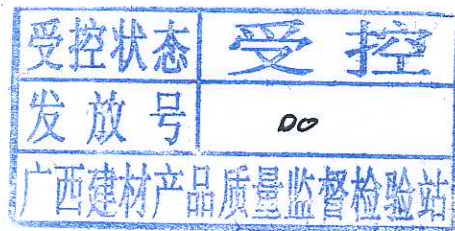


中华人民共和国国家标准

GB/T 30810—2014

水泥胶砂中可浸出重金属的测定方法

Test methods for leachable ions of heavy metals in cement mortar



2014-06-24 发布

2015-02-01 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

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 试剂和材料	1
5 仪器和设备	5
6 试样的制备	6
7 浸出液的制备	6
8 试样水分的测定	6
9 铅、铬、镉、铜、镍、钡的测定	7
10 锌、锰、锶的测定	9
11 砷、汞的测定	10

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则编写。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国水泥标准化技术委员会(SAC/TC 184)归口。

本标准负责起草单位：中国建筑材料科学研究总院。

本标准参加起草单位：中国环境科学研究院、四川峨胜水泥集团股份有限公司、葛洲坝集团水泥有限公司、华润水泥技术研发有限公司。

本标准主要起草人：萧瑛、聂卿、何捷、陈鹏、谢大川、李丽、闫大海、杨玉飞、许晓英、陆小黑、李瑞林、赵思源、赵国东。

水泥胶砂中可浸出重金属的测定方法

1 范围

本标准规定了水泥胶砂中可浸出重金属测定的试样制备、浸出步骤和浸出液中重金属含量的测定方法。

本标准适用于处置固体废物的水泥生产企业生产的水泥及其他指定使用本标准材料中可浸出重金属含量的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 17671—1999 水泥胶砂强度检验方法(ISO法)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

可浸出重金属 leachable heavy metals

样品经浸出实验后,可溶解在浸出液中的重金属。

3.2

固体废物 solid waste

在生产、生活和其他活动中产生的丧失原有利用价值或者虽未丧失利用价值但被抛弃或者放弃的固态、半固态和置于容器中的气态的物品、物质。

4 试剂和材料

4.1 盐酸(HCl)

1.18 g/mL~1.19 g/mL,优级纯。

4.2 硝酸(HNO₃)

1.39 g/mL~1.42 g/mL,优级纯。

4.3 硫酸(H₂SO₄)

1.84 g/mL,优级纯。

4.4 氢氟酸(HF)

1.15 g/mL~1.18 g/mL,优级纯。

4.5 高氯酸(HClO₄)

1.60 g/mL, 优级纯。

4.6 铅标准储备液(1.000 mg/mL)

称取 1.598 5 g 硝酸铅[Pb(NO₃)₂], 溶于约 200 mL 水中, 加 1.5 mL 硝酸(4.2), 移入 1 000 mL 容量瓶, 用水定容至 1 000 mL。

4.7 铬标准储备液(1.000 mg/mL)

称取 1.414 4 g 经 105 °C~110 °C 干燥 2 h 的重铬酸钾(K₂Cr₂O₇, 优级纯), 溶于水中, 移入 500 mL 容量瓶, 用水定容至 500 mL。

4.8 镉标准储备液(1.000 mg/mL)

称取 1.000 g 纯镉粉, 溶于 5 mL 硝酸溶液(4.32)中, 移入 1 000 mL 容量瓶, 用水定容至 1 000 mL。

4.9 铜标准储备液(1.000 mg/mL)

称取 1.000 g 纯铜粉(铜含量≥99.9%), 溶于 15 mL 硝酸溶液(4.32)中, 移入 1 000 mL 容量瓶, 用水定容至 1 000 mL。

4.10 镍标准储备液(1.000 mg/mL)

称取 1.000 g 金属镍(高纯或光谱纯), 溶于 10 mL 硝酸溶液(4.32)中, 加热驱除氮氧化物, 冷却至室温后移入 1 000 mL 容量瓶, 用水定容至 1 000 mL。

4.11 钡标准储备液(1.000 mg/mL)

称取 1.778 8 g 氯化钡(BaCl₂·2H₂O, 含量 99.99%), 加水溶解, 加 10 mL 硝酸(4.2), 移入 1 000 mL 容量瓶, 用水定容至 1 000 mL。

