19.4.12)。并定容稀释至 50 mL。

- b) 通过蠕动泵进样测定(调整进样和进硼氢化钾溶液流速为 0.5 mL/s),设定仪器分析参数,保证进样量的准确性和一致性,具体按照仪器操作规程进行测定。测量空白样和试样,根据扣除空白样后的吸光度,从校准曲线查出试样中砷的浓度。

## 19.7 结果计算与表示

渗沥液中砷浓度按式(30)计算:

$$c_{19} = \frac{V_1 c}{V_2} \dots\dots\dots (30)$$

式中:

- $c_{19}$ ——渗沥液中砷的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );  
 $c$ ——扣除空白试验吸光度后从校准曲线上查得的试样中砷浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );  
 $V_1$ ——制样时定容体积,单位为毫升(mL);  
 $V_2$ ——测定移取水样的体积,单位为毫升(mL)。

结果以 3 位有效数字表示,小数点后最多保留 1 位。

## 19.8 精密度和准确度

经 3 家实验室对砷浓度为 3.4  $\mu\text{g/L}$  的渗沥液样品测定,室内的相对标准偏差为 1.9%~10.1%,加标回收率为 97.7%~109.7%;室间的相对标准偏差为 17.6%。

## 19.9 注意事项

总砷测定的注意事项同 18.1.9。

## 20 铅和镉

渗沥液中铅和镉的检测可采用火焰原子吸收分光光度法、石墨炉原子吸收分光光度法及电感耦合等离子发射光谱法。

## 20.1 火焰原子吸收分光光度法

该方法测定试样中铅的浓度范围为 0.05 mg/L~4.00 mg/L,镉浓度范围为 0.005 mg/L~1.000 mg/L。对于含量过高的样品,宜适当稀释后进行测定。

## 20.1.1 原理

将样品或消解处理过的样品直接吸入火焰,火焰中形成的原子蒸汽对光源发射的特征电磁辐射产生吸收。将测得的样品吸光度和标准溶液的吸光度进行比较。确定样品中的被测元素的含量。

## 20.1.2 干扰和消除

当试样中钙的浓度高于 1 000 mg/L 时,抑制镉的吸收。在弱酸条件下,试样中六价铬的含量超过 30 mg/L 时,会使铅的测定结果偏低。采用标准加入法测定水样,可消除以上干扰问题。

## 20.1.3 样品

供铅、镉测定的渗沥液样品应酸化至 pH 1~2。

#### 20.1.4 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为去离子水。

20.1.4.1 硝酸( $\text{HNO}_3$ ), $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ,优级纯。

20.1.4.2 硝酸(1+1),用硝酸(20.1.4.1)配制。

20.1.4.3 硝酸(1%),用硝酸(20.1.4.1)配制。

20.1.4.4 盐酸( $\text{HCl}$ ), $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ,优级纯。

20.1.4.5 盐酸(3 mol/L),用盐酸(20.1.4.4)配制。

20.1.4.6 金属标准储备液,1.000 g/L:分别称取 1.000 0 g 光谱纯金属铅、镉,用 20 mL 硝酸(1+1)溶解,用水定容至 1 000 mL。也可直接使用市售有证标准溶液。

20.1.4.7 金属标准混合使用液:用铅、镉的标准储备液(20.1.4.6)和硝酸溶液(1%)配制成含铅 40.0 mg/L、镉 10.0 mg/L 的混合标准溶液。

#### 20.1.5 仪器和设备

- a) 原子吸收分光光度计;
- b) 铅、镉空心阴极灯;
- c) 纯度大于等于 99.9% 的乙炔气;
- d) 空气压缩机。

#### 20.1.6 分析步骤

##### 20.1.6.1 试样的消解

- a) 试样消解的方法见 17.6.1。
- b) 取 50 mL 去离子水,按 a) 操作,以此为空白样。

##### 20.1.6.2 校准曲线的绘制

- a) 准确吸取金属标准混合使用液(20.1.4.7)0.00 mL,0.50 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,5.00 mL 分别置于 50 mL 容量瓶中,用硝酸(20.1.4.3)定容,摇匀。
- b) 按所选择的仪器工作参数调好仪器,用配置标准空白调零后,由低浓度到高浓度为顺序测量每个标准工作溶液,用扣除标准空白后的吸光度与相对应的浓度绘制校准曲线。

##### 20.1.6.3 样品测定

在测量标准溶液的同时,测量空白样和样品,根据扣除空白样后的吸光度,从校准曲线查出试样中铅、镉的浓度。在测定试样过程中,要定时复测标准空白和工作标准溶液,以检查基线的稳定性和仪器的灵敏度是否发生了变化。

##### 20.1.6.4 标准加入法

- a) 当样品成分复杂或不明时,应制作标准加入法曲线,以考查样品是否适用校准曲线法。
- b) 在 5 支有编号的 50 mL 容量瓶中分别加入 20 mL 消解后样品,并加入 0.00 mL,0.50 mL,1.00 mL,1.50 mL,3.00 mL 混合标准使用液(20.1.4.7),用硝酸(20.1.4.3)稀释定容。用测得的吸光度和相应的加入标准溶液的浓度,与(20.1.6.2)在同一座标上绘制标准加入法的工作曲线。
- c) 当用校准曲线法和标准加入法两工作曲线基本平行时,说明可用校准曲线法直接测定样品,如

## CJ/T 428—2013

果两条曲线相交,说明试样基体存在干扰,应采用标准加入法进行测定。

## 20.1.7 结果计算与表示

渗沥液中铅、镉元素的浓度按式(31)计算:

$$c_{20} = \frac{V_1 c}{V_2} \quad \dots\dots\dots(31)$$

式中:

$c_{20}$ ——渗沥液中铅、镉元素的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$c$ ——扣除空白试验吸光度后从校准曲线上查得的试样中铅、镉元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V_1$ ——制样时定容体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——测定移取水样的体积,单位为毫升(mL)。

结果以3位有效数字表示,小数点后最多保留3位。

## 20.1.8 精密度和准确度

20.1.8.1 经3家实验室对铅浓度为0.546 mg/L的渗沥液样品测定,室内的相对标准偏差为4.0%~9.6%,加标回收率为97.4%~107.2%;室间的相对标准偏差为1.4%。

20.1.8.2 经3家实验室对镉浓度为0.314 mg/L的渗沥液样品测定,室内的相对标准偏差为3.2%~5.3%,加标回收率为79.6%~99.2%;室间的相对标准偏差为6.0%。

## 20.2 石墨炉原子吸收分光光度法

该方法测定试样中铅的浓度范围为(0.2~50.0)  $\mu\text{g/L}$ ,镉浓度范围为(0.01~4.00)  $\mu\text{g/L}$ 。对于含量过高的样品,宜适当稀释后进行测定。

## 20.2.1 原理

将样品注入石墨管,用电加热方式使石墨管升温,样品蒸发分解形成原子蒸汽,对来自光源的特征电磁辐射产生吸收。将测得的样品吸光度和标准吸光度进行比较,确定样品中被测金属的含量。

## 20.2.2 干扰和消除

石墨炉原子吸收分光光度法的基体效应比较显著和复杂。一般情况下采用标准加入法测定水样,可消除以上干扰问题。此外,也可使用基体改良剂。

## 20.2.3 样品

供铅、镉测定的渗沥液样品应酸化至pH 1~2。

## 20.2.4 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为去离子水。

20.2.4.1 硝酸( $\text{HNO}_3$ ),  $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ ,优级纯。

20.2.4.2 硝酸(1+1),用硝酸(20.2.4.1)配制。

20.2.4.3 硝酸(0.5%),用硝酸(20.2.4.1)配制。

20.2.4.4 盐酸( $\text{HCl}$ ),  $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ ,优级纯。

20.2.4.5 盐酸(3 mol/L),用盐酸(20.2.4.4)配制。

20.2.4.6 金属标准储备液:具体配制方法见20.1.4.6。

20.2.4.7 金属标准混合使用液:用铅、镉的标准储备液(20.2.4.6)和硝酸溶液(20.2.4.3)配制成含铅 250  $\mu\text{g/L}$ 、镉 20  $\mu\text{g/L}$  的混合标准溶液。

20.2.4.8 硝酸钯溶液:称取硝酸钯 0.108 g 溶于 10 mL 硝酸溶液(20.2.4.2),用水定容至 500 mL。

## 20.2.5 仪器和设备

- a) 原子吸收分光光度计;
- b) 铅、镉空心阴极灯;
- c) 石墨炉装置、背景校正装置及其他有关附件。

## 20.2.6 分析步骤

### 20.2.6.1 试样的消解

- a) 将 50 mL 充分混匀的渗沥液样品(20.2.3)放入 150 mL 烧杯中,加入 3 mL 浓硝酸(20.2.4.1),盖上浅沟型表面皿,置于电热板上加热消解至 5 mL 左右,样品不宜沸腾。冷却后再加入 3 mL 浓硝酸,提高加热温度,使之形成平稳回流状态继续消解。根据需要可再加酸,直至消解完全。定容前再加入 5 mL 硝酸钯溶液(20.2.4.8)。
- b) 取 50 mL 去离子水,按步骤 a) 操作,以此为空白样。

