



中华人民共和国城镇建设行业标准

CJ/T 97—1999

城市生活垃圾 总铬的测定
二苯碳酰二肼比色法

Municipal domestic refuse—Determination of total chromium
—Diphenyl carbazide color method



1999-11-24 发布

2000-06-01 实施

中华人民共和国建设部 发布

前 言

我国环卫事业起步较晚,城市生活垃圾总铬的监测方法在国内是个空白,普遍借鉴土壤的监测方法,但土壤和生活垃圾的特性不同。为使城市生活垃圾总铬的测定方法规范化、标准化,特制定本标准。

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标准技术归口单位上海市环境卫生管理局归口。

本标准由天津市环境卫生工程设计研究所负责起草。

本标准主要起草人:姚庆军、张 范。

本标准委托天津市环境卫生工程设计研究所负责解释。

城市生活垃圾 总铬的测定 二苯碳酰二肼比色法

CJ/T 97—1999

Municipal domestic refuse—Determination of total
chromium—Diphenyl carbazide color method

1 范围

本标准规定了用二苯碳酰二肼比色法测定总铬含量的原理、主要仪器、试剂及操作步骤。

本标准适用于城市生活垃圾中总铬的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

CJ/T 3039—1995 城市生活垃圾采样和物理分析方法

3 样品采集与制备

城市生活垃圾样品的采集与制备、含水率的测定以及试样的保存,均按 CJ/T 3039 规定进行。

4 原理

试样经过硫酸、硝酸消解后,含铬化合物变成可溶性,用高锰酸钾溶液将三价铬氧化成为六价铬,用叠氮化钠溶液分解消化液

中华人民共和国建设部 1999-11-24 批准

2000-06-01 实施

中过量的高锰酸钾。在酸性条件下六价铬与二苯碳酰二肼反应生成紫红色化合物,于波长 540nm 处测定吸光度。

5 试剂

本标准所用试剂除另有说明外,均使用符合国家标准的分析纯试剂和蒸馏水。

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

5.2 浓磷酸(H_3PO_4), $\rho=1.69\text{ g/mL}$ 。

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

5.4 0.5%高锰酸钾(KMnO_4)溶液(m/V)。

5.5 0.5%叠氮化钠(NaN_3)溶液(m/V)。

5.6 0.25%二苯碳酰二肼丙酮溶液:称取 0.25 g 二苯碳酰二肼($\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_4\text{O}$)溶于丙酮(CH_3COCH_3)中,并用丙酮稀释至 100 mL。使用时配制。

5.7 磷酸溶液,1+1(V/V):把配成溶液加热至沸,并趁热滴加稀高锰酸钾溶液至微红色。

5.8 5%硫酸-磷酸混合液:取浓硫酸、浓磷酸各 5 mL,慢慢倒入水中,并稀释至 100 mL,把混合液加热至沸后迅速滴加稀高锰酸钾溶液至微红色。

5.9 铬标准储备液:准确称取 0.282 9 g 重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$,优级纯,并于 105~110℃烘 2 h)溶于水中,然后转移到 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至标线。此溶液铬的浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.10 铬标准使用液:准确吸取铬标准储备液(5.9)1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中并稀释至标线。此溶液铬的浓度为 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

6 仪器

a)分光光度计;

2

- b) 电热板;
- c) 分析天平;
- d) 25 mL 具塞比色管。

7 操作步骤

7.1 标准曲线的绘制

7.1.1 配制标准工作溶液

吸取铬标准使用液(5.10) 0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 8.00, 10.00 mL 分别于 25 mL 比色管中, 加入硫酸-磷酸混合液(5.8) 2.5 mL, 再加入磷酸溶液(5.7) 2 mL, 摇匀, 用水稀释至标线。配制成标准为 0.00, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 8.00, 10.00 μg 铬的系列。

7.1.2 显色与测定

向(7.1.1)各比色管中加入二苯碳酰二肼丙酮溶液(5.6) 2 mL 迅速摇匀, 放置 10 min。按仪器使用说明书调节仪器至最佳工作条件, 用 3 cm 比色皿, 以试剂空白(零浓度)为参比, 于波长 540 nm 处测定吸光度。

7.1.3 绘制标准曲线

以标准溶液的吸光度为纵坐标, 对应的标准溶液的铬含量为横坐标, 绘制标准曲线。

7.2 试样的测定

7.2.1 试样预处理

称取试样约 0.5 g, 精确至 0.000 1 g, 放于 150 mL 的锥形瓶中, 用少许水湿润试样后, 分别加硫酸(5.1)、磷酸(5.2)、硝酸(5.3)各 3.0 mL 摇匀, 盖上小漏斗浸泡过夜, 然后置于电热板上加热消解(温度控制在 200℃以下)至冒白烟, 试样若仍未变白, 取下锥形瓶稍冷却后, 重复加入硝酸(5.3)溶液 1.0~1.5 mL, 再加热至冒大量白烟, 试样变白, 消解液呈淡黄绿色为止。

取下锥形瓶,用水冲洗小漏斗和瓶壁,将消解液和残渣全部移入 100 mL 容量瓶中,加水至标线摇匀、静置,保留上清液 A,用于(7.2.2)的测定。

7.2.2 测定

吸取由(7.2.1)得到的上清液 A 10.00 mL 于 25 mL 比色管中,加入磷酸溶液(5.7)2.0 mL,滴加 1~2 滴高锰酸钾溶液(5.4)至待测液呈紫红色,将比色管置于水浴上加热煮沸 15 min,若紫红色褪去可再补加一滴高锰酸钾溶液(5.4),趁热滴加叠氮化钠溶液(5.5)并不断振荡,使紫红色恰好褪去,立即放入冷水中,冷却后加水至标线,摇匀。以下步骤同(7.1.2)。

7.3 空白实验

与试样测定同步进行空白实验,除不加试样外,所用试剂及其用量均与试样测定相同。

8 分析结果的表述

铬的含量 $c(\text{mg/kg})$ 按下式计算:

$$c = \frac{mV_{\text{样}}}{V m_{\text{样}}}$$

式中: c ——试样的浓度,mg/kg;

m ——标准曲线上查得试样中铬量, μg ;

$V_{\text{样}}$ ——试样定容体积,mL;

V ——测定时取试样溶液体积,mL;

$m_{\text{样}}$ ——称样质量,g。

所得结果应表示至四位小数。

9 精密度与准确度

实验室测得两个试样,每个试样分别做四个平行样,共进行四批实验,其总铬含量为 34.2~61.8 mg/kg,所得相对标准偏差为

1.5%~5.7%。在 0.5 g 试样中加入标准铬量为 10~20 μg 时,回收率为 92.5%~98.2%。
