

中国国家标准汇编

164

GB 13014~13096

中国标准出版社

1993

出版说明

《中国国家标准汇编》是一部大型综合性工具书,自 1983 年起,以精装本、平装本两种装帧形式,分若干分册陆续出版。本汇编在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构及工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

本汇编收入公开发行的全部现行国家标准,按国家标准号顺序编排。凡遇到顺序号短缺,除特殊注明外,均为作废标准号或空号。

本分册为第 164 分册,收入了国家标准 GB 13014~13096 的最新版本。由于标准不断修订,读者在使用和保存本汇编时,请注意及时更换修订过的标准。

中国标准出版社除出版《中国国家标准汇编》外,还出版国家标准、行业标准的单行本及各种专业标准汇编,以满足不同读者的需要。

中国标准出版社

1993 年 7 月

目 录

GB 13014—91	钢筋混凝土用余热处理钢筋	(1)
GB 13015—91	含多氯联苯废物污染控制标准	(8)
GB/T 13016—91	标准体系表编制原则和要求	(16)
GB/T 13017—91	企业标准体系表编制指南	(22)
GB 13018—91	聚乙烯(PE)管材 外径和壁厚极限偏差	(28)
GB 13019—91	聚丙烯(PP)管材 外径和壁厚极限偏差	(30)
GB 13020—91	硬聚氯乙烯(PVC-U)管材 外径和壁厚极限偏差	(32)
GB 13021—91	聚乙烯管材和管件炭黑含量的测定(热失重法)	(35)
GB 13022—91	塑料 薄膜拉伸性能试验方法	(38)
GB 13023—91	瓦楞原纸	(42)
GB 13024—91	箱纸板	(45)
GB/T 13025.1—91	制盐工业通用试验方法 粒度的测定	(49)
GB/T 13025.2—91	制盐工业通用试验方法 白度的测定	(51)
GB/T 13025.3—91	制盐工业通用试验方法 水分的测定	(54)
GB/T 13025.4—91	制盐工业通用试验方法 水不溶物的测定	(57)
GB/T 13025.5—91	制盐工业通用试验方法 氯离子的测定	(59)
GB/T 13025.6—91	制盐工业通用试验方法 钙和镁离子的测定	(64)
GB/T 13025.7—91	制盐工业通用试验方法 碘离子的测定	(70)
GB/T 13025.8—91	制盐工业通用试验方法 硫酸根离子的测定	(73)
GB 13025.9—91	制盐工业通用试验方法 铅离子的测定(光度法)	(80)
GB 13025.10—91	制盐工业通用试验方法 亚铁氰化钾的测定	(84)
GB 13026—91	油纸电容式穿墙套管型式和尺寸	(87)
GB 13027—91	油纸电容式变压器套管型式和尺寸	(96)
GB 13028—91	隔离变压器和安全隔离变压器 技术要求	(113)
GB/T 13029.1—91	船舶低压电力系统电缆的选择和敷设	(188)
GB/T 13029.2—91	船用同轴软电缆选择和敷设	(209)
GB/T 13029.3—91	船用通信电缆和射频电缆的选择和敷设	(215)
GB 13030—91	船舶电力推进系统技术条件	(218)
GB 13031—91	电压为 1kV 以上至 11kV 的船舶交流电力系统	(226)
GB/T 13032—91	船用柴油发电机组通用技术条件	(231)
GB 13033.1—91	额定电压 750V 及以下矿物绝缘电缆及终端 第 1 部分:一般规定	(246)
GB 13033.2—91	额定电压 750V 及以下矿物绝缘电缆及终端 第 2 部分:铜芯铜护套矿物绝缘 电缆	(249)
GB 13033.3—91	额定电压 750V 及以下矿物绝缘电缆及终端 第 3 部分:铜芯铜护套矿物绝缘 电缆终端	(259)
GB 13034—91	带电作业用绝缘滑车	(265)

