



中华人民共和国国家标准

GB/T 33891—2017

绿化用有机基质

Organic media for greening

2017-07-12 发布

2018-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 绿化用有机基质分类	2
5 产品质量要求	2
6 应用要求	5
7 检测方法	6
8 检验规则	8
9 标识	9
10 包装、运输和贮存	9
附录 A (规范性附录) 基质粒径的测定 筛分法	10
附录 B (规范性附录) 杂物的测定 质量法	11
附录 C (规范性附录) pH 的测定 水饱和浸提-电位法	12
附录 D (规范性附录) EC 值的测定 水饱和浸提-电导率法	13
附录 E (规范性附录) 有效磷的测定 双酸/碳酸氢钠浸提-钒钼酸铵比色法	14
附录 F (规范性附录) 有效磷、速效钾的测定 AB-DTPA 浸提-电感耦合等离子体发射光谱法	16
附录 G (规范性附录) 干密度、湿密度和非毛管孔隙度的测定 环刀法	18
附录 H (规范性附录) 可溶性氯的测定 水饱和浸提-硝酸银滴定法	20
附录 I (规范性附录) 可溶性钠的测定 水饱和浸提-电感耦合等离子体发射光谱法	21
附录 J (规范性附录) 总镉、总铅、总铬、总砷、总镍、总铜、总锌、总银、总钒、总钴和总钼的测定 三酸消解-电感耦合等离子体发射光谱法	23
附录 K (规范性附录) 总汞的测定 氢化物发生-原子吸收分光光度计法或电感耦合等离子体 发射光谱法	26
参考文献	28

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家林业局提出并归口。

本标准起草单位：上海市园林科学规划研究院、上海辰山植物园、上海临港漕河泾生态环境建设有限公司、重庆市风景园林科学研究院。

本标准主要起草人：方海兰、郝冠军、周建强、伍海兵、陈国霞、梁晶、彭红玲、王宝华、徐福银、王若男、朱丽、王贤超、赵晓艺、刘明星、胡佳麒。

绿化用有机基质

1 范围

本标准规定了绿化用有机基质的术语和定义、分类、产品质量要求、应用要求、检测方法、检验规则、标识以及包装、运输和贮存。

本标准适用于以农林、餐厨、食品和药品加工等有机废弃物为主要原料，可添加少量畜禽粪便等辅料，经堆置发酵等无害化处理后，粉碎、混配形成的绿化用有机基质。

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 5085.1 危险废物鉴别标准 腐蚀性鉴别
- GB 5085.2 危险废物鉴别标准 急性毒性鉴别
- GB 5085.3 危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别
- GB 5085.4 危险废物鉴别标准 易燃性鉴别
- GB 5085.5 危险废物鉴别标准 反应性鉴别
- GB 5085.6 危险废物鉴别标准 毒性物质含量鉴别
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 7959—2012 粪便无害化卫生要求
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 8569 固体化学肥料包装
- GB/T 8576 复混肥料中游离水含量的测定 真空烘箱法
- GB/T 17136 土壤质量 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法
- GB/T 17138 土壤质量 铜、锌的测定 火焰原子吸收分光光度法
- GB/T 17139 土壤质量 镍的测定 火焰原子吸收分光光度法
- GB/T 17141 土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法
- GB 18382 肥料标识 内容和要求
- GB/T 22105.2 土壤质量 总汞、总砷、总铅的测定 原子荧光法 第2部分：土壤中总砷的测定
- GB/T 23486 城镇污水处理厂污泥处置 园林绿化用泥质
- HJ 491 土壤 总铬的测定 火焰原子吸收分光光度法
- LY/T 1228 森林土壤氮的测定
- LY/T 1234 森林土壤钾的测定
- LY/T 1239 森林土壤 pH 值的测定
- LY/T 1246 森林土壤交换性钾和钠的测定
- LY/T 1251 森林土壤水溶性盐分分析
- NY 525—2012 有机肥料
- NY/T 496 肥料合理使用准则 通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

有机改良基质 organic amelioration media

以有机成分为主的用于改善土壤物理和(或)化学性质,及(或)生物活性且无副作用的有机物料。

3.2

绿化用有机基质 organic media for greening

以农林、餐厨、食品和药品加工等有机废弃物为主要原料,可少量添加自然生成或人工固体物质,能固定植物、保水保肥、透气良好、性质稳定、无毒性、质地轻、离子交换量高、有适宜的碳氮比、pH 值易于调节,适合绿化植物生长的固体物质。

3.3

农林有机废弃物 organic waste from agricultural and forestry

农业和林业生产、加工中产生的废弃植物、核桃壳、木屑、椰糠、蔬菜果皮、糠皮、麦麸、稻壳、玉米芯、花生壳、作物秸秆、芦苇末等植物性物质。

3.4

食品和药品加工有机废弃物 organic wastes from food and pharmaceutical processing

食品和药品加工厂在生产过程中产生的蔗渣、糟渣、醋渣、糖渣、中药渣等有机的固体下脚料。

3.5

干密度 dry bulk density

单位体积绿化基质的烘干重,单位为兆克每立方米(Mg/m^3)。

3.6

湿密度 wet bulk density

绿化基质在饱和持水状态下,单位体积基质重量,单位为兆克每立方米(Mg/m^3)。

3.7

非毛管孔隙度 non-capillary porosity

通气孔隙度 aeration porosity

绿化基质中直径大于 0.1 mm 的孔隙占基质总体积的比例,用百分率(%)表示。

3.8

杂物 sundries

绿化基质中残留的玻璃、塑料、金属、橡胶、石块、织物、建筑垃圾等不易分解的物质。

4 绿化用有机基质分类

绿化用有机基质主要用途是作为栽培基质或改良绿化土壤,部分或全部替代泥炭或自然土壤用于绿化植物种植。根据不同的绿化用途,绿化用有机基质可分为三种类型:

