

中华人民共和国城镇建设行业标准

生活垃圾渗沥水 硫酸盐的测定 重量法

Leachate—Determination of
sulfate—Gravimetric method

CJ/T 3018.5—93

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定渗沥水中硫酸盐的硫酸钡重量法。

本标准适用于从生活垃圾中渗出来的液体。

本标准测定试料硫酸盐浓度的适用范围为10~5000mg/L (以 SO_4^{2-}) 计。

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；包藏在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。

2 引用标准

GB11899 水质 硫酸盐的测定重量法

3 术语

渗沥水中的硫酸盐，系指以可溶性无机盐状态存在的硫酸根离子。

4 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℃灼烧后称重，从称得的 BaSO_4 质量计算 SO_4^{2-} 。

5 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，均使用去离子水或全玻璃蒸馏器制得的重蒸馏水。

5.1 盐酸 (HCl)，1+1溶液

将盐酸 (HCl， $\rho=1.18\text{g/mL}$) 与水等体积混合。

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

中华人民共和国建设部 1993-05-03 批准

1993-09-01 实施

将50g二水合氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于水并稀释至1000mL,此溶液每毫升相当于 20mgSO_4^{2-} 。

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

将1.7g硝酸银(AgNO_3)溶于100mL水中,再加0.1mL硝酸(HNO_3 , $\rho=1.40\text{g/mL}$),贮于棕色试剂瓶内避光保存。

5.4 甲基红指示剂, 1g/L溶液

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

5.5 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。

6 仪器、设备

实验室常用分析仪器及:

- 6.1 马弗炉。
- 6.2 坩埚钳。
- 6.3 烧杯: 400mL。
- 6.4 表面皿: 直径100mm。
- 6.5 长颈漏斗: 直径75mm。
- 6.6 瓷坩埚: 25mL。
- 6.7 定量滤纸: 慢速, 直径125mm。
- 6.8 称量坩埚用手套: 白色细纱手套。

7 样品

供硫酸盐测定的渗沥水实验室样品量约需600mL。采样后若不能及时测定,则用聚乙烯或玻璃瓶贮存在温度为2~5℃处,最长保存时间为7d。

8 步骤

8.1 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30min,取出稍冷片刻随即用坩埚钳入干燥器内冷却30min,戴上称量手套称重,然后再入同一温度的马弗炉中灼烧15min,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0.2mg)。

8.2 用移液管吸取渗沥水试样,使总体积为250mL溶液中含大约 50mgSO_4^{2-} 为宜,入400mL烧杯中,用水稀释至总体积约为250mL。加2~3滴甲基红指示剂(5.4),用盐酸(5.1)调节到溶液呈微红色后,再加入2mL盐酸(5.1),盖上表面皿,置于石棉网上加热近沸(此时若溶液内还含有不溶物,应过滤后,再取滤液进行下一步操作):另用小烧杯取氯化钡溶液(5.2)加热,在轻轻的搅动下,分批逐滴地滴加温热的氯化钡溶液于试样溶液中,每批5mL,待沉淀下沉后,在上层清液中再滴加几滴,仔细观察沉淀是否完全。当证

实沉淀完全后，再多加大约2mL氯化钡溶液，将溶液稍加搅拌，盖上表面皿，在室温下放置过夜。

8.3 将慢速定量滤纸（6.7）按漏斗角度大小折好，紧贴于漏斗（6.5）内壁，用水润湿，并使漏斗颈内形成水柱，轻轻地置漏斗于漏斗架上，下放受液的清洁烧杯（6.3），并在其口部置一表面皿，然后小心地把沉淀的上层清液沿玻璃棒倾注在漏斗内，再以温热的水倾泻洗涤沉淀3~4次，每次约用10mL。最后取少量滤纸浆（5.5）和沉淀相混，定量地将沉淀和滤纸浆一起转移入漏斗内的滤纸上，并用一小片滤纸擦净杯壁，也放在漏斗内的滤纸上，再用温水洗涤沉淀至无氯离子（ Cl^- ）为止（用10mL离心试管收集滤液约2mL，加2滴 $\text{AgNO}_3\text{-HNO}_3$ 溶液，直到不出现浑浊为止）。

8.4 将盛有沉淀的滤纸折成小包，放入已恒重的坩埚中，经干燥箱内干燥和马弗炉口炭化和灰化后，推入炉膛内，在800℃下灼烧1h，取出稍冷片刻，移入干燥器内冷却，称量，第2次灼烧15min，冷却，再称量，直至恒重（前后两次称量相差小于0.3mg）。

9 结果的表述

硫酸盐含量，以 SO_4^{2-} 计，计算公式如下：

$$\text{SO}_4^{2-}(\text{mg/L}) = \frac{(W_2 - W_1) \times 0.4116 \times 10^5}{V}$$

式中 W_1 ——空坩埚质量，g；

W_2 ——空坩埚及 BaSO_4 质量，g；

V ——渗沥水试样体积，mL；

0.4116—— BaSO_4 转换成 SO_4^{2-} 的换算因数。

10 精密度与准确度

10.1 对硫酸盐含量为800~2500mg/L的渗沥水样品，经5批平行双样测定的相对偏差小于2.5%。

10.2 用含硫酸盐浓度为10099mg/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%。

10.3 分析含1557.20mg/L和2467.95mg/L硫酸盐的渗沥水加标样品，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%。

11 本标准未作规定的按GB11899执行。

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、黄庆玲。

本标准委托上海市环境卫生设计科研所负责解释。