GB 13035—91	带电作业用绝缘绳索	(282)
GB 13036—91	可移式通用灯具技术条件	(288)
GB 13037—91	固定式通用灯具技术条件	(310)
GB 13038—91	载波电话设备包装	(317)
GB 13039—91	包装术语 菱镁砵容器	(333)
GB 13040—91	包装术语 金属容器	(339)
GB 13041—91	包装术语 菱镁砵箱	(366)
GB 13042—91	包装容器 喷雾罐	(384)
GB/T 13043—91	客车定型试验规程	(390)
GB/T 13044—91	轻型客车定型试验规程	(398)
GB/T 13045—91	轻型客车技术条件	(404)
GB/T 13046—91	轻型客车产品质量定期检查试验规程	(409)
GB/T 13047—91	汽车操纵稳定性指标限值与评价方法	(415)
GB/T 13048—91	汽车发动机工作小时表	(423)
GB/T 13049—91	汽车用液力变矩器技术条件	(430)
GB/T 13050—91	淋浴车通用技术条件	(434)
GB/T 13051—91	汽车机械式变速器动力输出孔连接尺寸	(442)
GB/T 13052—91	客车外观质量技术要求及检验方法	(447)
GB/T 13053—91	客车驾驶区尺寸	(452)
GB/T 13054—91	客车驾驶区尺寸术语	(458)
GB/T 13055—91	客车乘客区尺寸	(466)
GB/T 13056—91	客车乘客区尺寸术语	(470)
GB/T 13057—91	客车驾驶员座椅尺寸规格	(478)
GB/T 13058—91	客车驾驶员座椅技术条件	(481)
GB/T 13059—91	客车乘客座椅尺寸规格	(484)
GB/T 13060—91	客车乘客座椅技术条件	(487)
GB/T 13061—91	汽车悬架用空气弹簧 橡胶气囊	(493)
GB/T 13062—91	膜集成电路和混合膜集成电路空白详细规范(采用鉴定批准程序)	(498)
GB/T 13063—91	电流调整和电流基准二极管空白详细规范	(505)
GB/T 13064—91	半导体集成电路系列和品种 复印机用系列的品种	(517)
GB/T 13065—91	过电压保护气体放电管空白详细规范	(530)
GB/T 13066—91	单结晶体管空白详细规范	(539)
GB/T 13067—91	半导体集成电路系列和品种 石英电子钟表用系列的品种	(551)
GB/T 13068—91	半导体集成电路系列和品种 磁敏传感器用系列的品种	(572)
GB/T 13069—91	半导体集成电路系列和品种 数控机床用系列的品种	(583)
GB/T 13070—91	铀矿石中铀的测定 电位滴定法	(596)
GB/T 13071—91	地质水样中 ²³⁴ U/ ²³⁸ U, ²³⁰ Th/ ²³² Th 放射性比值的测定方法	(603)
GB/T 13072—91	地质水样中 ²²⁶ Ra/ ²²⁸ Ra 的活度比值分析方法	(612)
GB/T 13073—91	岩石样品中 ²²⁶ Ra 的分析方法 射气法	(619)
GB 13074—91	血液净化术语 血液透析和血液滤过	(625)
GB 13075—91	钢质焊接气瓶定期检验与评定	(634)
GB 13076—91	溶解乙炔气瓶定期检验与评定	(639)
GB 13077—91	铝合金无缝气瓶定期检验与评定	(651)

GB 13078—91	饲料卫生标准	(655)
GB 13079—91	饲料中总砷的测定方法	(658)
GB 13080—91	饲料中铅的测定方法	(662)
GB 13081—91	饲料中汞的测定方法	(665)
GB 13082—91	饲料中镉的测定方法	(668)
GB 13083—91	饲料中氟的测定方法	(671)
GB 13084—91	饲料中氰化物的测定方法	(674)
GB 13085—91	饲料中亚硝酸盐的测定方法	(677)
GB 13086—91	饲料中游离棉酚的测定方法	(680)
GB 13087—91	饲料中异硫氰酸酯的测定方法	(683)
GB 13088—91	饲料中铬的测定方法	(689)
GB 13089—91	饲料中噻唑烷硫酮的测定方法	(692)
GB 13090—91	饲料中六六六、滴滴涕的测定方法	(695)
GB 13091—91	饲料中沙门氏菌的检验方法	(698)
GB 13092—91	饲料中霉菌检验方法	(710)
GB 13093—91	饲料中细菌总数的测定方法	(714)
GB/T 13094—91	客车通用技术条件	(718)
GB/T 13095.1—91	玻璃纤维增强塑料盒子卫生间 制品	(730)
GB/T 13095.2—91	玻璃纤维增强塑料盒子卫生间 类型和尺寸系列	(735)
GB/T 13095.3—91	玻璃纤维增强塑料盒子卫生间 防水盘	(741)
GB/T 13095.4—91	玻璃纤维增强塑料盒子卫生间 试验方法	(747)
GB/T 13096.1—91	拉挤玻璃纤维增强塑料杆 拉伸性能试验方法	(751)
GB/T 13096.2—91	拉挤玻璃纤维增强塑料杆 弯曲性能试验方法	(755)
GB/T 13096.3—91	拉挤玻璃纤维增强塑料杆 面内剪切强度试验方法	(760)
GB/T 13096.4—91	拉挤玻璃纤维增强塑料杆 表观水平剪切强度短梁剪切试验方法	(764)