- 作为土壤改良用的有机改良基质;
- 作为扦插或育苗用基质;
- 作为盆栽、花坛、屋顶、绿地或林地用的栽培基质。

5 产品质量要求

5.1 一般要求

绿化用有机基质一般应经过堆肥发酵等无害化处理,性质应稳定。

5.2 外观和嗅觉

绿化用有机基质应质地疏松、无结块、无明显异臭味和可视杂物，颜色一般应为棕色或褐色。

5.3 技术指标

不同绿化用途的有机基质应符合表1的规定。

表1 不同绿化用途有机基质的技术指标

项目			不同用途			
			有机改良基质	扦插或育苗基质	栽培基质	
					盆栽、花坛、屋顶用	绿地、林地用
粒径(质量分数)/%			$W_{d \leq 5} \geq 80$	$W_{d \leq 5} \geq 95$	$W_{d \leq 5} \geq 90$	$W_{d \leq 5} \geq 80$
杂物(质量分数)/%	石块	$W_{d > 5} \leq 5$ $W_{d > 5} = 0$	$W_{d > 5} \leq 2$ $W_{d > 5} = 0$	$W_{d > 5} \leq 3$ $W_{d > 5} = 0$	$W_{d > 5} \leq 5$ $W_{d > 5} = 0$	
		塑料	$W_{d > 5} \leq 0.5$	$W_{d > 5} \leq 0.1$	$W_{d > 5} \leq 0.1$	$W_{d > 5} \leq 0.5$
	玻璃、金属等	$W_{d > 5} \leq 2$	$W_{d > 5} \leq 0.5$	$W_{d > 5} \leq 1$	$W_{d > 5} \leq 2$	
pH	水饱和浸提	可在 4.0~9.5 内调整	4.5~7.8	4.5~8.0	可在 4.0~9.5 内调整	
	10:1 水土比法	可在 4.0~9.5 内调整	5.0~7.6	4.5~7.8	可在 4.0~9.5 内调整	
EC 值/ (mS/cm)	水饱和浸提法	≤ 12.0	≤ 2.5	≤ 10.0	≤ 12.0	
	10:1 水土比法	0.5~3.5	≤ 0.65	0.30~1.5	0.30~3.0	
含水量(质量分数)/%			≤ 40	≤ 40	≤ 40	≤ 40
有机质(质量分数)/%			≥ 35	—	≥ 30	≥ 25
养分 (以干基计)	总养分 ^b (总氮+总磷+总钾)(质量分数)/%		≥ 2.5	—	≥ 1.8	≥ 1.5
	速效养分 ^c / (mg/kg)	水解性氮	$\leq 3\ 000$	≤ 500	$\leq 1\ 500$	$\leq 2\ 000$
		有效磷	$\leq 1\ 200$	≤ 400	≤ 800	$\leq 1\ 000$
		速效钾	$\leq 4\ 000$	$\leq 1\ 000$	$\leq 2\ 000$	$\leq 3\ 000$
干密度/(Mg/m ³)			0.1~1.2 ^d	<0.5	0.1~1.0 ^d (屋顶绿化用<0.5)	0.1~1.0
湿密度/(Mg/m ³)			≤ 1.3	≤ 0.8	≤ 1.2 (屋顶绿化用<0.8)	≤ 1.3
非毛管孔隙度/%			≥ 15	≥ 20	≥ 20	≥ 15
发芽指数/%			—	≥ 95	≥ 80	≥ 65
^a 小苗或对盐分敏感的植物根系周围 EC 值:水饱和浸提法宜小于 2.5 mS/cm;10:1 水土比法宜小于 0.65 mS/cm。						
^b 总养分:总氮以 N 计;总磷以 P ₂ O ₅ 计;总钾以 K ₂ O 计;总养分(N+P ₂ O ₅ +K ₂ O)>4%时,有机基质用量不应超过使用比例的 20%(体积比)。						
^c 速效养分:水解氮以 N 计;有效磷以 P 计;速效钾以 K 计。						
^d 若种植高大乔灌木,应控制有机基质用量以确保其固定土层的干密度大于或等于 1.0 Mg/m ³ ,而对一般的花卉或小灌木的短期种植可以提高有机基质使用比例或全部用有机基质种植。						

5.4 安全指标

5.4.1 卫生防疫

绿化用有机基质应用于与人群接触比较多的绿地、涵养水源地、生态敏感区域时,其卫生防疫安全指标应符合表2的规定。

表2 绿化用有机基质卫生防疫安全指标

控制项目	指标
蛔虫卵死亡率/%	≥ 95
粪大肠菌群菌值	$\geq 10^{-2}$
沙门氏菌	不得检出

5.4.2 潜在毒害元素

绿化用有机基质潜在毒害元素含量应符合表3的规定。

表3 绿化用有机基质潜在毒害元素含量限值

控制项目	指标
可溶性氟*/(mg/L)	$\leq 1\ 500$
可溶性钠*/(mg/L)	$\leq 1\ 000$
* 水饱和浸提液测定。	

5.4.3 重金属控制

绿化用有机基质重金属控制指标应根据应用所在地与人群接触密切程度和绿地对土壤环境质量要求确定,并应符合下列规定:

- 应用于开放绿地、庭院绿化、园艺栽培等与人群接触较多的绿化种植,重金属含量应符合表4中Ⅰ级的规定;
- 应用于封闭绿地、高速公路或造林等与人群接触较少的绿化种植,重金属含量应符合表4中Ⅱ级的规定;
- 应用于废弃矿地、污染土壤修复地等潜在重金属严重污染区域或其景观植被恢复工程,重金属含量应符合表4中Ⅲ级的规定;
- 应用地土壤pH<6.5时,相应的绿化用有机基质重金属含量应按高一级的限值要求。

表4 绿化用有机基质重金属含量限值

序号	控 制 项 目	限 值		
		Ⅰ级	Ⅱ级	Ⅲ级
1	总镉(以干基计)/(mg/kg) $\leq$	1.5	3.0	5.0
2	总汞(以干基计)/(mg/kg) $\leq$	1.0	3.0	5.0
3	总铅(以干基计)/(mg/kg) $\leq$	120	300	400

表 4 (续)

序号	控 制 项 目	限 值		
		I 级	II 级	III 级
4	总铬(以干基计)/(mg/kg) ≤	70	200	300
5	总砷(以干基计)/(mg/kg) ≤	10	20	35
6	总镉(以干基计)/(mg/kg) ≤	60	200	250
7	总铜(以干基计)/(mg/kg) ≤	150	300	500
8	总锌(以干基计)/(mg/kg) ≤	300	1 000	1 800
9	总银(以干基计)/(mg/kg) ≤	10	20	30
10	总钒(以干基计)/(mg/kg) ≤	100	150	300
11	总钼(以干基计)/(mg/kg) ≤	50	100	300
12	总硼(以干基计)/(mg/kg) ≤	20	20	40

5.4.4 用作主要原料的有机废弃物危险性鉴别

依据 GB 5085.1~GB 5085.6 进行鉴别,应不具有腐蚀性、毒性、易燃性、反应性等任何一种危险特性。其中依据 GB 5085.3 进行浸出毒性鉴别时,对铜(以总铜计)和锌(以总锌计)指标不做要求。

5.4.5 其他安全要求

不应在产品中人为添加染色剂、着色剂,以及对环境造成危害的激素等添加物;若添加植物生长激素,应在包装容器上标明,否则不得检出。

6 应用要求

6.1 有机基质的 pH 范围

酸性改良基质一般用于喜酸性土壤的植物种植或碱性土壤改良;中性改良基质一般用于喜中性土壤的植物种植或中性土壤改良或对 pH 没有特殊要求的植物和土壤;碱性改良基质一般用于喜碱性土壤的植物种植或酸性土壤改良;不同用途有机基质的 pH 应符合表 5 的规定。