### 20.2.6.2 校准曲线的绘制

- a) 准确吸取金属标准混合使用液(20.2.4.7) 0.00 mL, 2.00 mL, 4.00 mL, 6.00 mL, 8.00 mL, 10.0 mL 分别置于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸钯溶液(20.2.4.8),用硝酸(20.2.4.3)定容,摇匀。
- b) 按所选择的仪器工作参数调好仪器,由低浓度到高浓度为顺序,依次在石墨管中注入 20  $\mu\text{L}$  标准样品,用扣除标准空白后的吸光度与相对应的浓度绘制校准曲线。

### 20.2.6.3 样品测定

在测量标准溶液的同时,测量空白样和样品,根据扣除空白样后的吸光度,从校准曲线查出试样中铅、镉的浓度。

### 20.2.6.4 标准加入法

- a) 当样品组成复杂或成分不明时,应制作标准加入法曲线,用以考查样品是否宜用校准曲线法。
- b) 在 4 支有编号的 50 mL 容量瓶中分别加入 20 mL 消解后样品,并加入 0.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL 混合标准使用液(20.2.4.7),加入 5 mL 硝酸钯溶液(20.2.4.8),用硝酸(20.2.4.3)稀释定容。用测得的吸光度和相应的加入标准溶液的浓度,与 20.2.6.2 在同一坐标上绘制标准加入法的工作曲线。
- c) 当用校准曲线法和标准加入法两工作曲线基本平行时,说明可用校准曲线法直接测定样品,如果两条曲线相交,说明试样基体存在干扰,应采用标准加入法进行测定。

## 20.2.7 结果计算与表示

渗沥液中铅、镉元素的浓度按式(32)计算:

$$c_{21} = \frac{V_1 c}{V_2} \dots\dots\dots (32)$$

式中:

$c_{21}$ ——渗沥液中铅、镉元素的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

## CJ/T 428—2013

$c$  ——扣除空白试验吸光度后从校准曲线上查得的试样中铅、镉元素的浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );

$V_1$  ——制样时定容体积,单位为毫升(mL);

$V_2$  ——测定移取水样的体积,单位为毫升(mL)。

结果以 3 位有效数字表示,小数点后最多保留 2 位。

## 20.2.8 精密度和准确度

20.2.8.1 经 3 家实验室对铅浓度为  $46.8 \mu\text{g/L}$  的渗沥液样品测定,室内的相对标准偏差为  $1.1\% \sim 3.7\%$ ,加标回收率为  $99.0\% \sim 105.9\%$ ;室间的相对标准偏差为  $13.1\%$ 。

20.2.8.2 经 3 家实验室对镉浓度为  $13.0 \mu\text{g/L}$  的渗沥液样品测定,室内的相对标准偏差为  $1.9\% \sim 5.5\%$ ,加标回收率为  $94.2\% \sim 113.7\%$ ;室间的相对标准偏差为  $11.5\%$ 。

## 20.2.9 注意事项

20.2.9.1 因仪器设备不同,石墨炉的工作参数差异较大,如果使用横向塞曼扣背景的仪器,可将灰化、原子化和消除温度降低( $100 \sim 200$ ) $^{\circ}\text{C}$ 。

20.2.9.2 如果测定基体简单的水样可不用硝酸钡基体改良剂。

20.2.9.3 基体改良剂硝酸钡也可硝酸镉或用磷酸二氢铵代替。

20.2.9.4 如果使用涂层石墨管,可不加基体改良剂。

## 20.3 电感耦合等离子发射光谱法(ICP-AES)

该方法测定试样中铅的浓度范围为( $0.05 \sim 5.00$ ) $\text{mg/L}$ ,镉浓度范围为( $0.003 \sim 1.000$ ) $\text{mg/L}$ ,铬浓度范围为( $0.01 \sim 1.00$ ) $\text{mg/L}$ 。对于含量过高的样品,宜适当稀释后进行测定。

## 20.3.1 原理

等离子体发射光谱法可同时测定样品中多个元素的含量。当氩气通过等离子体火炬时,经射频发生器所产生的交变电磁场使其电离、加速并与其他氩原子碰撞。这种连锁反应使更多的氩原子电离,形成原子、离子、电子的粒子混合气体,即等离子体。等离子体火炬可达( $6\ 000 \sim 8\ 000$ ) $\text{K}$  的高温。过滤或消解处理过的样品经进样器中的雾化器被雾化并由氩载气带入等离子体火炬中,气化的样品分子在等离子体火炬的高温下被原子化、电离、激发。不同元素的原子在激发或电离时可发射出特征光谱,所以等离子体发射光谱可用来定性测定样品中存在的元素。特征光谱的强弱与样品中原子浓度有关,与标准溶液进行比较,即可定量测定样品中各元素的含量。

## 20.3.2 干扰和消除

- a) ICP-AES 法测定样品通常存在的干扰大致可分为两类:一类是光谱干扰,主要包括了连续背景和谱线重叠干扰;另一类是非光谱干扰,主要包括了化学干扰、电离干扰、物理干扰以及去溶剂干扰等。在实际分析过程中各类干扰很难截然分开。在一般情况下,应予以补偿和校正。
- b) 优化实验条件选择出最佳工作参数,可减少 ICP-AES 法的光谱干扰效应。采用标准加入法测定水样,可消除基体干扰问题。此外,物理干扰一般由样品的黏滞程度及表面张力变化而致;尤其是当样品中含有大量可溶盐或样品酸度过高,都会对测定产生干扰。消除此类干扰的最简单方法是将样品稀释。

## 20.3.3 样品

供铅、镉、铬测定的渗沥液样品应酸化至  $\text{pH } 1 \sim 2$ 。

### 20.3.4 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为去离子水。

20.3.4.1 硝酸( $\text{HNO}_3$ ), $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ,优级纯。

20.3.4.2 硝酸(1+1),用硝酸(20.3.4.1)配制。

20.3.4.3 硝酸(5%),用硝酸(20.3.4.1)配制。

20.3.4.4 盐酸( $\text{HCl}$ ), $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ,优级纯。

20.3.4.5 金属标准储备液,1.000 g/L:分别称取 1.000 0 g 光谱纯金属铅、镉、铬,用 20 mL 硝酸(20.3.4.2)溶解,用水定容至 1 000 mL。也可直接使用市售有证标准溶液。

20.3.4.6 金属标准混合使用液:用铅、镉、铬的标准储备液(20.3.4.5)配制成含铅 50.0 mg/L、镉 10.0 mg/L、铬 10.0 mg/L 的混合标准溶液,稀释定容时加入一定量的硝酸,使溶液的酸度保持在 0.1 mL/L 以上。

### 20.3.5 仪器和设备

- a) 电感耦合等离子发射光谱仪;
- b) 一般实验室仪器以及相应的辅助设备。

### 20.3.6 操作分析步骤

#### 20.3.6.1 试样的消解

- a) 将 50 mL 充分混匀的渗沥液样品(20.3.3)放入 150 mL 烧杯中,加入 3 mL 浓硝酸(20.3.4.1),盖上浅沟型表面皿,置于电热板上加热消解至 5 mL 左右,样品不宜沸腾。冷却后再加入 3 mL 浓硝酸,提高加热温度,使之形成平稳回流状态继续消解。根据需要可再加酸,直至消解完全。冷却后,加入若干毫升硝酸,使定容后的溶液保持 5% 的硝酸酸度。
- b) 取 50 mL 去离子水,按上述步骤(20.3.6.1)操作,以此为空白样。

#### 20.3.6.2 校准曲线的绘制

- a) 准确吸取金属标准混合使用液(20.3.4.6)0.00 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL 分别置于 50 mL 容量瓶中,用硝酸(20.3.4.3)定容,摇匀。
- b) 按所选择的仪器工作参数调好仪器,用配制标准空白调零后,由低浓度到高浓度为顺序测量每个标准工作溶液,用扣除标准空白后的吸光度与相对应的浓度绘制校准曲线。