中华人民共和国国家标准

钢筋混凝土用余热处理钢筋

GB 13014—91

Remained heat treatment ribbed steel bars
for the reinforcement of concrete

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了钢筋混凝土用余热处理钢筋的代号、尺寸、外形、重量、技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志和质量证明书等。

1.2 适用范围

本标准适用于钢筋混凝土用余热处理钢筋。

本标准不适用于由成品钢材再次轧制成的再生钢筋。

2 引用标准

GB 222 钢的化学分析用试样取样法及成品化学成分允许偏差

GB 223 钢铁及合金化学分析方法

GB 228 金属拉伸试验方法

GB 232 金属弯曲试验方法

GB 1499 钢筋混凝土用热轧带肋钢筋

GB 2101 型钢验收、包装、标志及质量证明书的一般规定

3 术语、级别、代号

3.1 术语

3.1.1 余热处理钢筋

热轧后立即穿水,进行表面控制冷却,然后利用芯部余热自身完成回火处理所得的成品钢筋。

3.1.2 带肋钢筋

表面通常带有两条纵肋和沿长度方向均匀分布的横肋的钢筋。

3.1.3 月牙肋钢筋

横肋的纵截面呈月牙形,且与纵肋不相交的钢筋。

3.1.4 纵肋

平行于钢筋轴线的均匀连续肋。

3.1.5 横肋

与纵肋不平行的其他肋。

3.1.6 带肋钢筋的公称直径

与钢筋的公称横截面积相等的圆的直径。

3.1.7 带肋钢筋的相对肋面积

国家技术监督局 1991-06-22 批准

1992-03-01 实施

横肋在与钢筋轴线垂直平面上的投影面积与钢筋公称周长和横肋间距的乘积之比。

3.2 级别、代号

余热处理带肋钢筋的级别为Ⅲ级,强度等级代号为KL400(其中K为“控制”的汉语拼音字头)。

4 尺寸、外形、重量及允许偏差

4.1 公称直径范围及推荐直径

钢筋的公称直径范围为8~40 mm,本标准推荐的钢筋公称直径为8、10、12、16、20、25、32和40 mm。

4.2 公称横截面积与公称重量

钢筋的公称横截面积与公称重量列于表1。

表 1

公称直径,mm	公称横截面积,mm ²	公称重量,kg/m
8	50.27	0.395
10	78.54	0.617
12	113.1	0.888
14	153.9	1.21
16	201.1	1.58
18	254.5	2.00
20	314.2	2.47
22	380.1	2.98
25	490.9	3.85
28	615.8	4.83
32	804.2	6.31
36	1 018	7.99
40	1 257	9.87

注:表1中公称重量按密度为7.85 g/cm³计算。

4.3 带肋钢筋的表面形状及尺寸允许偏差

4.3.1 月牙肋钢筋表面形状如图1所示。

4.3.2 带肋钢筋横肋设计原则应符合下列规定:

4.3.2.1 横肋与钢筋轴线的夹角 β 应不小于45°,当该夹角不大于70°时,钢筋相对两面上横肋的方向应相交。

4.3.2.2 横肋间距 l 不应大于钢筋公称直径的0.7倍。

4.3.2.3 横肋侧面与钢筋表面的夹角 α 不应小于45°。

4.3.2.4 钢筋相对两面上横肋末端之间的间隙(包括纵肋宽度)总和不应大于钢筋公称周长的20%。

4.3.2.5 Ⅱ、Ⅲ级带肋钢筋,当钢筋公称直径不大于12 mm时,相对肋面积不应小于0.055;公称直径为14 mm和16 mm时,相对肋面积不应小于0.060;公称直径大于16 mm时,相对肋面积不小于0.065。