表 5 有机基质的 pH 要求

项 目		改良基质种类		
		酸性改良基质	中性改良基质	碱性改良基质
pH	水饱和浸提	$4.5 < \text{pH} \leq 6.5$	$6.5 < \text{pH} \leq 7.8$	$7.8 < \text{pH} \leq 9.5$
	10:1 水土比法	$4.5 < \text{pH} \leq 6.5$	$6.5 < \text{pH} \leq 7.5$	$7.5 < \text{pH} \leq 9.3$

6.2 用作土壤改良的有机基质用量

6.2.1 根据种植植物种类,可以参考以下体积比混匀使用有机基质:

- a) 用于草花、草坪种植,可按有机基质 10%~100%的体积比混匀;

b) 用于灌木种植:可按有机基质 10%~80% 的体积比混匀;

c) 用于乔木种植:可按有机基质 10%~35% 的体积比混匀。

6.2.2 根据原土性质,可以参考以下体积比混匀使用有机基质:

a) 用于地表土改良,可按有机基质 10%~50% 的体积比混匀;

b) 土壤质地黏重或贫瘠,可适当增加有机基质用量。

6.2.3 有机基质用量可参考表 6 中有机基质的不同盐分含量设置其施用比例。其中,用于盐碱地土壤改良的有机基质,其盐分含量的水饱和浸提法宜控制在 8 mS/cm 以内,10:1 水土比法宜控制在 2.0 mS/cm 以内。

表 6 不同盐分含量的有机基质用量比例

EC 值/(mS/cm) (水饱和浸提法)	对盐分敏感植物	耐盐植物
≤ 1.25	无限制	无限制
$1.25 < \text{EC 值} \leq 2.5$	$< 60\%$	无限制
$2.5 < \text{EC 值} \leq 5$	$< 40\%$	$< 80\%$
$5 < \text{EC 值} \leq 8$	$< 20\%$	$< 50\%$
$8 < \text{EC 值} \leq 10$	禁止使用	$< 30\%$
$10 < \text{EC 值} \leq 12$	禁止使用	$< 15\%$
$\text{EC 值} > 12$	禁止使用	禁止使用

6.3 用作有机肥料的有机基质养分要求

应符合 NY 525—2012 和 NY/T 496 的有关规定。

7 检测方法

检测分析方法按表 7 执行。

表 7 检测分析方法

序号	项目	检测方法	方法来源
1	粒径	筛分法	见附录 A
2	杂物	质量法	见附录 B
3	pH	电位法(10:1 水土比)	LY/T 1239
		电位法(水饱和浸提)	见附录 C
4	EC 值	电导率法(10:1 水土比)	LY/T 1251
		电导率法(水饱和浸提)	见附录 D
5	含水量	真空烘干法	GB/T 8576
6	有机质	重铬酸钾容量法(100 ℃水浴)	NY 525—2012
7	总氮(以 N 计)	蒸馏法	NY 525—2012

表 7 (续)

序号	项目	检测方法	方法来源
8	总磷(以 P_2O_5 计)	钼钼酸铵比色法	NY 525—2012
9	总钾(以 K_2O 计)	火焰光度计法	NY 525—2012
10	水解性氮(以 N 计)	碱解-扩散法	LY/T 1228
11	有效磷(以 P 计)	双酸/碳酸氢钠浸提-钼钼酸铵比色法	见附录 E
		AB-DTPA 浸提-等离子体发射光谱法	见附录 F
12	速效钾(以 K 计)	水饱和浸提-火焰光度计法	LY/T 1234
		AB-DTPA 浸提-等离子体发射光谱法	见附录 F
13	密度(干、湿)	环刀法	见附录 G
14	非毛管孔隙度	环刀法	见附录 G
15	发芽指数	生物毒性法	GB/T 23486
16	蛔虫卵死亡率	沉淀法	GB 7959—2012 附录 E
17	粪大肠菌群菌值	发酵法	GB 7959—2012 附录 D
18	沙门氏菌	培养基计数法	GB 7959—2012 附录 C
19	可溶性氟	水饱和浸提-硝酸银滴定法	见附录 H
20	可溶性钠	水饱和浸提-等离子体发射光谱法	见附录 I
		水饱和浸提-火焰光度计法	LY/T 1246
21	总镉	石墨炉原子吸收分光光度法	GB/T 17141
		三酸消解-等离子体发射光谱法	见附录 J
22	总汞	冷原子吸收分光光度法	GB/T 17136
		氢化法	见附录 K
23	总铅	石墨炉原子吸收分光光度法	GB/T 17141
		三酸消解-等离子体发射光谱法	见附录 J
24	总镉	火焰原子吸收分光光度法	HJ 491
		三酸消解-等离子体发射光谱法	见附录 J
25	总砷	原子荧光法	GB/T 22105.2
		三酸消解-等离子体发射光谱法	见附录 J
26	总镍	火焰原子吸收分光光度法	GB/T 17139
		三酸消解-等离子体发射光谱法	见附录 J
27	总铜	火焰原子吸收分光光度法	GB/T 17138
		三酸消解-等离子体发射光谱法	见附录 J
28	总锌	火焰原子吸收分光光度法	GB/T 17138
		三酸消解-等离子体发射光谱法	见附录 J
29	总银	三酸消解-等离子体发射光谱法	见附录 J
30	总钒	三酸消解-等离子体发射光谱法	见附录 J

表 7 (续)

序号	项目	检测方法	方法来源
31	总铅	三酸消解-等离子体发射光谱法	见附录 J
32	总铜	三酸消解-等离子体发射光谱法	见附录 J
33	腐蚀性鉴别	pH 值测定 对钢材腐蚀速率测定	GB 5085.1
34	急性毒性鉴别	口服毒性半数致死量测定 皮肤接触毒性半数致死量测定 吸入毒性半数致死量测定	GB 5085.2
35	浸出毒性鉴别	电感耦合等离子体原子发射光谱法 电感耦合等离子体质谱法 石墨炉原子吸收光谱法 火焰原子吸收光谱法 原子荧光法 离子色谱法 气相色谱法 高效液相色谱法 气相色谱/质谱法 高效液相色谱/热喷雾/质谱或紫外法 热提取气相色谱/质谱法 平衡顶空法	GB 5085.3
36	易燃性鉴别	液态、固态、气态易燃性鉴别	GB 5085.4
37	反应性鉴别	爆炸性鉴别 与水或酸接触产生易燃气体或有毒气体鉴别 废弃氧化剂或有机过氧化物鉴别	GB 5085.5
38	毒性物质含量鉴别	高效液相色谱法 衍生/固相提取/液质联用法 高效液相色谱紫外法 气相色谱法 高效液相色谱/柱后衍生荧光法 固相提取/高效液相色谱紫外分析法 红外光谱法 高分辨气相色谱/高分辨质谱法	GB 5085.6

8 检验规则

8.1 产品质量指标的合格判断应符合 GB/T 8170 中修约值比较法的规定。

8.2 绿化用有机基质技术指标应每批次进行检验。

8.3 安全指标中的卫生防疫、重金属指标、用作主要原料的有机废弃物危险性鉴别、其他安全要求为型式检验项,有下列情况时应检验:

a) 正式生产时,原料、配方和工艺等发生变化;