#### 20.3.6.3 样品测定

在测量标准溶液的同时,测量空白样和样品,根据扣除空白样后的吸光度,从校准曲线查出试样中铅、镉的浓度。

#### 20.3.6.4 标准加入法

- a) 当样品成分复杂或不明时,应制作标准加入法曲线,以考查样品是否适用校准曲线法。
- b) 在 5 支有编号的 50 mL 容量瓶中分别加入 20 mL 消解后样品,并加入 0.00 mL,0.50 mL,1.00 mL,1.50 mL,3.00 mL 混合标准使用液(20.3.4.6),用硝酸(20.3.4.3)稀释定容。用测得的吸光度和相应的加入标准溶液的浓度,与 20.3.6.2 在同一座标上绘制标准加入法的工作曲线。
- c) 当用校准曲线法和标准加入法两工作曲线基本平行时,说明可用校准曲线法直接测定样品,如

## CJ/T 428—2013

果两条曲线相交,说明试样基体存在干扰,应采用标准加入法进行测定。

## 20.3.7 结果计算与表示

渗沥液中铅、镉元素的浓度按式(33)计算:

$$c_{22} = \frac{V_1 c}{V_2} \dots\dots\dots (33)$$

式中:

$c_{12}$ ——渗沥液中铅、镉元素的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$c$ ——扣除空白试验吸光度后从校准曲线上查得的试样中铅、镉元素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$V_1$ ——制样时定容体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——测定移取水样的体积,单位为毫升(mL)。

结果以3位有效数字表示,小数点后最多保留3位。

## 20.3.8 精密度和准确度

20.3.8.1 经3家实验室对铅浓度为0.526 mg/L的渗沥液样品测定,室内的相对标准偏差为2.1%~6.3%,加标回收率为91.4%~109.0%;室间的相对标准偏差为10.3%。

20.3.8.2 经3家实验室对镉浓度为0.295 mg/L的渗沥液样品测定,室内的相对标准偏差为2.0%~3.9%,加标回收率为79.2%~96.4%;室间的相对标准偏差为1.9%。

20.3.8.3 经3家实验室对铬浓度为0.336 mg/L的渗沥液样品测定,室内的相对标准偏差为1.8%~6.3%,加标回收率为102.0%~121.4%;室间的相对标准偏差为4.6%。

## 21 总铬

渗沥液中铬的检测可采用火焰原子吸收分光光度法、电感耦合等离子发射光谱法。电感耦合等离子发射光谱法测定见铅和镉的测定(20.3)。火焰原子吸收分光光度法测定试样中铬的浓度范围为(0.03~3.00)mg/L。对于含量过高的样品,宜适当稀释后进行。

## 21.1 原理

将样品或消解处理过的样品直接吸入火焰(黄色火焰),铬的化合物在火焰中原子化,形成的铬原子蒸汽对铬灯光源发射的特征电磁辐射产生吸收。吸收光谱的强弱与样品中原子浓度有关,将测得的样品吸光度和标准溶液的吸光度进行比较。确定样品中的被测元素的含量。

## 21.2 干扰和消除

铬的化合物在火焰中易生成难以熔融和原子化的氧化物,一般在样品中加入适当的助熔剂和干扰元素的抑制剂,如 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 。加入 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 可增加火焰中氯离子,使铬生成易于挥发和原子化的氯化物。

## 21.3 样品

供总铬测定的渗沥液样品应酸化至pH 1~2。

## 21.4 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂,实验用水均应为去离子水。

21.4.1 硝酸( $\text{HNO}_3$ ), $\rho=1.42\text{ g/mL}$ ,优级纯。

21.4.2 硝酸(1+1),用硝酸(21.4.1)配制。

21.4.3 硝酸(1%),用硝酸(21.4.1)配制。

21.4.4 盐酸( $\text{HCl}$ ), $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ,优级纯。

21.4.5 盐酸(3 mol/L),用盐酸(21.4.4)配制。

21.4.6 铬标准储备液,1.000 g/L:分别称取于120℃烘干2 h并恒重的基准重铬酸钾0.2829 g,溶解于少量水中,加入20 mL盐酸(21.4.5),再用水定容至1000 mL。也可直接使用市售有证标准溶液。

21.4.7 铬标准使用液,50 mg/L:准确移取5.00 mL铬标准储备液(21.4.6)于100 mL容量瓶中,加入20 mL盐酸(21.4.5),再用水定容至100 mL。

21.4.8 氯化铵( $m/V$ ),10%:称取10 g氯化铵于100 mL水中。

## 21.5 仪器和设备

- a) 原子吸收分光光度计;
- b) 铬空心阴极灯;
- c) 纯度大于等于99.9%的乙炔气;
- d) 空气压缩机。

## 21.6 操作分析步骤

### 21.6.1 试样的消解

- a) 试样消解具体方法见17.6.1,定容前再加入2 mL氯化铵(21.4.8)。
- b) 取50 mL去离子水,按步骤a)操作,以此为空白样。

### 21.6.2 校准曲线的绘制

- a) 准确吸取铬标准使用液(21.4.7)0.00 mL,0.50 mL,1.00 mL,1.50 mL,2.00 mL,2.50 mL分别置于50 mL容量瓶中,分别加入2 mL氯化铵溶液(21.4.8)和10 mL盐酸(21.4.5),用水定容,摇匀。
- b) 按所选择的仪器工作参数调好仪器,用配制标准空白调零后,由低浓度到高浓度为顺序测量每个标准工作溶液,用扣除标准空白后的吸光度与相对应的浓度绘制校准曲线。

### 21.6.3 样品测定

在测量标准溶液的同时,测量空白样和样品,根据扣除空白样后的吸光度,从校准曲线查出试样中铬的浓度。在测定试样过程中,要定时地复测标准空白和工作标准溶液,以检查基线的稳定性和仪器的灵敏度是否发生了变化。

### 21.6.4 标准加入法

- a) 当样品成分复杂或不明时,应制作标准加入法曲线,以考查样品是否适用校准曲线法。
- b) 在5支有编号的50 mL容量瓶中分别加入20 mL消解后样品,并加入0.00 mL,0.25 mL,

## CJ/T 428—2013

0.50 mL, 0.75 mL, 1.00 mL 铬标准使用液(21.4.7), 再加入 2 mL 氯化铵(21.4.8)和 10 mL 盐酸(21.4.5), 用水稀释定容。用测得的吸光度和相应的加入标准溶液的浓度, 与 21.6.2 在同一坐标上绘制标准加入法的工作曲线。

- c) 当用校准曲线法和标准加入法两工作曲线基本平行时, 说明可用校准曲线法直接测定样品, 如果两条曲线相交, 说明试样基体存在干扰, 应采用标准加入法进行测定。

## 21.7 结果计算与表示

渗沥液中铬元素浓度按式(34)计算:

$$c_{23} = \frac{V_1 c}{V_2} \dots\dots\dots (34)$$

式中:

$c_{23}$ ——渗沥液中铬元素的质量浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

$c$ ——扣除空白试验吸光度后从校准曲线上查得的试样中铬元素的浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

$V_1$ ——制样时定容体积, 单位为毫升(mL);

$V_2$ ——测定移取水样的体积, 单位为毫升(mL)。

结果以 3 位有效数字表示, 小数点后最多保留 3 位。

## 21.8 精密度和准确度

经 3 家实验室对铬浓度为 0.321 mg/L 的渗沥液样品测定, 室内的相对标准偏差为 1.7%~6.2%, 加标回收率为 84.7%~117.4%; 室间的相对标准偏差为 8.1%。

## 22 细菌总数

渗沥液中细菌总数的检测可采用平板菌落计数法。

## 22.1 原理

每种细菌都有其一定的生理特性, 应用不同的营养物质及其他生理条件(如温度、培养时间、pH、需氧性质等)去满足它, 才可分别地将各种细菌培养出来。在实际工作中, 一般都只用一种方法(即在营养琼脂培养基中, 于 37 °C 经 24 h 培养)进行细菌总数的测定, 因此, 所得结果只包括一群宜在营养琼脂上发育的嗜中温性需氧及兼性厌氧的细菌菌落总数。

## 22.2 培养基和试剂

所用试剂, 除另有说明外, 均应为符合国家现行标准的分析纯试剂和生化试剂, 实验用水均应为蒸馏水或去离子水。

22.2.1 无水乙醇( $C_2H_5OH$ )。

22.2.2 氢氧化钠(NaOH), 15%(m/V)溶液: 将 15 g 氢氧化钠(NaOH), 溶于 100 mL 水中。

22.2.3 营养琼脂。

22.2.3.1 成分: 蛋白胨 10 g, 牛肉膏 3 g, 氯化钠 5 g, 琼脂(10~20)g, 蒸馏水 1 000 mL。

22.2.3.2 制法: 将上述成分混合后, 加热溶解, 滴加氢氧化钠溶液(22.2.2)调整 pH 7.4~7.6, 用移液枪定量分装约 15 mL 于玻璃试管, 在 121 °C 高压灭菌 20 min。冷却后贮存在冷暗干燥处备用。