4.3.3 余热处理Ⅲ级钢筋,采用月牙肋表面形状,其尺寸及允许偏差应符合表2的规定。

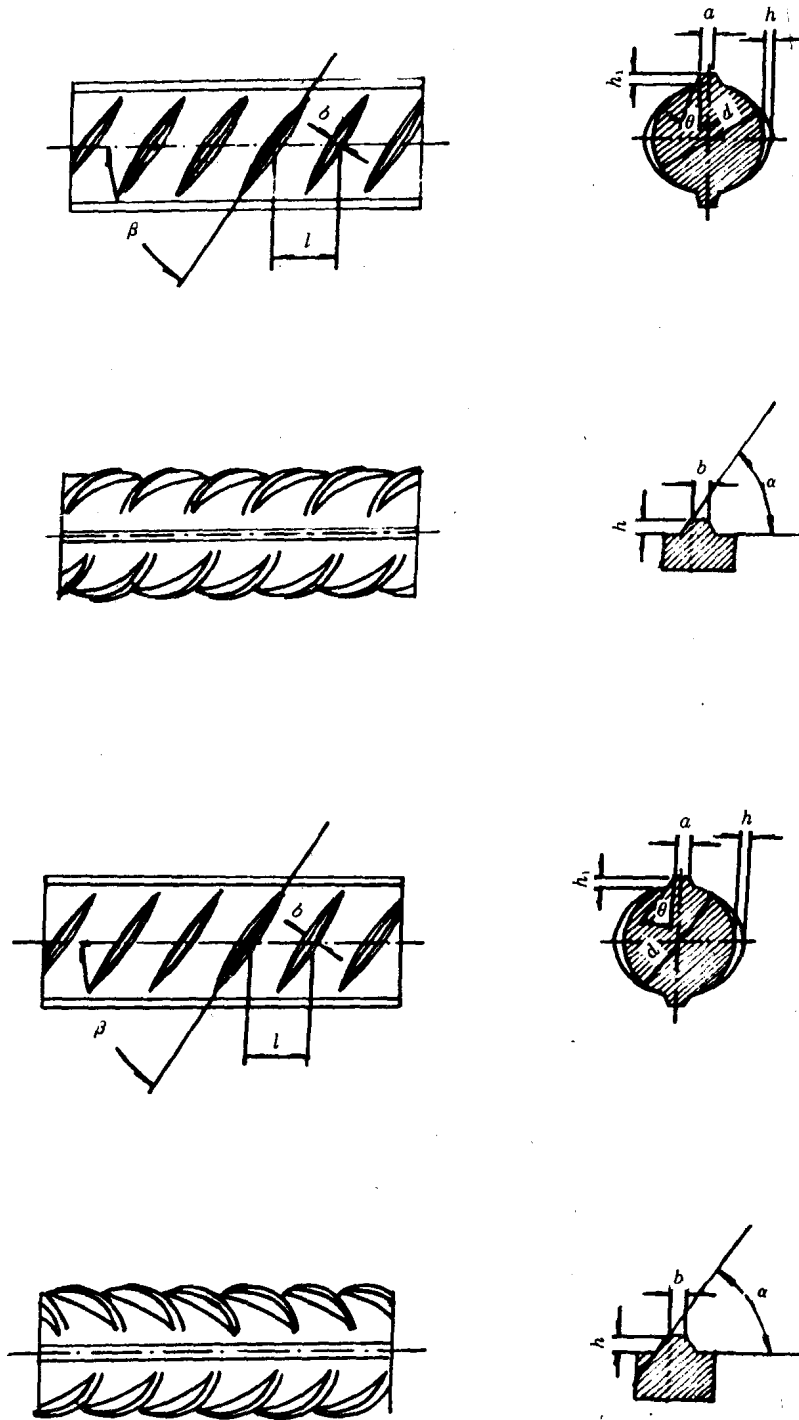


图1 月牙肋钢筋表面及截面形状

d —钢筋内径； h —横肋高度； h_1 —纵肋高度； a —纵肋顶宽； b —横肋顶宽；
 α —横肋斜角； β —横肋与轴线夹角； θ —纵肋斜角； l —横肋间距

表 2

mm

公称直径	内径 d		横肋高 h		纵肋高 h_1		横肋宽 b	纵肋宽 a	间距 l		横肋末端最大间隙 (公称周长的10%弦长)
	公称尺寸	允许偏差	公称尺寸	允许偏差	公称尺寸	允许偏差			公称尺寸	允许偏差	
8	7.7	± 0.4	0.8	$+0.4$ -0.2	0.8	± 0.5	0.5	1.5	5.5	± 0.5	2.5
10	9.6		1.0	$+0.4$ -0.3	1.0		0.6	1.5	7.0		3.1
12	11.5		1.2	± 0.4	1.2	± 0.8	0.7	1.5	8.0		3.7
14	13.4		1.4		1.4		0.8	1.8	9.0		4.3
16	15.4		1.5		1.5		0.9	1.8	10.0		5.0
18	17.3	± 0.5	1.6	$+0.5$ -0.4	1.6		1.0	2.0	10.0		5.6
20	19.3		1.7	± 0.5	1.7		1.2	2.0	10.0		6.2
22	21.3		1.9	± 0.6	1.9	± 0.9	1.3	2.5	10.5	± 0.8	6.8
25	24.2		2.1		2.1		1.5	2.5	12.5		7.7
28	27.2		2.2		2.2		1.7	3.0	12.5		8.6
32	31.0	± 0.6	2.4	$+0.8$ -0.7	2.4	± 1.1	1.9	3.0	14.0	± 1.0	9.9
36	35.0		2.6	$+1.0$ -0.8	2.6		2.1	3.5	15.0		11.1
40	38.7	± 0.7	2.9	± 1.1	2.9		2.2	3.5	15.0		12.4