- b) 正式生产时,不定期或保存半年以上,应进行一次周期性检验;
- c) 有特殊情况提出型式检验的要求时。

8.4 产品合格判定规则:

- a) 检验结果中 pH、EC 值、有机质、发芽指数、潜在毒害元素和重金属中有一项指标不符合第 5 章对应产品质量要求时,则整批有机基质作不合格处理。
- b) 若其他指标的检验结果出现不合格项,应进行加倍采样复检;若复检结果合格,则判定为合格;若复检结果仍出现不合格项,则判定该批次产品不合格。

9 标识

绿化用有机基质产品的标识除按 GB 18382 的有关规定执行外,包装袋上应注明产品名称、商标、净体积、规范号、保质期、企业名称、生产日期和厂址;堆肥产品还应注明养分总含量;添加特殊材料的有机基质产品还应注明所添加材料的名称、含量、使用方法和作用机理。

10 包装、运输和贮存

- 10.1 产品应包装牢固,袋口应密封,并应符合 GB/T 8569 的有关规定。
- 10.2 产品包装袋宜用易降解或可回收再利用的包装袋,应避免对环境污染。
- 10.3 产品运输途中应避免日晒雨淋和被有毒有害物质污染。
- 10.4 产品应贮存于阴凉、通风、干燥的仓库内;并防止被有毒有害物质污染。
- 10.5 开封后应尽快使用。

附 录 A
(规范性附录)
基质粒径的测定 筛分法

A.1 仪器

A.1.1 标准筛：孔径为 5 mm、15 mm 的筛子，附筛子盖和底盘。

A.1.2 天平：感量 0.01 g。

A.2 分析步骤

称取风干基质 100 g~200 g，精确到 0.01 g，记录试样重($m_{\text{总}}$)；然后将基质放在规定孔径的筛子上，进行人工筛分，最后将留在筛孔上的样品进行称重(三个重复)。

A.3 分析结果计算

不同粒径含量以质量分数(%)表示，按式(A.1)或式(A.2)计算：

$$w_{\leq 5\text{ mm}} = (m_{\text{总}} - m_{>5\text{ mm}}) / m_{\text{总}} \times 100\% \quad \text{..... (A.1)}$$

$$w_{\leq 15\text{ mm}} = (m_{\text{总}} - m_{>15\text{ mm}}) / m_{\text{总}} \times 100\% \quad \text{..... (A.2)}$$

式中：

$w_{\leq 5\text{ mm}}$ ——表示基质中粒径小于 5 mm 的质量分数；

$w_{\leq 15\text{ mm}}$ ——表示基质中粒径小于 15 mm 的质量分数；

$m_{\text{总}}$ ——基质的总质量，单位为克(g)；

$m_{>5\text{ mm}}$ ——未通过 5 mm 筛孔的基质质量，单位为克(g)；

$m_{>15\text{ mm}}$ ——未通过 15 mm 筛孔的基质质量，单位为克(g)。

所得结果应表示至两位小数。

A.4 允许差

A.4.1 取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

A.4.2 平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

附 录 B
(规范性附录)
杂物的测定 质量法

B.1 仪器

B.1.1 标准筛:孔径为 2 mm 和 5 mm 的筛子,附筛子盖和底盘。

B.1.2 天平:感量 0.01 g。

B.2 分析步骤

称取风干基质 100 g~200 g,精确到 0.01 g,记录试样重($m_{\text{总}}$);分别用 5 mm 或 2 mm 的筛子筛分,然后将留在筛孔上的基质平摊,将其中杂物按石块、塑料、玻璃、金属等不同杂物种类分别称重、记录,求出每一组成的质量分数(三个重复)。

B.3 分析结果计算

杂物含量以质量分数(%)表示,按式(B.1)或式(B.2)计算:

$$w_{>2\text{ mm}} = m_{\text{石}} / m_{\text{总}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

$$w_{>5\text{ mm}} = m_{\text{石}} / m_{\text{总}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{B.2})$$

式中:

$w_{>2\text{ mm}}$ ——表示基质中粒径大于 2 mm 杂物的质量分数;

$w_{>5\text{ mm}}$ ——表示基质中粒径大于 5 mm 杂物的质量分数;

$m_{\text{石}}$ ——某种杂物的质量,单位为克(g);

$m_{\text{总}}$ ——基质的总质量,单位为克(g)。

所得结果应表示至两位小数。

B.4 允许差

B.4.1 取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

B.4.2 平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

附录 C

(规范性附录)

pH 的测定 水饱和浸提-电位法

C.1 仪器

C.1.1 酸度计:测量范围 0~14;精度:0.01 级。

C.1.2 电极:玻璃电极、饱和甘汞电极、温度补偿电极或 pH 复合电极。

C.1.3 天平:感量 0.01 g。

C.2 试剂

C.2.1 pH 4.01 标准缓冲液:购买仪器供应商标液、购买带 CMC 标识标准缓冲液或自行配制。

C.2.2 pH 7.00 标准缓冲液:购买仪器供应商标液、购买带 CMC 标识标准缓冲液或自行配制。

C.2.3 pH 10.01 标准缓冲液:购买仪器供应商标液、购买带 CMC 标识标准缓冲液或自行配制。

C.2.4 去离子水:去离子水应符合 GB/T 6682 的规定。

C.3 测定步骤

C.3.1 待测糊状物的制备

称取一定量通过 2 mm 筛孔的基质于 250 mL 高型烧杯中,加入适量的去离子水,用刮勺搅动混成水分饱和糊状物,至没有游离水出现并在光下有光亮现象,室温静置 1 h 以上或过夜待测 pH。在放置过程中糊状物有显著变硬或失去光泽现象,应添加水重新混合;若在放置过程中样品表面有游离水出现,或糊状物太潮湿则应添加基质重新混合。

C.3.2 仪器的校正

用 pH 的标准缓冲液分别校正仪器,使标准缓冲液的值与仪器标度上的值相一致。待标定结束仪器稳定后,用校准好的仪器对标准缓冲液进行回测,使测得值与标准值控制在误差范围内,如超过规定允许差,则需检查仪器、仪器电极或标准溶液是否有问题。当仪器校准无误且仪器稳定后,方可进行样品测定。

C.3.3 测定

pH 计校正后,将电极插入待测糊状物中,测 pH 值。样品测完后,即用水冲洗电极,并用干滤纸将水吸干。

C.4 结果计算

pH 可直接读数,不需换算。

C.5 允许差

pH 值两次称样平行测定结果允许差为 ± 0.1 pH。

附录 D

(规范性附录)