22.2.4 生理盐水:将(8.50~9.60)g氯化钠(NaCl)溶于水中,稀释成1 000 mL,摇匀。pH值应为4.5~7.0。

### 22.3 仪器和设备

- a) 高压蒸汽灭菌器;
- b) 干燥箱:最高工作温度 300 °C;
- c) 恒温培养箱;
- d) 冰箱;
- e) 恒温水浴;
- f) 放大镜;
- g) 稀释瓶:125 mL 小口玻璃方瓶;
- h) 玻璃试管:18 mm×180 mm,平口;
- i) 平皿:直径 90 mm;
- j) 刻度吸管:1 mL,10 mL,分度至 0.1 mL;
- k) 酒精灯;
- l) 移液枪:可定量至 15 mL。

### 22.4 样品

供细菌总数检测的渗沥液实验室样品量约需 100 mL,应用经灭菌处理过的玻璃瓶采集。采样后应尽快检测,不宜超过 2 h。否则应使用 10 °C 以下的冷藏设备保存样品,6 h 内测定。

### 22.5 分析步骤

#### 22.5.1 准备工作

22.5.1.1 工作室及操作台经清扫后,用紫外线灭菌 10 min。

22.5.1.2 玻璃器皿置于干燥箱中于 160 °C 灭菌 2 h。

22.5.1.3 将装有 90 mL 生理盐水的稀释瓶和 9 mL 生理盐水的试管,前者瓶口橡皮塞衬上滤纸条,后者管口塞上棉花球,置高压蒸汽灭菌器内,于 121 °C 灭菌 20 min,冷却待用。

22.5.1.4 将营养琼脂培养基(22.2.3)置于沸水锅内,融化后随即转入(46±1)°C 恒温水浴,保温待用。

#### 22.5.2 试样稀释

22.5.2.1 以无菌操作,吸取经充分混匀的试样 10 mL 于盛有 90 mL 灭菌生理盐水的稀释瓶中,充分混匀后就成 1:10 的稀释液。

22.5.2.2 吸取 1:10 稀释液 1 mL,沿管壁徐徐注入盛有 9 mL 灭菌生理盐水的试管中,混匀而成 1:100 的稀释液。

22.5.2.3 按上述操作进行 10 倍递增稀释,每递增稀释 1 次,随即换用 1 支 1 mL 灭菌刻度吸管。

#### 22.5.3 倾注平皿

22.5.3.1 根据试样污染程度大小,选择合适的 3 个连续稀释度试样进行倾注平皿。在分别作 10 倍递增稀释的同时,随即用该稀释度的吸管移取 1 mL 稀释液于灭菌平皿内,每个稀释度的试样液用 2 个平皿。

## CJ/T 428—2013

22.5.3.2 将保温在 46 °C 水浴锅内的营养琼脂培养基倾注于平皿内,并立即转动或倾斜平皿,使稀释液与培养基充分混合。

22.5.3.3 将营养琼脂培养基倾入加有 1 mL 空白灭菌生理盐水的另外 2 个灭菌平皿作空白对照。

## 22.5.4 平板培养

待琼脂凝固后,翻转平板,使底面向上,置于(36±1)°C 恒温培养箱内培养(24±2)h。

## 22.5.5 菌落计数

22.5.5.1 培养后,应立即计数每个平板上的菌落数。如果遇上无法立即计数,应将平皿存放于(5~10)°C 但不得超过 24 h。

22.5.5.2 做平板菌落计数时,用肉眼观察计数,必要时用放大镜检查,以防遗漏。按(30~300)个菌计数规则计算平板的菌落数。

## 22.5.6 菌落计数规则

22.5.6.1 首先选择平均菌落数在 30~300 个之间的稀释度,乘以稀释倍数报告之(见表 5 中例 1)。

22.5.6.2 若有 2 个稀释度,其平均菌落数均在 30~300 个之间,则视两者之比来决定。若其比值小于 2,应报告其平均数;若大于 2,则报告其中较小的菌落总数(见表 5 中例 2 或例 3)。

22.5.6.3 若所有稀释度的平均菌落数均大于 300 个,则应按稀释度最高的平均菌落数乘以稀释倍数报告之(见表 5 中例 4)。

22.5.6.4 若所有稀释度的平均菌落数均小于 30 个,则应按稀释度最低的平均菌落数乘以稀释倍数报告之(见表 5 中例 5)。

22.5.6.5 若所有稀释度的平均菌落数均不在 30~300 个之间,其中一部分大于 300 个或小于 30 个时,则以最接近 30 个或 300 个的平均菌落数乘以稀释倍数报告(见表 5 中例 6)。

## 22.5.6.6 蔓延生长菌落

在求一个稀释度的平均菌落数时,若其中一个平板有较大片状蔓延菌落生长时,则不宜采用以无片状菌落生长的平板作为该稀释度的菌落数;若片状菌落不到平板的一半,而其余一半中菌落分布又很均匀,则可计数半个平板后乘 2 以代表全皿菌落数,然后再求该稀释度的平均菌落数。

## 22.6 结果计算与表示

根据菌落计数,凡菌落数在 100 个以内时,按其实际计数表示,大于 100 个时,取 2 位有效数字,也可用 10 的指数形式表示,并以每毫升样品中平板菌落个数报告。

表 5 稀释度选择及平板菌落数报告方式

例次	不同稀释度的平均菌落数			两个稀释度的菌落数之比	菌落总数 个/ mL	检测结果 个/ mL
	10	10 <sup>2</sup>	10 <sup>3</sup>			
1	多到无法计数	164	20		16 400	16 000 或 1.6×10 <sup>4</sup>
2	多到无法计数	295	46	1.6	37 750	38 000 或 3.8×10 <sup>4</sup>
3	多到无法计数	271	60	2.2	27 100	27 000 或 2.7×10 <sup>4</sup>
4	多到无法计数	650	313		31 300	31 000 或 3.1×10 <sup>4</sup>
5	27	11	5		270	270 或 2.7×10 <sup>2</sup>
6	多到无法计数	306	12		30 600	31 000 或 3.1×10 <sup>4</sup>

## 23 总大肠菌群

渗沥液中总大肠菌群的检测可采用多管发酵法和滤膜法。

### 23.1 多管发酵法

#### 23.1.1 原理

根据总大肠菌群具有的生物特征,如革兰氏阴性无芽孢杆菌,在 37℃ 于乳糖内培养可发酵,并在 24 h 内产酸、产气的特点,将不同稀释度的试样接种到具有选择性的乳糖培养基中,经培养后根据阳性反应结果,测出原试样中总大肠菌群的 MPN 值。

#### 23.1.2 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂和生化试剂,实验用水均应为蒸馏水或去离子水。

##### 23.1.2.1 乳糖蛋白胨培养液

23.1.2.1.1 成分:蛋白胨 10 g,牛肉膏 3 g,乳糖 5 g,氯化钠 5 g,1.6% 溴甲酚紫乙醇 1 mL,蒸馏水 1 000 mL。

23.1.2.1.2 制法:将蛋白胨、牛肉膏、乳糖及氯化钠置于 1 000 mL 蒸馏水中加热溶解,调整 pH 为 7.2~7.4,在加入 1 mL 1.6% 溴甲酚紫乙醇溶液,充分混匀。用移液枪定量分装 10 mL 于装有倒管的试管中,置高压蒸汽灭菌器中,以 115℃ 灭菌 20 min,贮存于冷暗处备用。

##### 23.1.2.2 3 倍浓缩乳糖蛋白胨培养液

将乳糖蛋白胨培养液(23.1.2.1)浓缩 3 倍配制。用移液枪定量分装 5 mL 于装有倒管的试管中,置高压蒸汽灭菌器中,以 115℃ 灭菌 20 min,贮存于冷暗处备用。

##### 23.1.2.3 品红亚硫酸钠培养基

23.1.2.3.1 成分:蛋白胨 10 g,乳糖 10 g,磷酸氢二钾 3.5 g,琼脂 15 g~30 g,蒸馏水 1 000 mL,无水亚硫酸钠约 5 g,5% 碱性品红乙醇溶液 20 mL。

23.1.2.3.2 贮备培养基:先将琼脂加到 900 mL 蒸馏水中,加热溶解,然后加入磷酸氢二钾及蛋白胨,混匀使其溶解。再用蒸馏水补足到 1 000 mL,调整 pH 7.2~7.4,趁热用脱脂棉或绒布过滤,再加入乳糖,混匀后定量分装于烧瓶内,置高压蒸汽灭菌器中以 115℃ 灭菌 20 min,贮存于冷暗处备用。

