

中华人民共和国国家标准

固体废物 腐蚀性测定 玻璃电极法

GB/T 15555.12—1995

Solid waste—Glass electrode test—
Method of corrosivity

1 主题内容与适用范围

- 1.1 本标准规定了固体废物的腐蚀性,用pH玻璃电极的试验方法。
- 1.2 本标准试验方法适用于固体、半固体的浸出液和高浓度液体的pH的测定。
- 1.2.1 固体废物腐蚀性pH值的测定,采用玻璃电极法。pH的测定范围0~14。

2 定义

本标准所称的固体废物腐蚀性是指单位、个人在生产、经营、生活和其他活动中所产生的固体、半固体和浓度液体,具有下述性质者:

采用指定的标准鉴别方法,或者根据规定程序批准的等效方法,测定其溶液或固体、半固体浸出液的pH值小于、等于2,或者等于、大于12.5,则这种废物即具有腐蚀性。

3 浸出液的制备

3.1 仪器和材料

- 3.1.1 混合容器:容积为2L的带密封塞的高压聚乙烯瓶。
 - 3.1.2 振荡器:往复式水平振荡器。
 - 3.1.3 过滤装置:市售成套过滤器,纤维滤膜孔径为 ϕ 0.45 μm。
 - 3.1.4 蒸馏水或去离子水。
- 3.2 浸出步骤
- 3.2.1 称取100g试样(以干基计),置于浸取用的混合容器中,加水1L(包括试样的含水量)。
 - 3.2.2 将浸取用的混合容器垂直固定在振荡器上,振荡频率调节为110±10次/min,振幅为40mm,在室温下振荡8h,静置16h。
 - 3.2.3 通过过滤装置分离固液相,滤后立即测定滤液的pH值。如果固体废物中干固体的含量小于0.5%(*m/m*)时,则不经过浸出步骤,直接测定溶液的pH值。

注:固体试样风干、磨碎后应能通过 ϕ 5mm的筛孔。

4 测定方法

4.1 原理

用玻璃电极为指示电极,饱和甘汞电极为参比电极组成电池。在25℃条件下,氢离子活度变化10倍,使电动势偏移59.16 mV。仪器上直接以pH的读数表示。许多pH计上有温度补偿装置,可以校正湿度

国家环境保护局 1995-03-28 批准
国家技术监督局

1996-01-01 实施

的差异。为了提高测定的准确度,校准仪器选用的标准缓冲溶液的 pH 值应与试样的 pH 值接近。

4.2 干扰

4.2.1 当废物浸出液的 pH 值大于 10, 钠差效应对测定有干扰, 宜用低(消除)钠差电极, 或者用与浸出液的 pH 值相近的标准缓冲溶液对仪器进行校正。

4.2.2 当电极表面被油质或者粒状物质沾污会影响电极的测定, 应用洗涤剂清洗。或用 1+1 的盐酸溶液除尽残留物, 然后用蒸馏水冲洗干净。

4.2.3 温度影响 pH 值的准确测定。因为, 在不同的温度下电极的电势输出不同, 温度变化也会影响到样品的 pH 值。所以, 必须进行温度的补偿。温度计与电极应同时插入待测溶液中, 在报告测定的 pH 值时同时报告测定时的温度。