EC 值的测定 水饱和浸提-电导率法

D.1 仪器

D.1.1 电导仪:测量范围 0 mS/cm~2 000 mS/cm;精度:1.0 级。

D.1.2 布氏漏斗。

D.1.3 天平:感量 0.01 g。

D.1.4 真空抽滤泵或电动吸引器。

D.2 试剂

D.2.1 标准 KCl 溶液:购买仪器供应商标准溶液、购买带 CMC 标识标准溶液或自行配制标准 KCl 溶液。

D.2.2 去离子水:去离子水应符合 GB/T 6682 的规定。

D.3 测定步骤

D.3.1 待测液的制备

称取一定量通过 2 mm 筛孔的有机基质于 250 mL 高型烧杯中,加入适量的去离子水,用刮勺搅动混成水分饱和的糊状物,至没有游离水出现并在光下有光亮现象,室温静置 4 h 以上或过夜。在放置过程中糊状物有显著变硬或失去光泽现象,应加水重新混合;若在放置过程中样品表面有游离水出现或糊状物太潮湿则应添加基质重新混合。之后用真空抽滤泵或电动吸引器抽取滤液待测 EC 值。

D.3.2 仪器的校正

用电导率的标准溶液分别校正仪器,使标准溶液的值与仪器标度上的值相一致。待标定结束仪器稳定后,用校准好的仪器对标准溶液进行回测,使测得值与标准值控制在误差范围内,如超过规定允许差,则需检查仪器、仪器电极或标准溶液是否有问题。当仪器校准无误且仪器稳定后,方可进行样品测定。

D.3.3 测定

电导仪校正后,将电极插入待测液中,测 EC 值。每份样品测完后,即用水冲洗电极,并用干滤纸将水吸干。

D.4 结果计算

一般 EC 可直接读数,不需换算。

D.5 允许差

EC 值两次称样平行结果允许相对偏差为 $\pm 15\%$ 。

附录 E

(规范性附录)

有效磷的测定 双酸/碳酸氢钠浸提-钒钼酸铵比色法

E.1 双酸浸提法(适用于酸性、中性有机基质测定)

E.1.1 仪器

E.1.1.1 天平:感量 0.01 g。

E.1.1.2 双光束紫外-可见分光光度计。

E.1.1.3 温控振荡器。

E.1.2 试剂

E.1.2.1 双酸浸提剂 [$c(\text{HCl})=0.05 \text{ mol/L}$ 和 $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.025 \text{ mol/L}$]:吸取 4.0 mL 浓盐酸及 0.7 mL 浓硫酸于有水的 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度。E.1.2.2 浓硝酸: ρ 约 1.42 g/mL,69%,分析纯。E.1.2.3 浓硫酸: ρ 约 1.84 g/mL,98%,分析纯。E.1.2.4 浓盐酸: ρ 约 1.19 g/mL,38%,分析纯。

E.1.2.5 氢氧化钠溶液:质量分数为 10% 的溶液。

E.1.2.6 稀硫酸:体积分数为 5% 的溶液。

E.1.2.7 无磷活性炭。

E.1.2.8 钒钼酸铵试剂:

A 液:称取 25.0 g 钼酸铵溶于 400 mL 水中。

B 液:称取 1.25 g 偏钒酸铵溶于 300 mL 沸水中,冷却后加 250 mL 浓硝酸,冷却。

在搅拌下将 A 液缓缓注入 B 液中,用水稀释至 1 L,混匀,贮于棕色瓶中。

E.1.2.9 磷标准溶液(50 mg/L):称取 0.219 5 g 经 105 °C 烘干 2 h 的磷酸二氢钾(基准试剂),用水溶解后,转入 1 L 容量瓶中,加入 5 mL 浓硫酸,冷却后用水定容至刻度。或购买有证标准溶液。

E.1.3 分析步骤

E.1.3.1 待测液的制备:称取 5.0 g(精确到 0.01 g)过 2 mm 筛的有机基质样品于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 双酸浸提剂,振荡 5 min 过滤后待用。

E.1.3.2 测定:吸取待测液 2 mL~10 mL 于 50 mL 比色管中,加 1 滴 2,4-二硝基酚指示剂,用稀硫酸和氢氧化钠溶液调节 pH 至刚呈现黄色。用钒钼酸铵比色法测磷(同 NY 525—2012 中 5.4.4.3),如待测液颜色过深,则需加无磷活性炭进行脱色处理。同时做空白实验。

E.1.3.3 工作曲线:同 NY 525—2012 中 5.4.4.4。

E.1.4 结果计算

有效磷含量以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(E.1)计算:

$$w_p = \frac{(c - c_0) \times V \times t_s}{m \times k} \quad \dots\dots\dots (E.1)$$

式中:

 w_p ——磷的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

- c ——由工作曲线查得磷的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 c_0 ——空白溶液中待测元素的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
 V ——显色体积,单位为毫升(mL);
 t_s ——分取倍数;
 m ——样品的质量,单位为克(g);
 k ——将样品换算成烘干样品的系数。

E.1.5 允许差

两次称样平行测定结果允许相对偏差为 $\pm 15\%$ 。

E.2 碳酸氢钠浸提法(适用于碱性有机基质测定)

E.2.1 仪器

同 E.1.1。

E.2.2 试剂

E.2.2.1 碳酸氢钠浸提剂(0.5 mol/L 碳酸氢钠溶液, pH=8.5):称取 42.0 g 碳酸氢钠(分析纯)于烧杯中,加水至近 1 L,用氢氧化钠溶液调至 pH=8.5,定容至 1 L。

E.2.2.2 其他试剂同 E.1.2.2~E.1.2.3、E.1.2.5~E.1.2.9。

E.2.3 分析步骤

E.2.3.1 待测液的制备:称取 5.0 g(精确到 0.01 g)过 2 mm 筛的有机基质样品于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 碳酸氢钠浸提剂,25 $^{\circ}\text{C}$ $\pm$ 1 $^{\circ}\text{C}$ 下震荡 30 min 过滤后待用。

E.2.3.2 测定:吸取待测液 2 mL~10 mL 于 50 mL 比色管中,加 1 滴 2,4-二硝基酚指示剂,用稀硫酸和氢氧化钠溶液调节 pH 至刚呈现黄色,中和时有强烈气泡产生,应一滴一滴地边加边摇,不应使二氧化碳溢出。无气泡产生后方可用钒钼酸铵比色法测磷(同 NY 525—2012 中 5.4.4.3),如待测液颜色过深,则需加无磷活性炭进行脱色处理。同时做空白实验。

E.2.3.3 工作曲线:同 NY 525—2012 中 5.4.4.4(同 E.2.3.2 显色,防止二氧化碳溢出)。

E.2.4 结果计算

同 E.1.4。

E.2.5 允许差

同 E.1.5。

附录 F
(规范性附录)