注：① 纵肋斜角 θ 为 $0^\circ \sim 30^\circ$ 。② 尺寸 a, b 为参考数据。

4.3.4 当带肋钢筋采用其他表面形状时，除应符合本标准有关规定外，供方尚应制定相应的表面形状、尺寸及允许偏差标准，并经上级主管部门批准后，方可供货。

4.4 长度及允许偏差

4.4.1 通常长度

钢筋按直条交货时，其通常长度为 3.5~12 m。其中长度为 3.5 m 至小于 6 m 之间的钢筋不应超过每批重量的 3%。

带肋钢筋以盘卷钢筋交货时每盘应是一整条钢筋，其盘重及盘径应由供需双方协商。

4.4.2 定尺、倍尺长度

钢筋按定尺或倍尺长度交货时，应在合同中注明。其长度允许偏差不应大于 +50 mm。

4.5 弯曲度

钢筋每米弯曲度不应大于 4 mm，总弯曲度不大于钢筋总长度的 0.4%。

4.6 重量及允许偏差

4.6.1 交货重量

钢筋可按实际重量或公称重量交货。

4.6.2 重量允许偏差

根据需方要求，钢筋按重量偏差交货时其实际重量与公称重量的允许偏差应符合表 3 的规定。

表 3

公称直径, mm	实际重量与公称重量的偏差, %
8~12	± 7
14~20	± 5
22~40	± 4

5 技术要求

5.1 牌号及化学成分

5.1.1 钢的牌号及化学成分(熔炼分析)应符合表4的规定。

5.1.2 钢中铬、镍、铜的残余含量应各不大于0.30%，其总量不大于0.60%。经需方同意，铜的残余含量可不大于0.35%。供方保证可不作分析。

表4

表面形状	钢筋级别	强度代号	牌号	化 学 成 分,%				
				C	Si	Mn	P	S
月牙肋	Ⅱ	KL 400	20MnSi	0.17~0.25	0.40~0.80	1.20~1.60	不大于	
							0.045	0.045

5.1.3 氧气转炉钢的氮含量不应大于0.008%，采用吹氧复合吹炼工艺冶炼的钢，氮含量可不大于0.012%。供方保证可不作分析。

5.1.4 钢筋的化学成分允许偏差应符合GB 222的规定。

5.2 冶炼方法

钢以氧气转炉、平炉或电炉冶炼。

5.3 制造工艺

钢筋的轧制和余热处理工艺参数应按经试验并审定的工艺规程掌握。

5.4 交货状态

钢筋以热轧后经余热处理状态交货。

5.5 力学性能和工艺性能

钢筋的力学性能工艺性能应符合表5的规定。当冷弯试验时，受弯曲部位外表面不得产生裂纹。

表5

表面形状	钢筋级别	强度等级代号	公称直径 mm	屈服点 σ_s , MPa	抗拉强度 σ_b , MPa	伸长率 δ_5 , %	冷弯 d -弯芯直径 a -钢筋公称直径
				不小于			
月牙肋	Ⅱ	KL 400	8~25	440	600	14	90° $d = 3a$
			28~40				90° $d = 4a$

注：征得需方同意，在KL 400 Ⅱ级钢筋性能符合表5规定，且伸长率冷弯试验符合GB 1499表6中Ⅱ级钢筋的要求时，可按RL 335 Ⅱ级钢筋交货。此时应在质量证明书中注明。

5.6 表面质量

钢筋表面不得有裂纹、结疤和折叠。

钢筋表面允许有凸块，但不得超过横肋的高度，钢筋表面上其他缺陷的深度和高度不得大于所在部位尺寸的允许偏差。

6 试验方法

6.1 检验项目

每批钢筋的检验项目、取样方法和试验方法应符合表6的规定。

表 6

序号	检验项目	取样方法	取样数量	试验方法
1	化学成分	GB 222	1	GB 223
2	拉伸	任选两根钢筋切取	2	GB 228、本标准 6.2
3	冷弯	任选两根钢筋切取	2	GB 232、本标准 6.2
4	尺寸		逐支	本标准 6.3
5	表面		逐支	肉眼
6	重量偏差	按本标准 6.4		本标准 6.4

