



中华人民共和国城镇建设行业标准

CJ/T 101—1999

城市生活垃圾 铅的测定
原子吸收分光光度法

**Municipal domestic refuse—Determination of lead
—Atomic absorption 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

我国的环卫事业起步较晚,城市生活垃圾铅的监测方法在国内是个空白,普遍是借鉴土壤的监测方法,但土壤和生活垃圾的组成和特性不同,为使城市生活垃圾铅的监测方法规范化、标准化,特制定本标准。

本标准是参照 GB 15618—1995《土壤环境质量标准》中总铅的测定方法制定的。

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:陈小平、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 铅的测定
原子吸收分光光度法

CJ/T 101—1999

Municipal domestic refuse—Determination of lead
—Atomic absorption spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了用原子吸收分光光度法测定铅含量的原理、仪器、试剂和操作步骤。

本标准适用于城市生活垃圾中铅的测定。

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 样品的采集与制备

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

试样经硝酸、高氯酸消解后,采用盐酸-碘化钾-甲基异丁基甲

中华人民共和国建设部 1999-11-24 批准

2000-06-01 实施

酮体系萃取富集消解液中的铅,用空气-乙炔火焰原子吸收法测定铅吸光度,用标准曲线法定量。

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,所用水为去离子水。

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

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

5.3 硝酸溶液,1+1(V/V)。

5.4 盐酸溶液,1+1(V/V)。

5.5 2%硝酸溶液(V/V)。

5.6 1%盐酸溶液(V/V)。

5.7 10%抗坏血酸(m/V)。

5.8 16.6%碘化钾水溶液(m/V)。

5.9 铅标准储备液:准确称取 0.100 0 g 光谱纯铅试剂,用 5 mL 硝酸溶液(5.3)稍加热至完全溶解,转移到 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线。此溶液含铅的浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.10 铅标准使用溶液:吸取 5.00 mL 铅标准储备液(5.9)于 100 mL 容量瓶中,用 1% 盐酸溶液定容。此溶液含铅的浓度为 5 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.11 甲基异丁基甲酮(MIBK)。

6 仪器

a)原子吸收分光光度计(具背景校正装置及附件)。

b)铅元素灯。

工作参数:火焰种类 空气-乙炔气(贫焰、蓝色);

波长 283.3 nm;

提升量 2~3 L/min;

气体流量 空气:3.25 L/min;乙炔气:0.70 L/min。

7 操作步骤

7.1 标准曲线的绘制

分别吸取铅标准使用溶液(5.10)0.00,2.00,4.00,6.00,8.00 mL于50 mL比色管中用1%盐酸溶液定容到25 mL。此溶液含铅的浓度分别为0.00,10.00,20.00,30.00,40.00 μg ,然后加入5 mL碘化钾溶液(5.8)、2 mL抗坏血酸溶液(5.7),准确加入5.00 mL甲基异丁基甲酮溶液(5.11),萃取2 min并静置分层。吸取上层有机相用原子吸收分光光度火焰法进行铅的测定。

7.2 试样的测定

称取试样2.0 g,精确至0.0001 g,于250 mL三角瓶中,加少许蒸馏水湿润试样,加浓硝酸10 mL,盖上小漏斗在电热板上低温(120℃)消解近干,取下冷却后再加5 mL高氯酸(视试样中有机质的量而定),继续消化至白烟几乎赶尽残渣变成灰白色近干为止。取下三角瓶冷却后加入1 mL(1+1)盐酸,溶解后将溶液转移到50 mL容量瓶中定容。同时制作两个空白样品。溶液澄清后吸取上清液25.00 mL于50 mL容量瓶中,以下步骤同(7.1)。

8 分析结果的表述

铅的含量 $c(\text{mg}/\text{kg})$ 按下式计算:

$$c = \frac{m \times 2}{m_{\text{样}}}$$

式中: m ——标准曲线上查得试样中铅量, μg ;

2——分取倍数;

$m_{\text{样}}$ ——称样量,g。

所得结果应表示至四位小数。

9 精密度和准确度

实验室测得五批试样铅的相对标准偏差为2.9%,加标回收率为95%~102%。