有效磷、速效钾的测定 AB-DTPA 浸提-电感耦合等离子体发射光谱法

F.1 仪器

F.1.1 天平;感量 0.01 g。

F.1.2 温控振荡器。

F.1.3 电感耦合等离子体发射光谱仪。

F.1.4 气体——高纯氩气(99.99%)。

F.2 试剂

F.2.1 AB-DTPA 浸提液(pH7.6 的 1.0 mol/L 碳酸氢铵-0.005 mol/L 二乙三胺五乙酸(DTPA 提取液);在约 800 mL 蒸馏水中加 1:1 氨水 2 mL,然后加入 1.97 g DTPA,待大部分 DTPA 溶解后,加入 79.06 g 碳酸氢铵,轻轻搅拌至溶解,在 pH 计上用氨水或硝酸(1:1)调节 pH 至 7.6 后,定容到 1 L 容量瓶,摇匀后待用)。碳酸氢铵、二乙三胺五乙酸、氨水和硝酸均为优级纯。

F.2.2 蒸馏水;实验室二级水,应符合 GB/T 6682 的规定。

F.3 测定步骤

F.3.1 待测液的制备

F.3.1.1 基质 AB-DTPA 浸提液

F.3.1.1.1 称取 5 g(精确到 0.01 g)过 2 mm 筛的风干基质于三角瓶中,加入 50 mL 浸提液在 25 °C 下振荡 15 min(180 r/min),然后用中速滤纸过滤并收集滤液(弃去最初的几毫升)。

F.3.1.1.2 在三角瓶中加 0.25 mL 浓 HNO₃ 再小心加入 2.5 mL 滤液或待测元素的标准溶液,振荡 15 min(不加塞)以驱除 CO₂。

F.3.2 多元素混合标准曲线的制备

F.3.2.1 多元素混合标准贮存液(100 mg/L)的配置:取适当体积的标准元素制备液于容量瓶中,用酸化的 AB-DTPA 稀释至 100 mL。将混合标准液转入预先准备好的氟化乙丙稀瓶(聚乙烯或者聚丙烯瓶)中储存,为避免储存过程中的浓度变化,宜现配现用。

F.3.2.2 标准曲线的配制:移取适量的混合标准贮存液至 100 mL 容量瓶中,用酸化的 AB-DTPA 稀释定容至 100 mL,待测。

F.3.3 样品测定

吸取待测样适量,用电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)进行测定;当样品含量超过标准曲线时,将待测样稀释后再测定。

F.4 结果计算

元素含量以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(F.1)计算:

$$w_s = \frac{c \times V \times t_s}{m \times k} \dots\dots\dots (F.1)$$

式中:

w_s ——有效磷或速效钾的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——待测液中元素的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——浸提液体积,单位为毫升(mL);

t_s ——分取倍数;

m ——样品质量,单位为克(g);

k ——将风干土换算到烘干土的水分换算系数。

F.5 允许差

两次称样平行测定结果允许相对偏差为±15%。

附录 G

(规范性附录)

干密度、湿密度和非毛管孔隙度的测定 环刀法

G.1 仪器、设备

- G.1.1 环刀:容积(V_s)100 cm³。
 G.1.2 电热鼓风干燥箱:控制温度 50 ℃~110 ℃。
 G.1.3 天平:感量 0.01 g。
 G.1.4 铝盒:编有号码的有盖称量器皿。
 G.1.5 干燥器:内有变色硅胶干燥剂。

G.2 测定方法

- G.2.1 用天平称空环刀质量(包括垫有滤纸的带孔盖)(m_1)。
 G.2.2 将样品沿 45°角自由落入 100 cm³ 环刀中,并轻轻平敲或水平摇换环刀,使基质在环刀内能自然沉降并充满环刀,用刀削平。
 G.2.3 将垫有滤纸带网眼底盖并充满样品的环刀放入平底盆(或盘)中,注入并保持盆中水层的高度至环刀上沿为止,使其吸水达 12 h~14 h。如果发现在吸水过程中基质超过环刀上沿,应用刀削平。盖上、下底盖,水平取出后立即称重(m_2)。
 G.2.4 然后将上述称重后环刀去掉底盖,再放在铺有干砂的平底盆中 2 h,盖上底盖后立即称重(m_3)。
 G.2.5 将环刀内基质全部倒入铝盒中,放入 105 ℃~110 ℃烘箱内,烘至恒重(m_4)(直至前后两次相对误差不大于 5%)。
 G.2.6 以上实验应至少做重复三次。

G.3 计算方法

G.3.1 干密度

干密度以单位体积质量(Mg/m³)表示,按式(G.1)计算:

$$\rho_{\text{干}} = (m_2 - m_1) / V_s \quad \text{..... (G.1)}$$

式中:

- $\rho_{\text{干}}$ ——干密度,单位为兆克每立方米(Mg/m³);
 m_2 ——烘干后环刀和基质的总质量,单位为兆克(Mg);
 m_1 ——环刀质量,单位为兆克(Mg);
 V_s ——环刀容积,单位为立方米(m³)。

所得结果应表示至两位小数。

G.3.2 湿密度

湿密度以单位体积质量(Mg/m³)表示,按式(G.2)计算:

$$\rho_{\text{湿}} = (m_3 - m_1) / V_s \quad \text{..... (G.2)}$$

式中:

- $\rho_{\text{湿}}$ ——湿密度,单位为兆克每立方米(Mg/m^3);
 m_3 ——滤水后环刀和基质的总质量,单位为兆克(Mg);
 m_1 ——环刀质量,单位为兆克(Mg);
 V_s ——环刀容积,单位为每立方米(m^3)。
 所得结果应表示至两位小数。

G.3.3 非毛管孔隙度

非毛管孔隙度以单位体积内非毛管孔隙的百分率(%)表示,按式(G.3)计算:

$$P_{\text{非毛管}} = 100\% \times (m_2 - m_3) / (V_s \times \rho_{\text{水}}) \quad \dots\dots\dots (\text{G.3})$$

式中:

- $P_{\text{非毛管}}$ ——非毛管孔隙度;
 m_2 ——吸水后环刀和基质的总质量,单位为兆克(Mg);
 m_3 ——滤水后环刀和基质的总质量,单位为兆克(Mg);
 $\rho_{\text{水}}$ ——实验条件下水的密度,单位为兆克每立方米(Mg/m^3)。
 所得结果应表示至两位小数。

G.4 允许差

G.4.1 取测定结果的算术平均值作为测定结果。

G.4.2 干湿密度不同的测量结果绝对差值不大于 $0.05 \text{ Mg}/\text{m}^3$,非毛管孔隙度不同测定结果的绝对差值不大于 0.5% 。

附录 H

(规范性附录)

可溶性氯的测定 水饱和浸提-硝酸银滴定法

H.1 仪器、设备

H.1.1 5 mL 酸式滴定管。

H.1.2 天平：感量 0.01 g。

H.1.3 布氏漏斗。

H.1.4 真空抽滤泵或电动吸引器。

H.2 试剂

H.2.1 去离子水。

H.2.2 0.04 mol/L 硝酸银标准溶液：6.80 g 硝酸银(分析纯)溶于水，转入 1 L 容量瓶中，稀释到刻度；用氯化钠标定其浓度，保存于棕色瓶中备用。