6.2 力学性能、工艺性能试验

6.2.1 拉伸,弯曲和反向弯曲试验试样不允许进行车削加工。

6.2.2 计算钢筋强度用截面面积采用表 1 所列公称横截面积。

6.3 尺寸测量

6.3.1 带肋钢筋内径的测量精确到 0.1 mm。

6.3.2 带肋钢筋肋高的测量可采用测量同一截面两侧肋高平均值的方法,即测取钢筋的最大外径,减去该处内径,所得数值的一半为该处肋高,精确到 0.05 mm。

6.3.3 带肋钢筋横肋间距可采用测量平均肋距的方法进行测量。即测取钢筋一面上第 1 个与第 11 个横肋的中心距离,该数值除以 10 即为横肋间距,精确到 0.1 mm。

6.4 重量偏差的测量

6.4.1 测量钢筋重量偏差时,试样数量不少于 10 支,试样总长度不小于 60 m。长度应逐支测量,精确到 10 mm。试样总重量不大于 100 kg 时,精确到 0.5 kg,试样总重量大于 100 kg 时,精确到 1 kg。

当供方能保证钢筋重量偏差符合规定时,试样的数量和长度可不受上述限制。

6.4.2 钢筋实际重量与公称重量的偏差按下式计算:

$$\text{重量偏差}(\%) = \frac{\text{试样实际总重量} - (\text{试样总长度} \times \text{公称重量})}{\text{试样总长度} \times \text{公称重量}} \times 100$$

7 检验规则

7.1 检验和验收

钢筋的检查和验收应符合 GB 2101 的规定。

7.2 组批规则

钢筋应按批进行检查和验收,每批重量不大于 60 t。

每批应由同一牌号、同一炉罐号、同一规格、同一交货状态的钢筋组成。

公称容量不大于 30 t 的冶炼炉冶炼制成的钢坯和连铸坯轧制的钢筋,允许由同一牌号、同一冶炼方法,同一浇注方法的不同炉罐号组成混合批,但每批不多于 6 个炉罐号。各炉罐号含碳量之差不得大于 0.02%,含锰量之差不得大于 0.15%。

7.3 取样数量

钢筋各检查项目的取样数量应符合表 6 的规定。

7.4 复验与判定

钢筋的复验与判定应符合 GB 2101 的规定。

8 包装、标志和质量证明书

- 8.1 钢筋表面应轧上钢筋级别标志(K3),依次还可轧上厂名和直径毫米数字。
 - 8.2 标志应清晰明瞭,标志的尺寸由供方按钢筋直径大小作适当规定,与标志相交的横肋可以取消。
 - 8.3 除上述规定外,钢筋的包装、标志和质量证明书应符合 GB 2101 的有关规定。
-

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部情报标准研究总所归口。

本标准由上海第三钢铁厂、冶金部建筑研究总院、冶金部情报标准研究总所负责起草。

本标准主要起草人王汉升、何成杰、张克球、胡国萃。

本标准水平等级标记 GB 13014—91 I

中华人民共和国国家标准

含多氯联苯废物污染控制标准

GB 13015-91

Control standard on poly chlorinated
biphenyls for wastes

为加强对含多氯联苯废物的管理及治理,保护环境,保障人体健康,特制定本标准。

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了含多氯联苯废物污染控制标准值以及含多氯联苯废物的处置方法。

1.2 适用范围

本标准适用于含多氯联苯废物的收集、贮存、运输、回收、处理和处置等。

2 术语

2.1 含有害多氯联苯废物是指等于或大于污染控制标准值的含多氯联苯废物及废电力电容器中用作浸渍剂的多氯联苯。

2.2 一般含多氯联苯废物是指小于污染控制标准值的含多氯联苯废物。

3 标准值

含多氯联苯废物污染控制标准值

项 目	标准值,mg/kg
多氯联苯含量	50

4 含多氯联苯废物的处置

4.1 一般含多氯联苯废物,应按地方人民政府环境保护行政主管部门指定的场地堆放。

4.2 含有害多氯联苯废物的处置:

4.2.1 多氯联苯含量 $\geq 50 \sim \leq 500$ mg/kg 的有害废物允许采用安全土地填埋技术处置,或采用高温焚烧技术处置。

4.2.2 多氯联苯含量 > 500 mg/kg 的有害废物及废电力电容器中用作浸渍剂的多氯联苯必须采用高温焚烧技术处置。

4.2.3 含有害多氯联苯废物的暂贮:含有害多氯联苯废物暂时无条件处理、处置时,应集中暂贮或封存;集中暂贮或封存库的建设,应符合人民政府环境保护行政主管部门的有关规定。

5 标准实施

5.1 本标准由人民政府环境保护行政主管部门负责监督与实施。

国家环境保护局 1991-06-27 批准

1992-03-01 实施

5.2 本标准不能满足地方环境保护要求时,省、自治区、直辖市人民政府可按国家有关规定制定严于本标准的地方标准,并报国务院环境保护部门备案。

6 监测方法

见附录 A(参考件)。

附 录 A
废物中多氯联苯(PCB)的测定
(参考件)

多氯联苯是全球性环境污染物,它是各种氯化联苯的混合物,国内生产使用的多氯联苯大部分为“三氯联苯”(PCB₃),作电力电容器的浸渍剂。多氯联苯的物理化学性质与有机氯农药相似,在气相色谱测定时互相干扰,因此,采用气相色谱法定量,薄层色谱法进行确证试验。

A1 气相色谱法

A1.1 本方法采用碱解破坏有机氯农药六六六,水蒸气蒸馏-液液萃取(必要时硫酸净化),然后用电子捕获检测器气相色谱法测定。

A1.2 试剂

A1.2.1 正己烷(或石油醚):全玻璃蒸馏器蒸馏,收集 68~70℃馏分,色谱进样应无干扰峰,如不纯,再次重蒸馏或用中性三氧化二铝层析柱纯化。

A1.2.2 硫酸:一级纯。

A1.2.3 氢氧化钾:一级纯。

A1.2.4 无水硫酸钠:取 100 g 加入 50 mL 正己烷,振摇过滤,再加入 25 mL 正己烷,振摇过滤,风干,置 150℃烘 15 h。

A1.2.5 脱脂棉:用丙酮提取处理后备用。

A1.2.6 有机氯农药标准溶液:P,P'-DDE,配成 1.00 ppm,其他有机氯农药配成适宜浓度。

A1.2.7 多氯联苯标准溶液:中国科学院环境科学委员会环境分析标准品三氯联苯(PCB₃)(中国科学院环境化学研究所研制品),配成 5 mg/mL 贮备液,稀释成不同浓度标准溶液。或用 PCB₃ 正己烷溶液标准物质(200 ppm)(中国科学院生态环境研究中心研制品),稀释成不同浓度标准溶液。

A1.3 仪器

- a. 水蒸气蒸馏-液液萃取装置。见图 A1。
- b. 带有电子捕获检测器的气相色谱仪。
- c. 电加热套。
- d. 调压变压器。
- e. 干燥管。

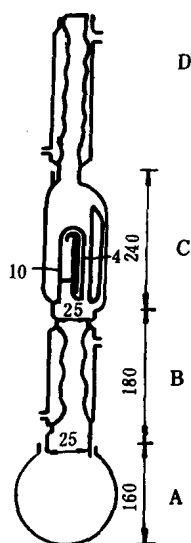


图 A1 水蒸气蒸馏-液液萃取装置

A1.4 试样

试样(样品)的采集和制备按国家环保局(86)环监字 114 号颁发《工业固体废物有害特性试验与监测方法》(试行)第一章第三节规定进行。

A1.5 分析步骤

A1.5.1 碱解与蒸馏

准确称取 10~40 g 风干废物试样,(同时另称取约 20 g 于 60℃ 下烘干 24 h,测水分含量),放入 10.00 mL 圆底烧瓶中,加入 250 mL 1 mol/L 氢氧化钾溶液,加少量沸石,按图 A1 将 A 与 B 安装连接,加热回流 1 h(用加热套加热,调压变压器控制温度)。冷至室温,取下 B 部,在 C 中加入 5 mL 正己烷,将 A、C、D 部连接,加热蒸馏 90 min,每分钟流速 80~100 滴(加热和控制温度方法同上)蒸馏完毕,冷至室温,将 C 中液体移入分液漏斗中,再将 A、C、D 部连接,自冷凝管上部加入 10 mL 蒸馏水冲洗,再将 C 中洗涤液并入分液漏斗中,充分振摇,弃去水层,再加入少量正己烷洗涤 C 2 次,合并正己烷层(杂质多时,再用硫酸净化,加入与正己烷提取液等体积的硫酸,振摇 1 min,静置分层后,弃去硫酸层,净化次数视提取液中杂质多少而定,一般 1~3 次,然后加入与正己烷等体积的 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液,振摇 1 min,静置分层后,弃去下部水层),将分液漏斗中的正己烷提取液通过底部塞有脱脂棉的 5 cm 高无水硫酸钠脱水柱,分液漏斗用少量正己烷洗 3 次,每次均通过脱水柱,收集于 5 或 10 mL 容量瓶中,定容,供色谱测定。