4.12 锌标准储备液(1.000 mg/mL)

称取 1.000 g 纯锌粉(锌含量≥99.9%), 溶于 20 mL 硝酸溶液(4.32)中, 移入 1 000 mL 容量瓶, 用水定容至 1 000 mL。

4.13 锰标准储备液(1.000 mg/mL)

称取 1.291 2 g 氧化锰(MnO, 优级纯)或称取 1.000 g 金属锰[w(Mn)≥99.8%], 加硝酸溶液(4.32)溶解后, 移入 1 000 mL 容量瓶, 用水定容至 1 000 mL。

4.14 锶标准储备液(1.000 mg/mL)

称取 2.415 g 硝酸锶[Sr(NO₃)₂], 溶于 200 mL 水中, 加 2 mL 硝酸(4.2), 移入 1 000 mL 容量瓶, 用水定容至 1 000 mL。

4.15 砷标准储备液(1.000 mg/mL)

称取 1.320 3 g 经硅胶干燥器干燥 24 h 的三氧化二砷(As₂O₃), 溶于 10 mL 氢氧化钠溶液(4.39)中, 移入 1 000 mL 容量瓶, 用盐酸溶液(4.38)定容至 1 000 mL。

4.16 汞标准储备液(1.000 mg/mL)

称取 1.354 g 经硅胶干燥器干燥 24 h 的氯化汞 (HgCl_2), 溶于重铬酸钾硝酸溶液(4.41)中, 移入 1 000 mL 容量瓶, 并用此溶液(4.41)定容至 1 000 mL。

4.17 硝酸溶液(1+99)

1 份体积的硝酸(4.2)与 99 份体积的水相混合。

4.18 铅标准使用液 (10 $\mu\text{g/L}$)

临用前将铅标准储备液(4.6)用硝酸溶液(4.17)逐级稀释配制。

4.19 铬标准使用液(100 $\mu\text{g/L}$)

临用前将铬标准储备液(4.7)用硝酸溶液(4.17)逐级稀释配制。

4.20 镉标准使用液(25 $\mu\text{g/L}$)

临用前将镉标准储备液(4.8)用硝酸溶液(4.17)逐级稀释配制。

4.21 铜标准使用液(25 $\mu\text{g/L}$)

临用前将铜标准储备液(4.9)用硝酸溶液(4.17)逐级稀释配制。

4.22 镍标准使用液(400 $\mu\text{g/L}$)

临用前将镍标准储备液(4.10)用硝酸溶液(4.17)逐级稀释配制。

4.23 钡标准使用液(400 $\mu\text{g/L}$)

临用前将钡标准储备液(4.11)用硝酸溶液(4.17)逐级稀释配制。

4.24 锌标准使用液(5.0 mg/L)

临用前将锌标准储备液(4.12)用硝酸溶液(4.17)逐级稀释配制。

4.25 锰标准使用液(10.0 mg/L)

临用前将锰标准储备液(4.13)用硝酸溶液(4.17)逐级稀释配制。

4.26 铊标准使用液(10.0 mg/L)

临用前将铊标准储备液(4.14)用水逐级稀释配制。

4.27 砷标准使用液(100 $\mu\text{g/L}$)

临用前将砷标准储备液(4.15)用盐酸溶液(4.38)逐级稀释配制。

4.28 汞标准使用液(20 $\mu\text{g/L}$)

临用前将汞标准储备液(4.16)用盐酸溶液(4.38)逐级稀释配制。

4.29 磷酸氢二铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$ 溶液(50 g/L)

5 g 磷酸氢二铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$ (优级纯), 溶于 100 mL 水中。

4.30 氯化镁溶液(100 g/L)

10 g 氯化镁($\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶于 100 mL 水中。

4.31 氢氧化钠溶液(200 g/L)

20 g 氢氧化钠溶于 100 mL 水中。

4.32 硝酸溶液(1+1)

1 份体积的硝酸(4.2)与 1 份体积的水相混合。

4.33 氯化钾溶液(38 g/L)

3.8 g 氯化钾溶于 100 mL 水中。

4.34 氯化钠溶液(50 g/L)

5 g 氯化钠溶于 100 mL 水中。

4.35 氧化镧溶液(La_2O_3)