##### 23.1.2.3.3 平板培养基的配制:

a) 将上法制备的储备培养基(23.1.2.3.2)加热融化,根据烧瓶内培养基的容量,用灭菌吸管按比例 1:50 的比例吸取一定量的 5% 碱性品红乙醇溶液,置于灭菌空试管中,再按比例 1:200 的比例称取所需的无水亚硫酸钠置于另一个灭菌空试管内,加灭菌水少许使其溶解后,置于沸水浴中煮沸 10 min 以灭菌。

b) 用灭菌吸管吸取已灭菌的亚硫酸钠溶液,滴加于碱性品红乙醇溶液内至深红色褪成淡粉红色

为止。将此亚硫酸钠与碱性品红的混合液全部加入已融化的储备培养基内,并充分混匀(防止产生气泡),立即将此种培养基适量(约 15 mL)倾入于已灭菌的空平皿内,待其冷却凝固后,倒置冰箱内备用。此种已制成的培养基于冰箱内保存应小于两星期,如培养基已由淡红色变成深红色,则不应再用。

#### 23.1.2.4 伊红美蓝培养基

23.1.2.4.1 成分:蛋白胨 10 g,乳糖 10 g,磷酸氢二钾琼脂 20 g,蒸馏水 1 000 mL,2%伊红水溶液 20 mL,0.5%美蓝水溶液 13 mL。

23.1.2.4.2 制法:先将琼脂加到 900 mL 蒸馏水中,加热溶解,然后加入磷酸氢二钾及蛋白胨,混匀使之溶解,再用蒸馏水补足到 1 000 mL,调整 pH 为 7.2~7.4,趁热用脱脂棉或绒布过滤,再加入乳糖,混匀后定量分装于烧瓶内,置高压蒸汽灭菌器中以 115 °C 灭菌 20 min,贮存于冷暗处备用。

23.1.2.4.3 平板培养基的配制:将上法制备的储备培养基(23.1.2.4)加热融化,根据烧瓶内培养基的容量,用灭菌吸管按比例分别取一定量已灭菌的 2%伊红水溶液及一定量已灭菌的 0.5%美蓝水溶液,加入已融化的储备琼脂内,充分混匀(防止产生气泡),立即将此种培养基适量倾入于已灭菌的空平皿内,待其冷却凝固后,倒置箱内备用。

#### 23.1.2.5 生理盐水

将(8.50~9.60)g 氯化钠(NaCl)溶于水中,稀释成 1 000 mL 摇匀。pH 值应为(4.5~7.0)。

#### 23.1.3 仪器和设备

- a) 高压蒸汽灭菌器;
- b) 干燥箱:最高工作温度 300 °C;
- c) 恒温培养箱;
- d) 冰箱;
- e) 恒温水浴;
- f) 生物显微镜;
- g) 稀释瓶:125 mL 小口玻璃方瓶;
- h) 玻璃试管:18 mm×180 mm;
- i) 玻璃倒管:3 mm×30 mm;
- j) 刻度吸管:1 mL,10 mL,分度至 0.1 mL;
- k) 载玻片;
- l) 平皿:直径 90 mm;
- m) 接种环:直径 3 mm;
- n) 酒精灯;
- o) 移液枪:可定量至 5 mL、9 mL、10 mL。

#### 23.1.4 样品

供总大肠菌群检测的渗沥液实验室样品量约需 100 mL,用经灭菌处理过的玻璃瓶采集。采样后应

尽快检测,不宜超过 2 h。否则应使用 10 ℃以下的冷藏设备保存样品,6 h 内测定。

### 23.1.5 分析步骤

#### 23.1.5.1 准备工作

23.1.5.1.1 工作室及操作台经清扫后,用紫外线灭菌 10 min。

23.1.5.1.2 玻璃器皿置于干燥箱中于 160 ℃灭菌 2 h。

23.1.5.1.3 将装有 90 mL 生理盐水的稀释瓶和 9 mL 生理盐水的试管,前者瓶口橡皮塞衬上滤纸条,后者管口塞上棉花球,置高压蒸汽灭菌器内,于 121 ℃灭菌 20 min,冷却待用。

#### 23.1.5.2 试样稀释

23.1.5.2.1 以无菌操作,吸取经充分混匀的试样 10 mL 于盛有 90 mL 灭菌生理盐水的稀释瓶中。充分混匀后就成了 1:10 的稀释液。

23.1.5.2.2 吸取 1:10 稀释液 1 mL,沿管壁徐徐注入盛有 9 mL 灭菌生理盐水的试管中,混匀成 1:100 的稀释液。

23.1.5.2.3 按上述操作进行 10 倍递增稀释,每递增稀释 1 次,随即换用 1 支 1 mL 灭菌刻度吸管。

#### 23.1.5.3 发酵试验

以无菌操作,选择适宜的 4 个连续稀释试样 1 mL,接种到各装有 10 mL 乳糖蛋白胨培养液(23.1.2.1)的试管(内有倒管)中,若其中取 10 mL 原试样,则需注入装有 5 mL 3 倍浓缩乳糖蛋白胨培养液(23.1.2.2)试管(内有倒管)中,混匀后置于(36±1)℃的恒温培养箱内培养(24±2)h。

#### 23.1.5.4 平板分离培养

- a) 取出经培养 24 h 后的发酵试管,将产酸产气及只产酸的发酵管,分别接种于品红亚硫酸钠平板培养基(23.1.2.3.3)或伊红美蓝平板培养基(23.1.2.4.3)上,再置于(36±1)℃恒温培养箱内培养 18 h~24 h。挑选符合下述特征的菌落,取菌落的一半进行涂片、革兰氏染色、镜检,操作方法见附录 C。
- b) 品红亚硫酸钠培养基上的菌落:紫红色,具有金属光泽的菌落;深红色,不带或略带金属光泽的菌落;淡红色,中心色较深的菌落。
- c) 伊红美蓝培养基上的菌落:深紫黑色,具有金属光泽的菌落;紫黑色,不带或略带金属光泽的菌落;淡紫红色,中心色较深的菌落。

#### 23.1.5.5 证实试验

上述涂片、镜检的菌落,如为革兰氏阴性无芽孢杆菌,则挑取该菌落的另一半再接种于装有 10 mL 普通浓度乳糖蛋白胨培养液(23.1.2.1)的试管(内有倒管)中,然后置于(36±1)℃恒温培养箱中培养(24±2)h。有产酸产气者,即证实有总大肠菌群存在。

#### 23.1.6 报告方式

根据证实试验由大肠菌群存在的阳性管数,查 MPN 检索表(见表 6),MPN 值在 100 以内时,按其

实际取值表示,大于 100 时,用 10 的指数形式表示,并以每升渗沥液液样中的总大肠菌群的 MPN 值报告。

表 6 大肠菌群最可能数(MPN)

例次	接种量/mL					MPN/1 000 mL			
	$\times 10^0$ : $\times 10^1$ $\times 1$ $\times 10^{-1}$ : $\times 10^{-2}$	10  1  0.1	1  0.1  0.01	0.1  0.01  0.001	0.01  0.001  0.000 1	$\times 10^{-2} \dots$	$\times 10^{-1}$	$\times 1$	$\times 10^1 \dots \times 10^5$
1		-	-	-	-		$<9 \times 10$	$<9 \times 10^2$	$<9 \times 10^3$
2		-	-	-	+		$9 \times 10$	$9 \times 10^2$	$9 \times 10^3$
3		-	-	+	-		$9 \times 10$	$9 \times 10^2$	$9 \times 10^3$
4		-	+	-	-		$9.6 \times 10$	$9.6 \times 10^2$	$9.6 \times 10^3$
5		-	-	+	+		$1.8 \times 10^2$	$1.8 \times 10^3$	$1.8 \times 10^4$
6		-	+	-	+		$1.9 \times 10^2$	$1.9 \times 10^3$	$1.9 \times 10^4$
7		-	+	+	-		$2.2 \times 10^2$	$2.2 \times 10^3$	$2.2 \times 10^4$
8		+	-	-	-		$2.3 \times 10^2$	$2.3 \times 10^3$	$2.3 \times 10^4$
9		-	+	+	+		$2.8 \times 10^2$	$2.8 \times 10^3$	$2.8 \times 10^4$
10		+	-	-	+		$9.2 \times 10^2$	$9.2 \times 10^3$	$9.2 \times 10^4$
11		+	-	+	-		$9.4 \times 10^2$	$9.4 \times 10^3$	$9.4 \times 10^4$
12		+	-	+	+		$1.8 \times 10^3$	$1.8 \times 10^4$	$1.8 \times 10^5$
13		+	+	-	-		$2.3 \times 10^3$	$2.3 \times 10^4$	$2.3 \times 10^5$
14		+	+	-	+		$9.6 \times 10^3$	$9.6 \times 10^4$	$9.6 \times 10^5$
15		+	+	+	-		$2.38 \times 10^4$	$2.38 \times 10^5$	$2.38 \times 10^6$
16		+	+	+	+		$>2.38 \times 10^4$	$>2.38 \times 10^5$	$>2.38 \times 10^6$

