

# 中华人民共和国城镇建设行业标准

## 生活垃圾渗沥水 总磷的测定 钒钼磷酸盐分光光度法

Leachate—Determination of total  
phosphorus—Spectrophotometric  
molybdovanadophosphate method

CJ/T - 3018.9—93

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了硝酸-硫酸消解法和钒钼磷酸盐分光光度法测定渗沥水中的全磷。

本标准适用于从生活垃圾中渗出来的液体。

本标准测定试料总磷浓度的适用范围为2~10mg/L（以P计）。

硅、砷酸盐、硫化物和过量的钼酸盐等都会引起干扰，二价铁的浓度小于100mg/L不影响测定结果，而氯化物浓度达75mg/L时就有干扰。

### 2 术语

渗沥水中的总磷是指以各种形式存在的磷，包括以正磷酸盐形式存在的无机磷、聚合磷酸盐和有机磷。

### 3 原理

试料中的有机磷，在硝酸-硫酸的联合氧化作用下，被转化成正磷酸盐，聚合磷酸盐也转变成正磷酸盐。

在酸性条件下，正磷酸盐与钼酸铵反应，生成钼磷酸铵的杂多酸盐，当有钒酸盐时，便形成一种稳定的黄色钒钼磷酸盐，黄色的深度与正磷酸盐的浓度成正比，因此可用分光光度计进行比色测定。

### 4 试剂

本标准所用试剂，除另有说明外，均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂，均使用全玻璃蒸馏器制得的重蒸馏水。

4.1 硫酸（ $H_2SO_4$ ）， $\rho=1.84g/mL$ 。

中华人民共和国建设部 1993-05-03 批准

1993-09-01 实施

4.2 硝酸 ( $\text{HNO}_3$ )， $\rho=1.40\text{g/mL}$ 。

4.3 氢氧化钠溶液， $c(\text{NaOH})=6\text{mol/L}$

将240g氢氧化钠 ( $\text{NaOH}$ ) 溶于水，冷却，稀释至1000mL，贮于聚乙烯瓶内。

4.4 盐酸 ( $\text{HCl}$ )，1+1溶液。

4.5 钒酸盐-钼酸盐溶液

4.5.1 溶液A

溶解25g四水钼酸铵  $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_2\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$  于300mL水中。

4.5.2 溶液B

溶解1.25g偏钒酸铵 ( $\text{NH}_4\text{VO}_3$ ) 于300mL沸水中，冷却后加入330mL盐酸 ( $\text{HCl}$ ， $\rho=1.12\text{g/mL}$ )。

将溶液A倾入到溶液B中，混匀，并稀释至1000mL。

4.6 正磷酸盐标准溶液

取几克磷酸二氢钾 ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ) 在105℃干燥至恒重，溶解0.2197g  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  于大约800mL水中，加(1+1)硫酸5mL后，再用水稀释至1000mL。此溶液每毫升含50 $\mu\text{g}$ 磷(以P计)。贮于玻璃瓶内在温度为2~5℃处贮存，至少可保存一星期。

4.7 酚酞指示剂溶液

溶解0.5g酚酞 (Phenolphthalein) 于60mL 95% (V/V) 乙醇中，再加40mL水。

## 5 仪器、设备

实验室常用分析仪器及：

5.1 分光光度计。

5.2 微型凯氏烧瓶：100mL。

## 6 样品

供总磷测定的渗沥水实验室样品量约需100mL，收集在聚乙烯、聚氯乙烯瓶内，但最好收集在玻璃或硼硅玻璃瓶内。一般需在采样后24h内分析，否则滴加硫酸(4.1)酸化到  $\text{pH}<2$ ，贮于阴凉处，则至少可保存三个月之久。

## 7 步骤

### 7.1 消解

消解操作必须在高效的通风柜内进行。

用移液管吸取渗沥水实验室样品(最大为40mL)入微型凯氏烧瓶(5.2)，小心地加2mL硫酸(4.1)，回荡混合。加几粒玻璃珠，缓缓地加热到产生白烟。冷却后小心地加入0.5mL硝酸(4.2)，要一边回荡一边一滴一滴地加入，并加热到棕色烟雾停止产生为止。冷却后还必须用硝酸继续处理，一边回荡一边一滴一滴地加入，直到溶液变清无色。冷却，并在不断回荡下小心地加入10mL水，然后加热到出现白色烟雾为止。

冷却后，在不断回荡下小心地加入20mL水，1滴酚酞指示剂溶液。在继续回荡下小心