H.2.3 50 g/L 铬酸钾指示剂：5 g 铬酸钾(分析纯)溶于水，逐滴加入 1 mol/L 硝酸银溶液至刚有砖红色沉淀生成为止，放置过夜后过滤，稀释至 100 mL。

H.2.4 0.02 mol/L 碳酸氢钠溶液：1.7 g 碳酸氢钠(分析纯)溶于水，稀释至 1 L。

H.2.5 10 g/L 酚酞指示剂：1 g 酚酞溶于 100 mL 乙醇中。

H.3 测定步骤

H.3.1 待测液的制备：可溶性氯的水饱和浸提待测液制备方法同 D.3.1 的规定。

H.3.2 测定：移取 1 mL~20 mL 饱和浸提液(V_2) (根据基质氯含量多少来确定)，加去离子水至总体积约为 30 mL，加酚酞指示剂 1 滴，用碳酸氢钠溶液调至刚变粉红色，加铬酸钾指示剂 5 滴，用硝酸银标准溶液滴定至砖红色沉淀不消失，记录硝酸银溶液的滴定体积(V_1)，同时做空白对照(V_0)。

H.4 结果计算

可溶性氯含量以毫克每升(mg/L)表示，按式(H.1)计算：

$$w_{Cl} = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times 35.5}{V_2} \times 1000 \quad \text{..... (H.1)}$$

式中：

w_{Cl} ——可溶性氯的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

c ——硝酸银标准溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1 ——待测液滴定消耗硝酸银体积，单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白滴定体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——移取浸提液体积，单位为毫升(mL)；

35.5 ——氯的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

H.5 允许差

两次称样平行测定结果允许相对偏差为±10%。

附录 I

(规范性附录)

可溶性钠的测定 水饱和浸提-电感耦合等离子体发射光谱法

I.1 仪器及条件

I.1.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

I.1.2 气体——高纯氩气(99.99%)。

I.1.3 测定条件:按照表 I.1 和表 I.2 的参数设定仪器条件,但是,由于仪器型号的不同,操作条件也会有变化,应设定最佳仪器条件。

表 I.1 各元素的 ICP 分析推荐条件

项目	参数
高频发生器功率/W	1 350
等离子体气体流量/(L/min)	12
辅助气体流量/(L/min)	0.3
雾化器流量/(L/min)	0.6
蠕动泵流量/(mL/min)	1.5

表 I.2 钠测定的 ICP 分析推荐波长

元素	波长/nm
钠	589.592

I.2 试剂

I.2.1 去离子水:18.2 MΩ 去离子水或相当纯度的去离子水。

I.2.2 元素制备液:钠 100 mg/L。

I.2.3 混合标准溶液:取适当体积的标准元素制备液于容量瓶中,去离子水稀释至 100 mL。将混合标准液转入预先准备好的氟化乙丙烯瓶中储存,或储存在未用过的聚乙烯或者聚丙烯瓶中,避免储存过程中的浓度变化,应在临用时配制新鲜的混合标准溶液。

I.3 分析步骤

I.3.1 待测液的制备:水饱和浸提待测液制备方法同 D.3.1 的规定。

I.3.2 校准曲线:分别移取适量的混合标准溶液或逐级稀释液至 100 mL 容量瓶中,用去离子水定容至刻度,待测。同时做校准空白。

I.4 结果计算

可溶性钠含量以毫克每升(mg/L)表示,按式(I.1)计算:

$$w_{Na} = c \times f_s \quad \dots\dots\dots (1.1)$$

式中：

w_{Na} ——可溶性钠的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

c ——待测液中元素的质量浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

f_s ——分取倍数。

1.5 允许差

两次称样平行测定结果允许相对偏差为±15%。

附录 J

(规范性附录)

总镉、总铅、总铬、总砷、总镍、总铜、总锌、总银、总钒、总钴和总钼的测定
三酸消解-电感耦合等离子体发射光谱法

J.1 仪器及条件

J.1.1 天平:感量 0.000 1 g。

J.1.2 电感耦合等离子体发射光谱仪。

J.1.3 气体——高纯氩气(99.99%)。

J.1.4 测定条件:按照表 J.1 和表 J.2 参数设定仪器条件,但是,由于仪器型号的不同,操作条件也会有变化,应设定最佳仪器条件。

表 J.1 各元素的 ICP 分析推荐条件

项目	参数
高频发生器功率/W	1 350
等离子体气体流量/(L/min)	12
辅助气体流量/(L/min)	0.3
雾化器流量/(L/min)	0.6
蠕动泵流量/(mL/min)	1.5

表 J.2 各元素的 ICP 分析推荐波长

元素	波长/nm	元素	波长/nm
镉	228.802	锌	206.200
铅	220.353	银	328.068
铬	267.716	钒	292.464
砷	193.696	钴	228.616
镍	231.604	钼	202.031
铜	327.393		

J.1.5 方法最低检出限:总镉 0.500 mg/kg、总铅 2.00 mg/kg、总铬 0.500 mg/kg、总砷 0.500 mg/kg、总镍 2.00 mg/kg、总铜 2.00 mg/kg、总锌 2.00 mg/kg、总银 2.00 mg/kg、总钒 0.500 mg/kg、总钴 0.500 mg/kg、总钼 0.500 mg/kg。

J.2 试剂

J.2.1 去离子水:18.2 M Ω 去离子水或相当纯度的去离子水。J.2.2 浓硝酸: ρ 约 1.42 g/mL,69%,优级纯。

J.2.3 稀硝酸:10 mL 浓硝酸用去离子水稀释至 1 000 mL。

J.2.4 浓盐酸: ρ 约 1.19 g/mL, 38%, 优级纯。

J.2.5 过氧化氢:30%, 优级纯。

J.2.6 元素制备液:镉 100 mg/L、铅 100 mg/L、铬 100 mg/L、砷 100 mg/L、镍 100 mg/L、铜 100 mg/L、锌 100 mg/L、银 100 mg/L、钒 100 mg/L、钴 100 mg/L、钼 100 mg/L。

J.2.7 混合标准溶液:取适当体积的标准元素制备液于容量瓶中,用 1%硝酸稀释至 100 mL。将混合标准液转入预先准备好的氟化乙丙稀瓶中储存,或储存在未用过的聚乙烯或者聚丙烯瓶中,应在临用时配制新鲜的混合标准溶液。