## 23.2 滤膜法

### 23.2.1 原理

滤膜是一种微孔性薄膜。将水样注入已灭菌的放有滤膜(孔径  $0.45 \mu\text{m}$ )的滤器中,经过抽滤,细菌即被截留在滤膜上,然后将滤膜贴于品红亚硫酸钠培养基上,  $37^\circ\text{C}$  恒温箱内培养 24 h。计数滤膜上生长的紫红色具有金属光泽的菌落数,计算出每 1 L 水样中含有总大肠菌群数。如有必要,对可疑菌落应进行涂片染色镜检,并再接种乳糖发酵管做进一步鉴定。

### 23.2.2 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂和生化试剂,实验用水均应为蒸

馏水或去离子水。

### 23.2.2.1 品红亚硫酸钠培养基

23.2.2.1.1 成分:蛋白胨 10 g,乳糖 10 g,牛肉浸膏 5 g,酵母浸膏 5 g,琼脂 20 g,磷酸氢二钾 3.5 g,蒸馏水 1 000 mL,无水亚硫酸钠约 5 g,0.5%碱性品红乙醇溶液 20 mL。

23.2.2.1.2 贮备培养基:先将琼脂加到 900 mL 蒸馏水中,加热溶解,然后加入磷酸氢二钾及蛋白胨,混匀使其溶解。再用蒸馏水补足到 1 000 mL,调整 pH 为 7.2~7.4,趁热用脱脂棉或绒布过滤,再加入乳糖,混匀后定量分装于烧瓶内,置高压蒸汽灭菌器中以 115 °C 灭菌 20 min,贮存于冷暗处备用。

23.2.2.1.3 平板培养基的配制:

- a) 将上法制备的储备培养基(23.2.2.1.2)加热融化,根据烧瓶内培养基的容量,用灭菌吸管按比例 1:50 的比例吸取一定量的 5%碱性品红乙醇溶液,置于灭菌空试管中,再按比例 1:200 的比例称取所需的无水亚硫酸钠置于另一个灭菌空试管内,加灭菌水少许使其溶解后,置于沸水浴中煮沸 10 min 以灭菌。
- b) 用灭菌吸管吸取已灭菌的亚硫酸钠溶液,滴加于碱性品红乙醇溶液内至深红色褪成淡粉红色为止。将此亚硫酸钠与碱性品红的混合液全部加入已融化的储备培养基内,并充分混匀(防止产生气泡),立即将此种培养基适量(约 15 mL)倾入于已灭菌的空平皿内,待其冷却凝固后,倒置冰箱内备用。此种已制成的培养基于冰箱内保存应小于两星期,如培养基已由淡红色变成深红色,则不应再用。

### 23.2.2.2 乳糖蛋白胨培养液

乳糖蛋白胨培养液具体制备方法见 23.1.2.1。

### 23.2.2.3 乳糖蛋白胨半固体培养基

23.2.2.3.1 成分:蛋白胨 10 g,乳糖 10 g,牛肉浸膏 5 g,酵母浸膏 5 g,琼脂 5 g 左右,蒸馏水 1 000 mL。

23.2.2.3.2 制法:将上述成分加热溶解于 1 000 mL 蒸馏水中,调整 pH 为 7.2~7.4,过滤后于小试管内,分装量为试管容量的 1/3,置于高压蒸汽灭菌器中,在 115 °C 灭菌 20 min。冷却后置于冰箱内保存。此培养基存放不宜超过 2 周。

## 23.2.3 分析步骤

### 23.2.3.1 滤膜及滤器的灭菌

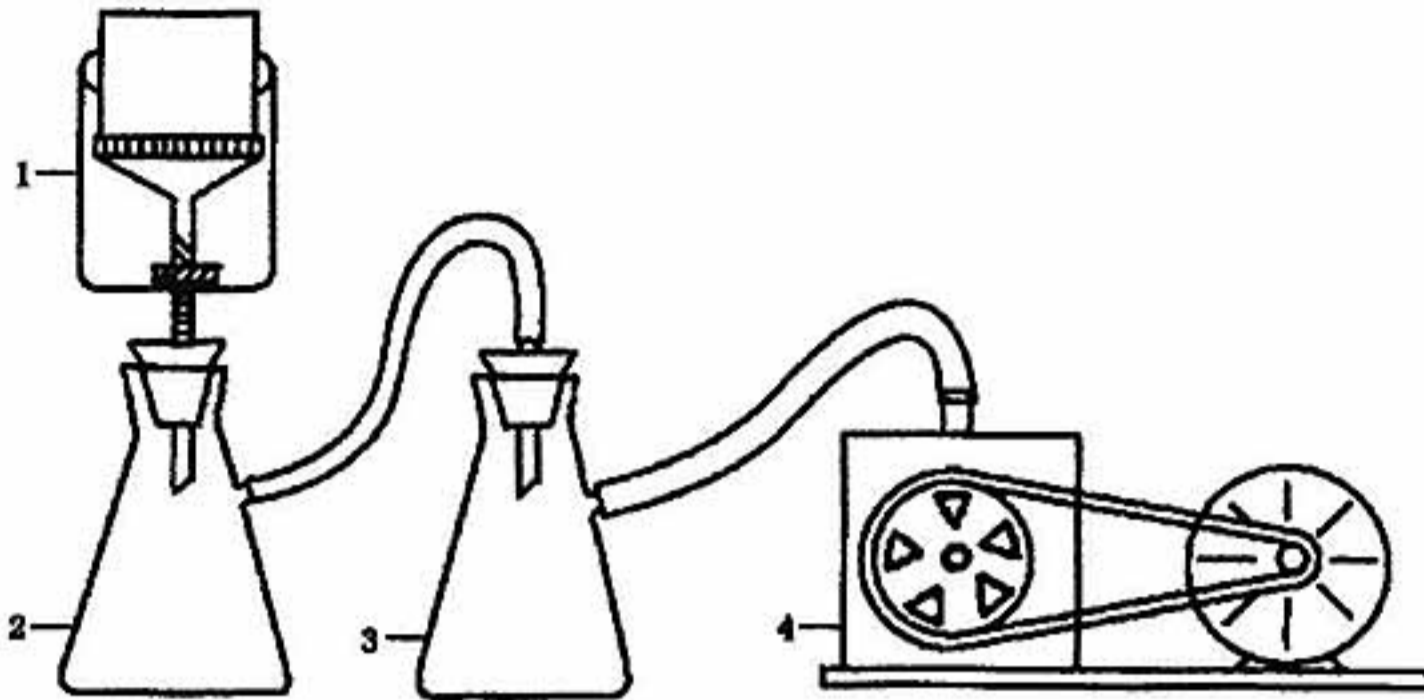
将滤膜放入烧杯中,加入蒸馏水,置于沸水浴中煮沸灭菌 3 次,每次 15 min。前两次煮沸后更换水洗涤(2~3)次,以除去残留溶剂。也可用 121 °C 高压蒸汽灭菌 10 min,灭菌完成后迅速将蒸汽放出,以减少滤膜上凝集的水分。滤器、接液瓶和垫圈分别用纸包好,在使用前须经 121 °C 高压蒸汽灭菌 30 min。滤器灭菌也可用点燃的酒精棉球火焰灭菌。

### 23.2.3.2 水样量的选择

水样量的选择根据细菌受检验的特征和水样中预测的细菌密度而定。垃圾渗沥液污染程度高,接种的水样量相对较少,宜取 0.01 mL、0.001 mL、0.000 1 mL 等。理想的水样体积,以滤膜上生长 20~60 个大肠菌群菌落数为宜,总菌落数不得超过 200 个。当过滤水样(稀释或未稀释)体积少于 20 mL 时,应在过滤之前加少量的无菌稀释水到过滤漏斗中,使悬浮的细菌均匀分布在整個过滤表面。

23.2.3.3 过滤装置安装

以无菌操作把滤器装置按图 1 装好。



说明：1——滤器；2——接收瓶；3——缓冲瓶；4——真空泵。

图 1 过滤装置

23.2.3.4 过滤

用无菌镊子夹去灭菌滤膜边缘，将粗糙面向上，贴放在已灭菌的滤床上，稳妥地固定好滤器。将适量水样注入滤器中，加盖，开动真空泵即可抽虑除菌。

23.2.3.5 培养

水样抽虑后，再抽约 5 s，关上滤器阀门取下滤器，用灭菌镊子夹取滤膜边缘部分，移放在品红亚硫酸钠培养基上，滤膜截留细菌面朝上，滤膜应与培养基完全贴紧，两者间不得留有气泡。然后将平皿倒置，放入 37 ℃ 恒温箱内培养 25 h。培养期间，保持充分的湿度（大约 90% 相对湿度）。