称取 29 g 氧化镧于 500 mL 烧杯中,加少量水湿润,在不断搅拌下缓缓加入 250 mL 盐酸(4.1),溶解后用水稀释至 500 mL。此液 1.00 mL 含 50 mg 镧。

4.36 硫脲-抗坏血酸混合溶液(5+5+100)

分别称取硫脲、抗坏血酸各 5 g,溶于 100 mL 水中。此溶液现用现配。

4.37 硼氢化钾(KBH_4)溶液(10 g/L)

称取 0.5 g 氢氧化钾溶于少量水中,加入 1 g 硼氢化钾后混匀,加水定容至 100 mL。此溶液现用现配。

4.38 盐酸溶液(3+97)

3 份体积的盐酸(4.1)与 97 份体积的水相混合。

4.39 氢氧化钠溶液(40 g/L)

4 g 氢氧化钠溶于 100 mL 水中。

4.40 硝酸溶液(1+19)

1 份体积的硝酸(4.2)与 19 份体积的水相混合。

4.41 重铬酸钾硝酸溶液(0.5 g/L)

称取 0.5 g 重铬酸钾,用硝酸溶液(4.40)溶解并稀释至 1 000 mL。

4.42 硼氢化钾(KBH_4)溶液(1 g/L)

称取 0.5 g 氢氧化钾溶于少量水中,加入 0.1 g 硼氢化钾后混匀,加水定容至 100 mL。此溶液现用现配。

4.43 pH 调节液

将 100 mL 硫酸(4.3)缓慢加入 200 mL 水中,另将 50 mL 硝酸(4.2)加入 100 mL 水中,待两份溶液分别冷却至室温后混合。

注:各标准储备液(4.6~4.16)也可采用国家有证标准物质。

4.44 试剂及用水要求

除另有说明外,本标准所用试剂应不低于分析纯;试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

4.45 玻璃器皿清洗要求

试验用玻璃器皿需先用洗涤剂洗净,再用硝酸溶液(4.32)浸泡 24 h,依次用自来水、试验用水洗净。

5 仪器和设备

5.1 原子吸收分光光度计

带有火焰、石墨炉原子化器。

5.2 原子荧光光谱仪

5.3 铅空心阴极灯

5.4 铬空心阴极灯

5.5 镉空心阴极灯

5.6 铜空心阴极灯

5.7 镍空心阴极灯

5.8 钡空心阴极灯

5.9 锌空心阴极灯

5.10 锰空心阴极灯

5.11 锶空心阴极灯

5.12 砷空心阴极灯

5.13 汞空心阴极灯

5.14 高纯氩气

5.15 乙炔

5.16 空气压缩机

5.17 烘箱

可控制温度 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.18 微孔滤膜过滤装置及滤膜

由真空泵、抽滤漏斗、1 L 的抽滤瓶组成的过滤装置;滤膜为孔径 $0.45\text{ }\mu\text{m}$ 微孔滤膜,也可采用中速定量滤纸。

5.19 方孔筛

孔径为 0.125 mm 和 0.25 mm 的方孔筛。

5.20 天平

分度值不大于 0.01 g 或分度值不大于 0.1 mg。

5.21 酸度计

5.22 磁力搅拌器

5.23 玛瑙球磨机

配有玛瑙球磨罐和玛瑙球的球磨机。

5.24 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP/AES)或电感耦合等离子体质谱仪(ICP/MS)

实验室采用电感耦合等离子体发射光谱(ICP/AES)或电感耦合等离子体质谱(ICP/MS)等其他仪器测定浸出液重金属时,满足本标准检出限要求。

6 试样的制备

6.1 水泥胶砂试体的制备

按照 GB/T 17671—1999 要求制备水泥胶砂试体。

成型脱模后的试体在温度 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$, 湿度不低于 90% 条件下养护(注意,试体不得在水中养护), $28\text{ d} \pm 8\text{ h}$ 后取出,在室温下干燥 2 d。

6.2 试样的制备

将干燥后的试体(6.1)破碎,用玛瑙球磨机(5.23)磨细,用方孔筛(5.19)筛分,收集粒径为 $0.125\text{ mm} \sim 0.25\text{ mm}$ 的颗粒为待测试样。