A1.5.2 色谱条件

- 固定相:5% SE-30/Chromosorb W(AW.DMCS),80~100 目。
- 色谱柱:长 2 m,内径 3 mm 玻璃柱。
- 柱温:195℃。
- 气化温度:250℃。
- 检测温度:240℃。
- 载气:高纯氮,流速为 70 mL/min。

A1.5.3 定量测定

将 PCB 标准溶液稀释不同浓度,定量进样以确定电子捕获检测器的线性范围。

试样测定时,定量进样所得峰高(应在线性范围内)与相近浓度标准溶液的峰高比较,求出 PCB 含量。

A1.6 计算

$$\text{多氯联苯含量(mg/kg)} = \frac{N_{\text{标}} \times V_{\text{标}} \times h_{\text{样}} \times V}{h_{\text{标}} \times V_{\text{样}} \times W}$$

式中: $N_{\text{标}}$ ——标准溶液浓度, $\mu\text{g/mL}$;

$V_{\text{标}}$ ——标准溶液色谱进样体积, μL ;

$h_{\text{样}}$ ——试样萃取液峰高, mm;

V ——萃取液浓缩后的体积, mL;

$h_{\text{标}}$ ——标准溶液峰高, mm;

$V_{\text{样}}$ ——试样萃取液色谱进样体积, μL ;

W ——试样重量, g(以换算成 60°C 烘干试样重量计算)。

A1.7 准确度与精密度

本方法的回收率 $101\% \sim 116\%$, 变异系数 4.9% 。

注: 关于多氯联苯定量计算方法, 因其是混合物, 故有多种表示方法, 鉴于国内废物主要受“三氯联苯”(PCB₃)污染, 若试样和标准物质(PCB₃)峰形没有大的差异, 可采用特定峰高, 以 P, P'-DDE 的保留值为 100, 选取相对保留值为 38 的峰或以全峰高或者选择几个峰高和计算含量。

A2 薄层色谱法

A2.1 多氯联苯的物化性质与有机氯农药类似, 因此在分析测定时, 确证试验是不可缺少的。

同气相色谱法采用碱解破坏有机氯农药, 水蒸气蒸馏-液液萃取, 硫酸净化, 然后采用吸附薄层和反相分配薄层色谱相结合的方法与标准品比较, 进行确证实验。

A2.2 试剂

A2.2.1 正己烷: 全玻璃蒸馏器重蒸馏, 收集 $68 \sim 70^\circ\text{C}$ 馏分。

A2.2.2 甲醇: 分析纯。

A2.2.3 液体石蜡: 二级。

A2.2.4 硅胶 G: 青岛海洋化工厂。

A2.2.5 硅胶 GF₂₅₄: E. Merck。

A2.2.6 显色剂: 取硝酸银 2 g, 溶于 10 mL 蒸馏水中, 加甲醇适量至 100 mL, 混匀即得。

A2.2.7 多氯联苯标准溶液: 同气相色谱法的多氯联苯标准溶液。

A2.2.8 薄层板的制备:

a. 吸附硅胶薄层板: 称取 15 g 硅胶 G 或 GF₂₅₄ 加约 40 mL 蒸馏水, 按常规方法铺成 (200 mm × 200 mm) 厚度为 0.25 mm 的薄层板, 105°C 加热活化 1 h, 置于无水氯化钙干燥器中贮存备用。

b. 反相分配硅胶薄层板: 称取 27 g 硅胶 G 或 GF₂₅₄ 置具塞三角瓶中, 加 3 g 液体石蜡和 60 mL 三氯甲烷, 振摇, 铺成 (200 mm × 200 mm) 厚度为 0.25 mm 的薄层板, 在室温下风干, 置密闭器中贮存备用。

A2.3 仪器

a. 紫外灯: 波长 $254 \sim 360 \text{ nm}$ 。

b. 微量注射器。

c. 铺板仪。

d. 喷雾器。

e. 展开缸: $200 \text{ mm} \times 190 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$ 。

A2.4 分析步骤