23.2.3.6 证实试验

- a) 挑选符合下列特征的菌落进行革兰氏染色、镜检：紫红色，具有金属光泽的菌落；深红色，不带或略带金属光泽的菌落；淡红色，中心色较深的菌落。
- b) 凡系革兰氏阴性无芽孢杆菌，需再接种于乳糖蛋白胨培养液或乳糖蛋白胨半固体培养基（接种前应将此培养基放入水浴中煮沸排气，冷却凝固后方可使用），经 37 ℃ 培养，前者于 24 h 产酸产气；或后者经（6~8）h 培养后产气，则判为总大肠菌群阳性。

23.2.4 结果计算与表示

渗沥液中总大肠菌群菌落数按式(35)计算：

$$M_1 = \frac{m \times 1\,000}{V} \dots\dots\dots (35)$$

式中：

$M_1$ ——渗沥液中总大肠菌群菌落数，单位为个每升(个/L)；

$m$  ——滤膜上生长的总大肠菌群菌落数,单位为个;

$V$  ——过滤水样量,单位为毫升(mL)。

## 24 粪大肠菌群

渗沥液中粪大肠菌群的检测可采用多管发酵法和滤膜法。

### 24.1 多管发酵法

#### 24.1.1 原理

多管发酵法是以最可能数简称 MPN 来表示试验结果的,是估计水体中大肠杆菌密度和卫生质量的一种方法。对于大肠菌含量的估计值,取决于那些在乳糖培养液中经 44.5 ℃ 温度培养下既显示阳性又显示阴性的稀释度。

#### 24.1.2 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂和生化试剂,实验用水均应为蒸馏水或去离子水。

##### 24.1.2.1 乳糖蛋白胨培养液

乳糖蛋白胨培养液的具体制备方法见 23.1.2.1。

##### 24.1.2.2 3 倍浓缩乳糖蛋白胨培养液

3 倍浓缩乳糖蛋白胨培养液具体制备方法见 23.1.2.2。

##### 24.1.2.3 EC 肉汤培养液

24.1.2.3.1 成分:胰胨 20 g,乳糖 5 g,胆盐三号 1.5 g,磷酸氢二钾 4 g,磷酸二氢钾 1.5 g,氯化钠 5 g,蒸馏水 1 000 mL。

24.1.2.3.2 制法:将 24.1.2.3.1 成分加热溶解,然后用移液枪定量分装 10 mL 于含有玻璃倒管的试管中。置高压蒸汽灭菌器中,115 ℃ 灭菌 20 min,灭菌后 pH 应为 6.9。贮存于冷暗处备用。

#### 24.1.3 仪器和设备

- a) 高压蒸汽灭菌器;
- b) 恒温水浴;
- c) 冰箱;
- d) 玻璃试管:18 mm×180 mm;
- e) 玻璃倒管:3 mm×30 mm;
- f) 刻度吸管:1 mL,10 mL;
- g) 接种环:直径 3 mm;
- h) 酒精灯;

- i) 移液枪:可定量至 5 mL、9 mL、10 mL。

#### 24.1.4 样品

供粪大肠菌群检测的渗沥液实验室样品量约需 100 mL,用经灭菌处理过的玻璃瓶采集。采样后应尽快检测,不宜超过 2 h。否则应使用 10 °C 以下的冷藏设备保存样品,6 h 内测定。

#### 24.1.5 分析步骤

##### 24.1.5.1 水样接种量

将水样充分混匀后,根据水样污染的程度确定水样接种量。每个样品至少用 3 个不同的水样量接种。同一接种水样量要 5 管。垃圾渗沥液污染程度高,接种的水样量相对较少,宜取 0.01 mL、0.001 mL、0.000 1 mL 等。

##### 24.1.5.2 初发酵试验

将水样分别接种到盛有乳糖蛋白胨培养液(24.1.2.1)的发酵管中,若其中取 10 mL 原试样,则需注入装有 5 mL 3 倍浓缩乳糖蛋白胨培养液(24.1.2.2)试管(内有倒管)中,在(37±0.5)°C 下培养(24±2)h。产酸和产气的发酵管表明试验阳性。如在倒管内产气不明显,可轻拍试管,有小气泡升起的为阳性。

##### 24.1.5.3 复发酵试验

用 3 mm 接种环或灭菌棒将培养物转接到 EC 培养液(24.1.2.3)中。在(44.5±0.5)°C 温度下培养(24±2)h(水浴箱的水面应高于试管中培养基的液面,接种后所有发酵管应在 20 min 内放进水浴中)。培养后观察,发酵管产气则证实为粪大肠菌群阳性。

#### 24.1.6 结果计算与表示

根据不同接种量的发酵管所出现阳性结果的数目,从 MPN 检索表(见表 7)中查得相应得 MPN 指数,按式(36)计算 MPN 值,并以每升渗沥液液样品中的粪大肠菌群的 MPN 值报告。

$$M_2 = m \times \frac{100}{V} \dots\dots\dots(36)$$

式中:

$M_2$ ——渗沥液中粪大肠菌群的 MPN 值,单位为个每升(个/L);

$m$  ——从表 7 中查得的 MPN 指数;

$V$  ——接种量最大一管的体积;单位为毫升(mL)。

表 7 最可能数(MPN 指数)表

例次	出现阳性份数			每 100 mL 水样中细 菌数的可 能数	95%置信区间		出现阳性份数			每 100 mL 水样中细 菌数的可 能数	95%置信区间	
	10 mL 管	1 mL 管	0.1 mL 管		下限	上限	10 mL 管	1 mL 管	0.1 mL 管		下限	上限
1	0	0	0	<2			4	2	1	26	9	78
2	0	0	1	2	<0.5	7	4	3	0	27	9	80
3	0	1	0	2	<0.5	7	4	3	1	33	11	93
4	0	2	0	4	<0.5	11	4	4	0	34	12	93
5	1	0	0	2	<0.5	7	5	0	0	23	7	70
6	1	0	1	4	<0.5	11	5	0	1	34	11	89
7	1	1	0	4	<0.5	11	5	0	2	43	15	110
8	1	1	1	6	<0.5	15	5	1	0	33	11	93
9	1	2	0	6	<0.5	15	5	1	1	46	16	120
10	2	0	0	5	<0.5	13	5	1	2	63	21	150
11	2	0	1	7	1	17	5	2	0	49	17	130
12	2	1	0	7	1	17	5	2	1	70	23	170
13	2	1	1	9	2	21	5	2	2	94	28	220
14	2	2	0	9	2	21	5	3	0	79	25	190
15	2	3	0	12	3	28	5	3	1	110	31	250
16	3	0	0	8	1	19	5	3	2	140	37	310
17	3	0	1	11	2	25	5	3	3	180	44	500
18	3	1	0	11	2	25	5	4	0	130	35	300
19	3	1	1	14	4	34	5	4	1	170	43	190
20	3	2	0	14	4	34	5	4	2	220	57	700
21	3	2	1	17	5	46	5	4	3	280	90	850
22	3	3	0	17	5	46	5	4	4	350	120	1 000
23	4	0	0	13	3	31	5	5	0	240	68	750
24	4	0	1	17	5	46	5	5	1	350	120	1 000
25	4	1	0	17	5	46	5	5	2	540	180	1 400
26	4	1	1	21	7	63	5	5	3	920	300	3 200
27	4	1	2	26	9	78	5	5	4	1 600	640	5 800
28	4	2	0	22	7	67	5	5	5	>2 400		

## 24.2 滤膜法

### 24.2.1 原理

滤膜是一种微孔性薄膜。将水样注入已灭菌的放有滤膜(孔径  $0.45\ \mu\text{m}$ )的滤器中,经过抽滤,细菌即被截留在滤膜上,然后将滤膜贴于 M-FC 培养基上,  $44\ ^\circ\text{C}$  恒温箱或恒温水浴培养 24 h。计数滤膜上生长的蓝色或蓝绿色菌落数,计算出每 1 L 水样中含有粪大肠菌群数。