7 浸出液的制备

7.1 试样浸出液的制备

7.1.1 浸出液的制备在 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下进行。

7.1.2 称取试样(6.2)10 g,精确至 0.01 g,置于 1 L 烧杯中,加入 500 mL 水,置于磁力搅拌器(5.22)上开始搅拌。保持试样在搅拌过程中处于半悬浮状态(搅拌子转速为 $500 \sim 1\ 000\text{ r/min}$),但应避免过于强烈的搅拌导致浸出液吸收空气中的 CO_2 。

7.1.3 用酸度计(5.21)测量烧杯中液体(7.1.2)的 pH 值,用滴定管滴加 pH 调节液(4.43),使烧杯中液体的 pH 值保持在 7.0 ± 0.5 搅拌 2 h,记录 pH 值调节液的消耗量 V_{01} (精确到 0.1 mL)。

搅拌结束后静置 5 min,用微孔滤膜过滤装置(5.18)过滤收集浸出液。用水清洗试样残渣 3 次,滤液并入浸出液。

7.1.4 将滤膜和搅拌棒上的试样残渣转移至烧杯中,加入 500 mL 水,置于磁力搅拌器(5.22)搅拌并滴加 pH 调节液(4.43)调节烧杯中液体的 pH 值至 3.2,保持液体 pH 值在 3.2 ± 0.5 搅拌 7 h,记录滴加 pH 调节液的消耗量 V_{02} (精确到 0.1 mL)。

搅拌结束后静置 5 min,用微孔滤膜过滤装置(5.18)过滤收集浸出液。用水清洗试样残渣 3 次,滤液并入浸出液。

7.1.5 将上述 7.1.3 与 7.1.4 浸出液移入 1 个 2 L 容量瓶混合后用水定容,待测。有条件的实验室可采用自动滴定仪控制搅拌提取过程(7.1.3、7.1.4)中液体的 pH 值。

7.2 空白浸出液的制备

使用与试样浸出液制备等量的 pH 调节液($V_{01} + V_{02}$),不加试样,按照与试样浸出液相同的步骤,制备空白浸出液。

8 试样水分的测定

8.1 分析步骤

8.1.1 将洗净的称量瓶放入 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 30 min,取出置于干燥器中冷却 30 min 后称量。重

复上述步骤直至恒量,称量瓶的质量为 m_0 。

8.1.2 在称取浸出液制备试样(7.1.2)的同时称取试样(6.2)1 g,精确至 0.1 mg,置于已恒量的称量瓶中,此时称量瓶加试样的总质量为 m_1 。将盛有试样的称量瓶放入 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 60 min,取出置于干燥器中冷却 30 min 后称量。重复上述步骤直至恒量,称量瓶的质量为 m_2 。

8.2 水分计算

试样水分按式(1)计算:

$$H = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

H —— 试样水分的质量分数, %;

m_0 —— 称量瓶的质量,单位为克(g);

m_1 —— 称量瓶加试样的质量,单位为克(g);

m_2 —— 称量瓶加烘干后试样的质量,单位为克(g)。

9 铅、铬、镉、铜、镍、钡的测定

9.1 方法提要

铅、铬、镉、铜、镍、钡的测定采用无火焰原子吸收分光光度法。试液通过自动进样器注入石墨炉中,经过预先设定的干燥、灰化、原子化等升温程序使共存机体蒸发除去,同时在原子化阶段的高温下铅、铬、镉、铜、镍、钡化合物离解为基态原子蒸汽,并对空心阴极灯发射的特征谱线产生选择性吸收,在选择的最佳测定条件下,通过背景扣除测定试液中铅、铬、镉、铜、镍和钡的吸光度。加入磷酸氢二铵可消除干扰。

铅、铬、镉、铜、镍、钡的检出限分别为铅 0.005 mg/L、铬 0.01 mg/L、镉 0.001 mg/L、铜 0.005 mg/L、镍 0.01 mg/L、钡 0.02 mg/L。

