

中华人民共和国城镇建设行业标准

生活垃圾渗沥水 钾和钠的测定 火焰光度法

Leachate—Determination of potassium
and sodium—Flame photometric method

CJ/T 3018.13—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用硝酸—硫酸消解法和火焰光度法测定渗沥水中的钾和钠。

本标准适用于从生活垃圾中渗出来的液体。

本标准测定试料钾浓度的适用范围为 $0.1\sim 25\text{mg/L}$ （以K计），钠浓度范围为样品中与钾相应比例含量的钠浓度。

碱金属之间能相互增强激发，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。

2 术语

渗沥水中的钾和钠是指以各种形式存在的钾和钠，包括无机结合的和有机结合的、可溶的和悬浮的钾与钠的化合物。

3 原理

将试料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 766.5nm ，钠 589.0nm ），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。

4 试剂

本标准所用试剂，除另有说明外，均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂，均使用去离子水。

4.1 硫酸（ H_2SO_4 ）， $\rho=1.84\text{g/mL}$ 。

4.2 硝酸（ HNO_3 ）， $\rho=1.40\text{g/mL}$ 。

4.3 钾标准贮备溶液

中华人民共和国建设部 1993-05-03 批准

1993-09-01 实施

将1.9067g氯化钾(KCl, 基准试剂, 于110℃干燥2h)溶于去离子水中, 并稀释至1000mL。此溶液每毫升含1000μg钾(K)。

4.4 钠标准贮备溶液

将2.5421g氯化钠(NaCl, 基准试剂, 于500~600℃灼烧1h)溶于去离子水中, 并稀释至1000mL。此溶液每毫升含1000μg钠(Na)。

4.5 钾、钠混合标准溶液

用移液管先吸取100.0mL钾标准贮备溶液(4.3)于1000mL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贮备溶液(4.4)于同一容量瓶内, 用水稀释到刻度。

此溶液每毫升含100μg钾(K)及相应比例含量的钠(Na)。

5 仪器、设备

实验室常用分析仪器及:

5.1 单光束火焰光度计。

5.2 微型凯氏烧瓶: 100mL。

5.3 聚乙烯瓶。

6 样品

供钾、钠测定的渗沥水实验室样品量约需100mL, 可收集在聚乙烯瓶内, 采样后可保存7d, 若酸化到pH<2, 则至少可保存三个月。

7 步骤

7.1 消解

消解操作必须在高效的通风柜内进行。

用移液管吸取渗沥水实验室样品(最大容量为40mL)入微型凯氏烧瓶(5.2), 小心地加2mL硫酸(4.1), 回荡混合, 加几粒玻璃珠, 缓缓地加热到产生白烟, 冷却后, 小心地加入0.5mL硝酸(4.2), 要一边回荡一边一滴一滴地加入, 并加热到棕色烟雾停止产生为止。冷却后还必须用硝酸继续处理, 一边回荡一边一滴一滴地加入, 直到溶液变清无色。冷却, 并在不断回荡下小心地加入10mL水, 然后加热到出现白色烟雾为止。

冷却后, 在不断回荡下小心地加入约50mL水, 并加热到近沸, 使可溶性盐缓慢溶解, 然后冷却, 并将溶液转移到100mL容量瓶中, 用少量水洗涤凯氏烧瓶, 将洗液也加入到同一容量瓶内, 用水稀释到刻度。

7.2 工作曲线

7.2.1 标准溶液的消解

用移液管分别吸取钾、钠混合标准溶液(4.5) 0; 5.0; 10.0; 15.0; 20.0和25.0mL于微型凯氏烧瓶中, 按7.1操作步骤进行消解、定容。

7.2.2 测定

按火焰光度计使用说明书,将仪器调节到最佳状态,用水作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,继续测定其它浓度标准溶液的发射强度读数。要不时校验零点和满度。

7.2.3 绘制工作曲线

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)浓度关系的工作曲线。

钾、钠混合标准溶液(4.5),按7.2.1操作,由7.2.2测定所得的发射强度,其对应的钾浓度为0、5、10、15、20和25 mg/L ,以及相应比例含量的钠浓度。

7.3 试样测定

用消解后的定容试样(7.1),按7.2.2操作步骤进行测定。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。

8 结果的表述

钾含量按式(1)或(3),钠含量按式(2)或(4)计算:

$$K(\text{mg/L}) = \frac{E_K \times f_K \times 100}{V}$$

$$\text{Na}(\text{mg/L}) = \frac{E_{\text{Na}} \times f_{\text{Na}} \times 100}{V}$$

式中 E_K 和 E_{Na} ——渗沥水试料消解液中钾和钠的发射强度读数;

f_K 和 f_{Na} ——钾和钠工作曲线斜率的倒数;

V ——渗沥水消解试料的体积, mL 。

或

$$K(\text{mg/L}) = \frac{C_K \times 100}{V}$$

$$\text{Na}(\text{mg/L}) = \frac{C_{\text{Na}} \times 100}{V}$$

式中 C_K 和 C_{Na} ——从绘制的工作曲线上查得试料中钾和钠的浓度, mg/L ;

V ——渗沥水消解试料的体积, mL 。

9 精密度与准确度

9.1 对钾含量为1500~2800 mg/L 和相应的钠含量为600~1300 mg/L 的渗沥水样品,经5批平行双样测定的相对偏差分别小于1.4%和2.2%。

9.2 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%。

9.3 分析含钾26.5 mg/L 和钠48.0 mg/L 的渗沥水加标样品,经5次测定,钾相对标准偏差为3.1%,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%。

附加说明：

本标准由建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部城镇环境卫生技术标准归口单位上海市环境卫生管理局归口。

本标准由上海市环境卫生设计科研所负责起草。

本标准主要起草人庄启化、章莉娜。

本标准委托上海市环境卫生设计科研所负责解释。