



中华人民共和国城镇建设行业标准

CJ/T 104—1999

城市生活垃圾 全磷的测定
偏钼酸铵分光光度法

Municipal domestic refuse—Determination of total phosphorus—
Ammonium metamolybdate spectrophotometric 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

城市生活垃圾,是指在城市日常生活中或者为城市生活提供服务的活动中产生的固体废物以及法律、行政法规规定视为城市生活垃圾的固体废物。我国的环卫事业起步较晚,城市生活垃圾磷的检测方法是个空白。本标准的检测方法是参照 GB 8172—1987《城镇垃圾农用控制标准》中 3.3 的测定方法制定,但由于土壤和城市生活垃圾的组成和特性不同,为使城市生活垃圾磷的检测方法规范化、标准化,制定了本标准。

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规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:赵藏闪、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。

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市生活垃圾 全磷的测定
偏钼酸铵分光光度法

CJ/T 104—1999

Municipal domestic refuse—Determination of total phosphorus—
Ammonium metamolybdate spectrophotometric method

1 范围

本标准规定对垃圾全磷用钒钼黄比色法测定的原理、仪器、试剂及操作步骤进行了说明和规定。

本标准适用于测定生活垃圾全磷的含量。测定浓度范围0.8~20 $\mu\text{g/g}$ 。

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

城市生活垃圾样品采集与制备、含水率的测定及试样的保存均按 CJ/T 3039 规定进行。

4 原理

垃圾样品经硫酸-高氯酸消煮,其中难溶盐和含磷有机物分解

中华人民共和国建设部 1999-11-24 批准

2000-06-01 实施

形成正磷酸盐进入溶液,在酸性条件下,磷与钒钼酸铵反应生成黄色的三元杂多酸,于 420 nm 波长处进行比色测定。磷浓度在一定的范围内服从比尔定律。

5 试剂

本标准所用试剂除另有说明外,均应使用符合国家标准或专业标准的分析试剂和蒸馏水或同等纯度的水。

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

5.2 高氯酸(HClO_4), $\rho=1.68 \text{ g/mL}$

5.3 10% (m/V) 无水碳酸钠(Na_2CO_3) 溶液。

5.4 2,6-二硝基酚($\text{C}_6\text{H}_4\text{N}_2\text{O}_5$) 指示剂:称取 0.2 g 2,6-二硝基酚溶于 100 mL 水中。

5.5 偏钒钼酸铵溶液:

钼酸铵 [$(\text{NH}_4)_6\text{MO}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$] 溶液:将 25 g 钼酸铵溶于 400 mL 水中。

偏钒酸铵(NH_4VO_3) 溶液:将 1.25 g 偏钒酸铵溶于 300 mL 沸水中,冷却后,加入 250 mL 浓硝酸,冷却至室温。

将钼酸铵溶液慢慢加入偏钒酸铵溶液中稀释至 1 000 mL,若有沉淀应过滤。

5.6 磷标准储备液:准确称取经 105~110℃ 烘干 1 h 在干燥器中冷却至室温的磷酸二氢钾(KH_2PO_4) 2.197 0 g,溶于水中,定容至 500 mL。此标准溶液磷浓度为 1 mg/mL。本溶液在玻璃瓶中可贮存 6 个月。

5.7 磷标准使用液:吸取磷标准储备液(5.6) 10 mL 于 500 mL 容量瓶中定容,此溶液磷含量为 20 $\mu\text{g/mL}$ 。

6 仪器

a) 可见光分光光度计;

2

- b)分析天平;
- c)可调温电炉。

注:所有玻璃器皿均应用稀酸或稀硝酸浸泡。

7 操作步骤

7.1 标准曲线的绘制

分别吸取磷标准使用液(5.7)0.00,1.00,2.00,4.00,5.00,6.00,8.00 mL加入7个50 mL容量瓶中,滴加2,6-二硝基酚指示剂(5.4)2滴,用10%无水碳酸钠溶液(5.3)调至黄色,再加入10 mL偏钒钼酸铵混合溶液(5.5)后定容。即得0.00,0.40,0.80,1.60,2.00,2.40,3.20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 磷标准系列溶液,放置30 min,在波长420 nm处用3 cm比色皿进行比色,读取吸收值。以吸收值为纵坐标,磷浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标,绘制标准曲线。

7.2 试样消解

称取约0.5 g的试样,精确至0.0001 g,于锥形瓶中用水润湿样品,加入3 mL浓硫酸(5.1),滴加7~10滴高氯酸(5.2),瓶口盖一小漏斗,将锥形瓶置于电炉上加热消煮,开始温度不宜过高,炉丝微红,勿使硫酸冒白烟,消化5~8 min如样品呈灰白色,继续消煮,使硫酸发烟回流,全部消煮时间40~60 min。取下锥形瓶冷却至室温,将瓶内消煮液全部转移到100 mL容量瓶中,加水至刻度,摇匀,静置,得到上清液A用于(7.3)测定。

注

- 1 应使用可调温电炉,开始消煮时温度不宜过高,电炉丝微红即可,当消煮至高氯酸烟雾消失,提高温度使硫酸发烟回流,但要防止溶液溅出。
- 2 在消解过程中,若样品呈黑色或棕色,则表示高氯酸用量不足,此时可移下锥形瓶稍冷后,补加高氯酸再放到电炉上加热,直至样品呈灰白色。

7.3 试样的测定

7.3.1 显色

吸取 5 mL(7.2)得到的上清液 A 于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至总体积约 3/5 处。滴加 2,6-二硝基酚指示剂(5.4)2 滴,用 10% 无水碳酸钠溶液(5.3)调至黄色,以下操作同标准曲线。

7.3.2 比色

室温下放置 30 min,在波长 420 nm 处,用 3 cm 比色皿进行比色,以空白试验为参比液调节仪器零点,进行比色测定,读取吸光值。从校准曲线上查得相应的含磷量。

8 分析结果的表述

垃圾中全磷 c 的百分含量用下式表示:

$$c = \frac{m \cdot V_1 \cdot V_3}{m_{\text{样}} \cdot V_2 \times 10^6} \times 100$$

式中: m ——从标准曲线上查得待测液中磷的浓度,mg/L;

$m_{\text{样}}$ ——称样量,g;

V_1 ——消解液定容体积,mL;

V_2 ——消解液吸取量,mL;

V_3 ——待测液定容体积,mL。

9 精密度和准确度

测定两个试样,每个试样分别做了四个平行样,共进行了三批实验,其含量为 0.449%~0.502%,所得相对标准偏差为 1.90%~5.0%。在 0.5 g 试样中加入标准磷 2~5 mg 时,加标回收率范围 96.1%~104.7%。