9.2 仪器参数

不同型号的仪器最佳测试条件不同,可根据仪器使用说明书自行选择。表 1 测试条件供参考。

表 1 测定铅、铬、镉、铜、镍、钡的仪器参数

元素	铅	铬	镉	铜	镍	钡
测定波长/nm	217.0	357.9	228.8	324.8	232.0	553.6
带宽/nm	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3	1.3
灯电流/mA	8	12	6	8	6	6
干燥/($^{\circ}\text{C}/\text{s}$)	120/30	120/30	120/30	120/30	120/30	120/30
灰化/($^{\circ}\text{C}/\text{s}$)	700/20	900/20	900/20	800/20	1 400/20	1 100/30
原子化/($^{\circ}\text{C}/\text{s}$)	2 000/5	2 050/5	1 800/5	2 300/5	2 400/5	2 600/5
氩气流量/(L/min)	2	2	2	2	2	2
原子化状态是否停气	否	否	否	否	否	否
进样量/ μL	10	10	10	10	10	10

9.3 标准曲线

9.3.1 按照以下要求分别配制铅、铬、镉、铜、镍、钡标准溶液系列：

- a) 铅标准溶液系列：分别移取铅的标准使用液(4.18)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL于5个50 mL容量瓶中，各加入3.0 mL磷酸氢二铵溶液(4.29)，用硝酸溶液(4.17)定容。铅标准溶液系列铅浓度分别为0.0 μg/L、0.2 μg/L、0.4 μg/L、1.0 μg/L、2.0 μg/L。
- b) 铬标准溶液系列：分别移取铬的标准使用液(4.19)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL于5个50 mL容量瓶中，各加入3.0 mL磷酸氢二铵溶液(4.29)，用硝酸溶液(4.17)定容。铬标准溶液系列铬浓度分别为0.0 μg/L、2.0 μg/L、4.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L。
- c) 镉标准溶液系列：分别移取镉的标准使用液(4.20)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL于5个50 mL容量瓶中，各加入3.0 mL磷酸氢二铵溶液(4.29)，用硝酸溶液(4.17)定容。镉标准溶液系列镉浓度分别为0.0 μg/L、0.5 μg/L、1.0 μg/L、2.5 μg/L、5.0 μg/L。
- d) 铜标准溶液系列：分别移取铜的标准使用液(4.21)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL于5个50 mL容量瓶中，各加入3.0 mL磷酸氢二铵溶液(4.29)，用硝酸溶液(4.17)定容。铜标准溶液系列铜浓度分别为0.0 μg/L、0.5 μg/L、1.0 μg/L、2.5 μg/L、5.0 μg/L。
- e) 镍标准溶液系列：分别移取镍的标准使用液(4.22)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL于5个50 mL容量瓶中，各加入3.0 mL磷酸氢二铵溶液(4.29)，用硝酸溶液(4.17)定容。镍标准溶液系列镍浓度分别为0.0 μg/L、8.0 μg/L、16.0 μg/L、40.0 μg/L、80.0 μg/L。
- f) 钡标准溶液系列：分别移取钡的标准使用液(4.23)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL于5个50 mL容量瓶内，用硝酸溶液(4.17)定容。钡标准溶液系列钡浓度分别为0 μg/L、8 μg/L、16 μg/L、40 μg/L、80 μg/L。

9.3.2 按照仪器性能调节仪器至最佳工作条件，由低到高浓度顺次测定标准溶液的吸光度。以标准溶液的浓度(以 μg/L 计)为横坐标，以相应的吸光度值减去空白试验溶液的吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

9.4 分析步骤

9.4.1 按照标准曲线测定中仪器的条件(9.2)测定试样浸出液(7.1.5)的吸光度，在标准曲线中查出浸出液浓度(c)。

9.4.2 按照标准曲线测定中仪器的条件(9.2)测定空白浸出液(7.2)的吸光度，并在标准曲线中查出空白浸出液浓度(c₀)。

9.5 结果的表示

试样中铅、铬、镉、铜、镍、钡的浸出浓度按式(2)计算：

$$w = \frac{(c - c_0) \times 10^{-3}}{1 - \frac{H}{100}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- w —— 试样中铅、铬、镉、铜、镍、钡的浸出浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
- c —— 浸出液吸光度在校准曲线上查得的含量，单位为微克每升(μg/L)；
- c₀ —— 空白浸出液的吸光度在校准曲线上查得的含量，单位为微克每升(μg/L)；
- H —— 试样水分的质量分数，%。