一些典型混合校准溶液的组成见表 J.3。

表 J.3 混合标准溶液

溶液	浓度/(mg/L)	元素
1	1 000	Cd, Pb, Cr, As, Ni, Zn, Cu, V, Co
2	1 000	Mo
3	1 000	Ag

J.3 分析步骤

J.3.1 试液制备

准确称取 0.5 g~1 g(精确至 0.000 1 g)样品于 100 mL 聚四氟乙烯坩埚中,加少量水混匀至糊状,加入 10 mL 浓盐酸和 5 mL 浓硝酸混匀,放在电热板上加热(最好放在通风橱中过夜,次日再消化)。开始时 95 ℃ 缓慢加热,当试样泡沫上浮时立即取下稍冷后再继续消化,反复操作直至泡沫细小为止。加盖后提高温度至 150 ℃ 保持 2 h,开盖蒸发至 3 mL 左右(视消解情况可补加硝酸继续消化至无大量棕色烟雾)。取下稍冷后逐滴加入 1 mL 30% H_2O_2 ,放在电热板上过氧化反应,加热到冒泡停止后取下稍冷,继续加入 0.5 mL 30% H_2O_2 ,重复这一操作直至冒泡极小或样品表面不再发生变化,继续加热蒸发至糊状(注意不能蒸干),取下稍冷后用 1%硝酸冲洗内壁和坩埚盖,并转入 50 mL 容量瓶中,冷却后定容。消解液中的颗粒物会堵塞喷雾器,应过滤或离心或使之沉淀,取澄清液待测。同时做样品空白。

J.3.2 校准曲线

分别移取适量的混合标准溶液或逐级稀释液至 100 mL 容量瓶中,用 1%硝酸定容至刻度,待测。同时做校准空白。

J.4 结果计算

元素含量以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(J.1)计算:

$$w_i = c \times V \times t_s / m \times k \quad \dots\dots\dots (J.1)$$

式中:

w_i ——某元素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——待测液中某元素的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——某元素消解液体积,单位为毫升(mL);

t_s ——某元素分取倍数;

m ——样品质量,单位为克(g);

k ——将风干土换算到烘干土的水分换算系数。

J.5 允许差

两次称样平行测定结果允许相对偏差为 $\pm 15\%$ 。

附录 K
(规范性附录)

汞的测定 氢化物发生-原子吸收分光光度计法或电感耦合等离子体发射光谱法

K.1 仪器

- K.1.1 天平:感量 0.000 1 g。
K.1.2 原子吸收分光光度计或电感耦合等离子体发射光谱仪。
K.1.3 氢化的发生装置。
K.1.4 气体——高纯氩气(99.99%)。

K.2 试剂

- K.2.1 去离子水:18.2 M Ω 去离子水或相当纯度的去离子水。
K.2.2 浓硝酸: ρ 约 1.42 g/mL,69%,优级纯。
K.2.3 浓盐酸: ρ 约 1.19 g/mL,38%,优级纯。
K.2.4 盐酸溶液:10%,优级纯。
K.2.5 汞标准溶液:购买有证标准溶液。
K.2.6 硼氢化钾(或硼氢化钠)碱性溶液:1%左右。称取 5 g 硼氢化钾(或硼氢化钠)和 5 g 氢氧化钾于 500 mL 烧杯中,用水溶解并配制成 500 mL 溶液。
注:此溶液现配现用。

K.3 分析步骤

K.3.1 试液制备

准确称取过 0.149 mm 筛试样 0.5 g~2 g(精确至 0.000 1 g)于 100 mL 聚四氟乙烯坩埚,置于通风橱中,加入王水 10 mL,加盖在电热板(加热器)上徐徐加热(若反应激烈产生泡沫时,自电热板上移开放冷片刻),等激烈反应结束后,继续加热约 30 min(温度控制在 100 $^{\circ}\text{C}$ ~105 $^{\circ}\text{C}$,可水浴加热)。用 10% 的 HCl 溶液定容至 50 mL。同时做平行和空白试验。

K.3.2 校准曲线

移取适量的汞标准溶液或逐级稀释液至 100 mL 容量瓶中,用 10% 的 HCl 定容至刻度,待测。同时做校准空白。以各元素的浓度对各元素发射强度关系作校准曲线。

K.3.3 校准曲线样品空白

采用空白溶液,同样品前处理。

K.4 结果计算

总汞含量以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(K.1)计算:

附录 K
(规范性附录)

汞的测定 氢化物发生-原子吸收分光光度计法或电感耦合等离子体发射光谱法

K.1 仪器

- K.1.1 天平:感量 0.000 1 g。
- K.1.2 原子吸收分光光度计或电感耦合等离子体发射光谱仪。
- K.1.3 氢化的发生装置。
- K.1.4 气体——高纯氩气(99.99%)。

K.2 试剂

- K.2.1 去离子水:18.2 M Ω 去离子水或相当纯度的去离子水。
- K.2.2 浓硝酸: ρ 约 1.42 g/mL,69%,优级纯。
- K.2.3 浓盐酸: ρ 约 1.19 g/mL,38%,优级纯。
- K.2.4 盐酸溶液:10%,优级纯。
- K.2.5 汞标准溶液:购买有证标准溶液。
- K.2.6 硼氢化钾(或硼氢化钠)碱性溶液:1%左右。称取 5 g 硼氢化钾(或硼氢化钠)和 5 g 氢氧化钾于 500 mL 烧杯中,用水溶解并配制成 500 mL 溶液。
注:此溶液现配现用。

K.3 分析步骤

K.3.1 试液制备

准确称取过 0.149 mm 筛试样 0.5 g~2 g(精确至 0.000 1 g)于 100 mL 聚四氟乙烯坩埚,置于通风橱中,加入王水 10 mL,加盖在电热板(加热器)上徐徐加热(若反应激烈产生泡沫时,自电热板上移开放冷片刻),等激烈反应结束后,继续加热约 30 min(温度控制在 100 ℃~105 ℃,可水浴加热)。用 10% 的 HCl 溶液定容至 50 mL。同时做平行和空白试验。

K.3.2 校准曲线

移取适量的汞标准溶液或逐级稀释液至 100 mL 容量瓶中,用 10% 的 HCl 定容至刻度,待测。同时做校准空白。以各元素的浓度对各元素发射强度关系作校准曲线。

K.3.3 校准曲线样品空白

采用空白溶液,同样品前处理。

K.4 结果计算

总汞含量以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(K.1)计算:

参 考 文 献

- [1] Australian Standard. AS 4454—2003 Composts, soil conditioners and mulches [S]. Standard Australian, 2003.
- [2] Dominic H., Josef B., Enzo F., et al. Comparison of compost standards within the EU, North America and Australasia [M]. The Waste and Resources Action Program, 2002.
- [3] Jan B. et al. EPA530-R-94-003. Composting Yard Trimmings and Municipal Solid Waste [R]. Environmental Protection Agency, 1994.
- [4] Sharon Russell and Lee Best. Setting the standards for compost. Biocycle International, 2006, 6, 53-57.
- [5] The Composting Council And CWC. 1997, Development of Landscape Architect Specifications for Compost Utilization [R].
- [6] United States Environmental Protection Agency Office of Solid Waste. EPA 530-s-06-001. Municipal Solid Waste In the United States: Facts and Figures for 2005, United States [R/OL]. Environmental Protection Agency, 2006 [2007-2-10]. <http://www.epa.gov/msw/pubs/ex-sum05.pdf>.
- [7] William F. Brinton. Compost quality standards and guidelines. Woods and Research Laboratory, New York State Association of Recyclers.
-