5 仪器和材料

5.1 pH 计: 各种型号的 pH 计或离子活度计, 精度 $\pm 0.02\text{pH}$ 。

5.2 玻璃电极, 消除钠差电极。

5.3 参比电极: 甘汞电极、银/氯化银电极或者其他具有固定电势的参比电极。

5.4 磁力搅拌棒、以及用聚四氟乙烯或者聚乙烯等塑料包裹的搅拌棒。

5.5 温度计或有自动补偿功能的温度敏感元件。

6 试剂

6.1 一级标准缓冲剂的盐, 它在很高准确度的场合下使用。由这些盐制备的缓冲溶液需用低电导的、不含二氧化碳的水, 而且这些溶液至少每月更换一次。

6.2 二级标准缓冲溶液, 可用国家认可的标准 pH 缓冲盐, 用低电导率(低于 $2 \mu\text{s}/\text{cm}$)并除去二氧化碳的水配制。

6.3 亦可按下表的配方, 用电导率低于 $2 \mu\text{s}/\text{cm}$, 除去二氧化碳的水配制。

pH 标准液的配制

标准物质	pH(25℃)	1 000毫升水溶液中所含试剂的质量(25℃), g
基本标准		
酒石酸氢钾(25℃饱和)	3.557	6.4 KHC ₃ H ₄ O ₆ ¹⁾
柠檬酸二氢钾	3.776	11.41 KH ₂ C ₆ H ₅ O ₇
邻苯二甲酸氢钾	4.008	10.12 KHC ₈ H ₄ O ₄
磷酸二氢钾	6.865	3.388 KH ₂ PO ₄ ²⁾
磷酸氢二钠		3.533 Na ₂ HPO ₄ ^{21,3)}
磷酸二氢钾	7.413	1.179 KH ₂ PO ₄ ²⁾
磷酸氢二钠		4.302 Na ₂ HPO ₄ ^{21,3)}
四硼酸钠	9.180	3.80 Na ₂ B ₄ O ₇ ·10H ₂ O ³⁾
碳酸氢钠+碳酸钠	10.012	2.092 NaHCO ₃ +2.640Na ₂ CO ₃
辅助标准		
二草酸三氢钾	1.679	12.61 KH ₃ C ₄ O ₆ ·2H ₂ O ⁴⁾
氢氧化钙(25℃饱和)	12.454	1.5 Ca(OH) ₂ ¹⁾

注: 1) 大约浓度。

2) 在 110~130℃ 烘干 2 h。

3) 用新煮沸过并冷却的二次蒸馏水。

4) 烘干温度不可超过 60℃。

7 步骤

7.1 按仪器的使用说明书准备。

7.2 如果样品和标准缓冲液的温差大于 2°C , 测量的 pH 值必须校正。可通过仪器带有的自动或手动补偿装置进行, 也可预先将样品和标准在室温下平衡达到同一温度。记录测定的温度。

7.3 宜选用与样品的 pH 值相差不超过2个 pH 单位的两个溶液(两者相差3个 pH 单位)校准仪器。用第一个标准溶液定位后, 取出电极, 彻底冲洗干净, 并用滤纸吸去水分。再浸入第二个标准溶液进行校核, 其值应在标准的允许差范围内。否则就该检查仪器、电极或标准溶液是否有问题。当校核无问题时方可测定样品。

7.4 如果在现场测定流体或半固体的流体(如稀泥、薄浆等)的 pH 值, 电极可直接插入样品, 其深度适当并可移动, 保证有足够的样品通过电极的敏感元件。

7.5 对块状或颗粒状的物料, 则取其浸出液(制备方法参见3)进行测定。

将样品或标准溶液倾倒入清洁烧杯中, 其液面应高于电极的敏感元件, 放入搅拌子, 将清洁干净的电极插入烧杯中, 以缓和、固定的速率搅拌或摇动使其均匀, 待读数稳定后记录其 pH 值。应重复测定2~3次直到其 pH 值变化小于 0.1pH 单位。

8 数据处理与报告

8.1 每个样品至少做3个平行试验, 其标准差不得超过 $\pm 0.15\text{pH}$ 单位, 取算术平均值报告试验结果。

8.2 当标准差超过规定范围时, 必须分析并报告原因。

附录 A
注意事项
(参考件)

- A1 浸出液的制备国家标准颁布后,执行国家标准。
 - A2 可用复合电极。新的、长期未用的复合电极或玻璃电极在使用前应在蒸馏水中浸泡24 h 以上。用毕冲洗干净,浸泡在水中。
 - A3 甘汞电极的饱和氯化钾液面,必须高于汞体,并有适量氯化钾晶体存在,以保证氯化钾溶液的饱和。使用前必须先拔掉上孔胶塞。
 - A4 每次测定样品之前应充分冲洗电极,并用滤纸吸去水分,或用试样冲洗电极。
-

附加说明:

本标准由国家环保局科技标准司提出。
本标准由中国环境监测总站负责起草。
本标准主要起草人王素芳。
本标准委托中国环境监测总站负责解释。