10 锌、锰、锶的测定

10.1 方法提要

锌、锰、锶的测定采用火焰原子吸收分光光度法。测定锌、锰、锶的试液经不同方式处理后,被吸入空气-乙炔火焰,在火焰中形成的元素基态原子蒸汽对空心阴极灯发射的特征谱线产生选择性吸收。在选择的最佳测定条件下,测定试液中锌、锰、锶的吸光度。

锌、锰、锶的检出限分别为锌 0.2 mg/L,锰 0.1 mg/L,锶 0.1 mg/L。

10.2 仪器参数

不同型号的仪器最佳测试条件不同,可根据仪器使用说明书自行选择。

10.3 标准曲线

10.3.1 按照以下要求分别配制锌、锰、锶标准溶液系列:

- a) 锌标准溶液系列:分别移取锌的标准使用液(4.24)0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL 于 5 个 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.17)定容。锌标准溶液系列锌浓度分别为 0.0 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L。
- b) 锰标准溶液系列:分别移取锰的标准使用液(4.25)0 mL、1.0 mL、2.5 mL、5.0 mL、7.5 mL 于 5 个 250 mL 量筒中,加水至 250 mL,分别用氨水中和至中性,各加入 2 mL 氯化镁溶液(4.30),边搅拌边滴加 2 mL 氢氧化钠溶液(4.31),并继续搅拌 1 min。
静置使各量筒中沉淀下降到 20 mL 以下(约需 2 h),用虹吸法吸去上清液至剩余体积为 20 mL 左右,各加 1 mL 硝酸溶液(4.32)溶解沉淀,分别转入 5 个 25 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。锰标准溶液系列锰浓度分别为 0 mg/L、0.04 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.30 mg/L。
- c) 锶标准溶液系列:分别移取锶的标准使用液(4.26)0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL 于 7 支 10 mL 具塞比色管中,加水至 10.0 mL。锶标准溶液系列锶浓度分别为 0.0 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L;向标准溶液系列管中各加 0.4 mL 氯化钾溶液(4.33)、0.4 mL 氯化钠溶液(4.34)和 0.5 mL 氧化镧溶液(4.35),混匀。

10.3.2 按照仪器性能调节仪器至最佳工作参数,由低到高浓度顺次测定标准溶液的吸光度。以标准溶液的浓度(以 mg/L 计)为横坐标,以相应的吸光度值减去空白试验溶液的吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。

10.4 分析步骤

10.4.1 按照以下步骤分别处理测定锌、锰、锶的样品:

- a) 测定锌的样品处理:试样浸出液(7.1.5)直接测定。
 - b) 测定锰的样品处理:移取试样浸出液(7.1.5)至 250 mL 量筒中,用氨水中和至中性,加入 2 mL 氯化镁溶液(4.30),边搅拌边滴加 2 mL 氢氧化钠溶液(4.31),并继续搅拌 1 min。
静置使量筒中沉淀下降到 20 mL 以下(约需 2 h),用虹吸法吸去上清液至剩余体积为 20 mL 左右,加入 1 mL 硝酸溶液(4.32)溶解沉淀后转入 25 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,待测。
 - c) 测定锶的样品处理:移取试样浸出液(7.1.5)10 mL 于 10 mL 具塞比色管中,加入 0.4 mL 氯化钾溶液(4.33)、0.4 mL 氯化钠溶液(4.34)和 0.5 mL 氧化镧溶液(4.35),混匀,待测。
- 10.4.2 按照测定样品的处理(10.4.1)中的步骤,对空白浸出液(7.2)进行处理,分别制备测定锌、锰、锶

的空白浸出液。

10.4.3 按照标准曲线测定的相同仪器条件分别测定经过相应处理的试样浸出液(10.4.1)的吸光度,在标准曲线中查出浸出液锌、锰、镉的浓度(c_1)。

10.4.4 按照标准曲线测定的相同仪器条件分别测定经过相应处理的空白浸出液(10.4.2)的吸光度,并在标准曲线中查出其浓度(c_{01})。

10.5 结果的表示

试样中锌、锰、镉的浸出浓度按式(3)计算:

$$w_1 = \frac{(c_1 - c_{01})}{1 - \frac{H}{100}} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

w_1 ——试样中锌、锰、镉的浸出浓度,单位为毫克每升(mg/L)

c_1 ——浸出液吸光度在校准曲线上查得的含量,单位为毫克每升(mg/L);

c_{01} ——空白浸出液吸光度在校准曲线上查得的含量,单位为毫克每升(mg/L);