### 24.2.2 试剂和材料

所用试剂,除另有说明外,均应为符合国家现行标准的分析纯试剂和生化试剂,实验用水均应为蒸馏水或去离子水。

M-FC 培养基:

a) 成分:胰胨 10 g,蛋白胨 5 g,酵母浸膏 3.0 g,氯化钠 5.0 g,乳糖 12.5 g,胆盐三号 1.5 g,1% 苯胺蓝水溶液 10 mL,1% 玫瑰色酸溶液(溶于  $0.2\ \text{mol/L}$  氢氧化钠溶液中)10 mL,蒸馏水 1 000 mL。

b) 制法:将上述培养基中的成分(除苯胺和玫瑰色酸外),置于蒸馏水中加热溶解,调节 pH 为 7.4,分装于小烧瓶内,每瓶 100 mL,于  $115\ ^\circ\text{C}$  灭菌 20 min。贮于冰箱中备用。临用前,按上述配方比例,用灭菌吸管分别加入已煮沸灭菌的 1% 苯胺蓝溶液 1 mL 及新配制的 1% 玫瑰色酸溶液(溶于  $0.2\ \text{mol/L}$  氢氧化钠溶液)1 mL,混合均匀。加热溶解前,加入 1.2%~1.5% 琼脂可制成固体培养基。如培养物中杂菌不多,则培养基中可不加玫瑰色酸。此种在密封瓶中已制成的脱水培养基成品要存放在大气湿度低、温度低于  $30\ ^\circ\text{C}$  的暗处,存放时应避免阳光直接照射,并且要避免杂菌侵入和液体蒸发。当培养基颜色变化,或体积变化明显时废弃不用。

### 24.2.3 分析步骤

#### 24.2.3.1 滤膜及滤器的灭菌

滤膜及滤器的具体灭菌方法见 23.2.3.1。

#### 24.2.3.2 水样量的选择

水样量的具体选择方法见 23.2.3.2。

#### 24.2.3.3 过滤装置安装

过滤具体装置安装方法 23.2.3.3。

#### 24.2.3.4 过滤

过滤的具体操作方法见 23.2.3.4。

#### 24.2.3.5 培养

使用 M-FC 培养基。培养基含或不含琼脂,不含琼脂的培养基使用已用 M-FC 培养基饱和的无菌吸收垫。将滤过水样的滤膜置于琼脂或吸收垫表面。将培养皿紧密盖好后,置于可准确恒温于  $(44.5\pm 0.5)\ ^\circ\text{C}$  的恒温培养箱或恒温水浴中,经  $(24\pm 2)\ \text{h}$  培养。若用恒温水浴培养,则需用防水胶带封每个平皿,将培养皿成叠封入防水塑料袋或容器内,浸没在  $(44.5\pm 0.5)\ ^\circ\text{C}$  恒温水浴中。在培养时间内,装培养皿的塑料袋应用重物坠于水面下,以保证所需的严格温度。所有已制备的培养物都应在过滤后 30 min 内浸入水浴内。

#### 24.2.3.6 证实试验

粪大肠菌群菌落在 M-FC 培养基上呈蓝色或蓝绿色,其他非粪大肠菌群菌落呈灰色、淡黄色或无色。正常情况下,由于温度或玫瑰酸盐试剂的选择性作用,在 M-FC 培养基上很少见到非粪大肠菌群菌落。必要时可将可疑菌落接种于 EC 培养液,(44.5±0.5)℃ 培养(24±2)h,如产气则证实为粪大肠菌群。

#### 24.2.4 结果计算与表示

渗沥液中粪大肠菌群菌落数按式(37)计算。

$$M_3 = \frac{m \times 1\,000}{V} \dots\dots\dots(37)$$

式中:

$M_3$ ——渗沥液中粪大肠菌群菌落数,单位为个每升(个/L);

$m$ ——滤膜上生长的粪大肠菌群菌落数,单位为个;

$V$ ——过滤水样量,单位为毫升(mL)。

### 25 质量保证和控制

25.1 每批样品应至少做 2 个空白试验,其测定结果应低于方法检出限。

25.2 每批样品应至少测定 10% 的平行双样。样品数量少于 10 个时,应至少测定一个平行双样,测定结果相对偏差应小于 5%。

25.3 每批样品应至少测定 1 个加标样品,加标回收率应在 85%~115% 之间。或每批样品应至少测定一个质控盲样。

25.4 实验室应定期使用有证标准物质进行检验。

25.5 采用仪器分析的项目:

25.5.1 每批次分析样品均应绘制校准曲线,相关系数应大于等于 0.995。

25.5.2 每分析 10 个样品应进行一次仪器零点校正。

25.5.3 每分析 10 个样品应分析一个校准曲线的中间点浓度标准溶液,其测定结果与校准曲线该点浓度的相对偏差应小于等于 10%。否则,需重新绘制校准曲线。

25.6 细菌学检测应做到每次试验时,要以无菌水为水样,检查培养基、滤膜、稀释水、冲洗用水、玻璃器皿和其他器具的无菌性。如检查结果表明有杂菌污染,则应弃去水样试验结果,重取水样检验。

附 录 A

(资料性附录)

硫酸标准滴定溶液及甲基红-溴甲酚绿混合指示剂

A.1 硫酸标准滴定溶液

A.1.1 硫酸溶液,  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{ mol/L}$

取 3.0 mL 硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\rho=1.84\text{ g/mL}$ )加入到 400 mL 水中,并稀释到 1 000 mL。

A.1.2 硫酸标准滴定溶液,  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.02\text{ mol/L}$ 。

取 200 mL 0.1 mol/L 硫酸(A.1.1),用水稀释至 1 000 mL。再用无水碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )基准试剂标定。

A.2 甲基红-溴甲酚绿混合指示剂

称取 100 mg 甲基红(methyl red)和 500 mg 溴甲酚绿(bromocresol green),放在小研钵中,加几滴乙醇润湿,研磨混匀,然后溶解在 100 mL 95%(体积分数)乙醇中。

在用标准酸滴定硼滴-指示剂溶液吸收的馏出液时,溶液颜色由蓝绿色转变成粉红色即为终点。

**附录 B**  
(规范性附录)

**标准溶液的 pH 随温度变化值**

B.1 标准溶液的 pH 随温度变化值见表 B.1。

**表 B.1 标准溶液的 pH 随温度变化值**

温度 ℃	标准溶液的 pH 值		
	A	B	C
0	4.003	6.984	9.464
5	3.999	6.951	9.395
10	3.998	6.923	9.332
15	3.999	6.900	9.276
20	4.002	6.881	9.225
25	4.008	6.865	9.180
30	4.015	6.853	9.139
35	4.021	6.844	9.102
38	4.030	6.840	9.081
40	4.035	6.838	9.068
45	4.047	6.834	9.038
50	4.060	6.833	9.011

**附 录 C**  
**(规范性附录)**  
**革兰氏染色和镜检**

**C.1 革兰氏染色**

**C.1.1 染色液配制**

**C.1.1.1 结晶紫染色液:**结晶紫 1.0 g,95%乙醇 20.0 mL,1%草酸铵水溶液 80.0 mL。

将结晶紫完全溶解于乙醇中,然后与草酸铵溶液混合。结晶紫溶液放置过久产生沉淀,不应再用。

**C.1.1.2 碘助染液:**碘 1.0 g,碘化钾 2.0 g,蒸馏水 300.0 mL。

将碘和碘化钾先行混合,加少许蒸馏水充分振摇,待完全溶解后,再用蒸馏水稀释至 300 mL。此溶液两星期内有效。当溶液由棕黄色变成淡黄色时,即应弃去。

**C.1.1.3 乙醇脱色液,**95%(体积分数)乙醇。

**C.1.1.4 沙黄复染液:**沙黄 0.25 g,95%乙醇 10.0 mL,蒸馏水 90.0 mL。

将沙黄溶于乙醇中,待完全溶解后,加入 90 mL 蒸馏水。

**C.1.2 染色步骤**

**C.1.2.1 涂片**

用灼烧冷却后的接种环挑一环 2%生理盐水于清洁无脂的载玻片上,再用接种环从培养(18~24)h 符合菌落特征的平板中取菌落的一半沾于盐水滴的上端,烧去接种环上多余的菌落。然后用接种环将菌种在盐水中均匀涂开,要涂得薄些(形成可见的薄层),然后将标本向上,在火焰上方加温固定,干燥、冷却。

**C.1.2.2 染色**

- a) 滴加结晶紫染色液,染色 1 min,倾去染色液,水洗。
- b) 滴加碘助染液,作用 1 min 后倾去,水洗。
- c) 滴加乙醇脱色液,摇动载玻片,直至无紫色脱落为止(约 30 s),水洗。
- d) 滴加沙黄复染液,染色 1 min 后倾去,水洗。
- e) 晾干,镜检。

**C.2 镜检**

滴香柏油,在高倍油镜下观察,呈深紫色为革兰氏阳性菌,呈淡红色为革兰氏阴性菌。

---

中华人民共和国城镇建设  
行业 标 准  
生活垃圾渗沥液检测方法  
CJ/T 428—2013

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](http://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 4.5 字数 132 千字  
2013年8月第一版 2013年8月第一次印刷

书号: 155066·2-25655 定价 60.00 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



CJ/T 428-2013

CJ/T 428-2013 生活垃圾渗沥液检测方法



155066225655

RMB:60.00

BZ002105351