H ——试样水分的质量分数,%。

11 砷、汞的测定

11.1 方法提要

砷、汞的测定采用氢化物-原子荧光光谱法。试液在酸性介质中,以硼氢化钾作还原剂,将样品中的砷、汞转化为挥发性氢化物,以高纯氩气作为载气将挥发性氢化物从母液中分离导入石英炉原子化器中原子化。以特种空心阴极灯作激发光源,激发砷、汞原子发出荧光,荧光强度值在一定范围内与砷、汞的浓度成正比。

砷和汞的检出限分别为砷 0.005 mg/L、汞 0.000 2 mg/L。

11.2 仪器参数

不同型号的仪器最佳测试条件不同,可根据仪器使用说明书自行选择。通常本标准采用的测试条件见表 2。

表 2 测定砷、汞的仪器参数

元素	负高压 V	灯电流 mA	原子化器高度 mm	载气流量 mL/min	进样体积 mL
砷	300	50	8	800	1
汞	300	15	8	800	1

11.3 标准曲线

11.3.1 按照以下要求分别配制砷、汞标准溶液系列:

- a) 砷标准溶液系列:分别移取砷标准使用液(4.27)0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、5.0 mL于 6 个 50 mL 容量瓶中,各加入硫脲-抗坏血酸混合溶液(4.36)10 mL,用盐酸溶液(4.38)定容。砷标准溶液系列砷浓度分别为 0.0 μg/L、1.0 μg/L、2.0 μg/L、4.0 μg/L、

8.0 μg/L、10.0 μg/L。

- b) 汞标准溶液系列:分别移取汞标准使用液(4.28)0 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、5.0 mL于6个50 mL容量瓶中,各加入重铬酸钾硝酸溶液(4.41)5 mL,用盐酸溶液(4.38)定容。汞标准溶液系列汞浓度分别为0.0 μg/L、0.2 μg/L、0.4 μg/L、0.8 μg/L、1.6 μg/L、2.0 μg/L。

11.3.2 按照以下要求分别测定砷、汞标准曲线:

- a) 砷标准曲线:按照仪器性能调节仪器至最佳工作条件,以盐酸溶液(4.38)为载流液、硼氢化钾(4.37)为还原剂,由低到高浓度顺次测定砷标准溶液的荧光强度。以标准溶液的浓度(以μg/L计)为横坐标,以相应的荧光强度值减去空白试验溶液的荧光强度值为纵坐标,绘制标准曲线。
- b) 汞标准曲线:按照仪器性能调节仪器至最佳工作条件,以盐酸溶液(4.38)为载流液、硼氢化钾(4.42)为还原剂,由低到高浓度顺次测定汞标准溶液的荧光强度。以标准溶液的浓度(以μg/L计)为横坐标,以相应的荧光强度值减去空白试验溶液的荧光强度值为纵坐标,绘制标准曲线。

11.4 分析步骤

11.4.1 按照标准曲线测定中仪器的条件(11.2)分别测定试样浸出液(7.1.5)中砷、汞的荧光强度,在标准曲线中查出浸出液相应的浓度(c_2)。

11.4.2 按照标准曲线测定中仪器的条件(11.2)测定空白浸出液(7.2)中砷、汞的荧光强度,并在标准曲线中查出其相应浓度(c_{02})。

11.5 结果的表示

试样中砷、汞的浸出浓度按式(4)计算。

$$w_2 = \frac{(c_2 - c_{02}) \times 10^{-3}}{1 - \frac{H}{100}} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

w_2 —— 试样中砷、汞的浸出浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_2 —— 浸出液吸光度在校准曲线上查得的含量,单位为微克每升(μg/L);

c_{02} —— 空白浸出液吸光度在校准曲线上查得的含量,单位为微克每升(μg/L);

H —— 试样水分的质量分数, %。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
水 泥 胶 砂 中 可 浸 出 重 金 属 的 测 定 方 法
GB/T 30810—2014

*

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(100029)
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 1 字数 22 千字
2014年7月第一版 2014年7月第一次印刷

*

书号: 155066·1-49641 定价 18.00 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 30810—2014