

中华人民共和国国家标准

水质 钒的测定 钼试剂(BPHA)萃取分光光度法

GB/T 15503—1995

Water quality—Determination of vanadium—
BPHA extraction spectrophotometric method

1 主题内容和适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了测定水和废水中钒的钼试剂萃取分光光度法。

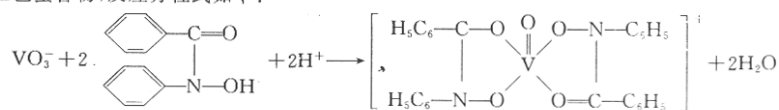
1.2 适用范围

1.2.1 本方法适用于水和废水中钒的测定。

1.2.2 测定范围：使用 1 cm 吸收池，本方法检测限为 0.018 mg/L，测定上限 10.0 mg/L。若测定浓度大于上限，分析前可将样品适当稀释。

2 原理

钼试剂(N-苯酰-N-苯胂)，(缩写 BPHA)为弱酸，在强酸性介质中可与五价钒形成一种微溶于水的桃红色螯合物，反应方程式如下：



该螯合物能定量地被三氯甲烷和乙醇混合液搅拌萃取，在 440 nm 处，分光光度法测定。

3 试剂

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准和分析纯试剂，去离子水或同等纯度水。

3.1 硫酸(H_2SO_4)： $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ 。

3.2 磷酸(H_3PO_4)： $\rho = 1.69 \text{ g/mL}$ 。

3.3 硫酸：(1+1)。

3.4 高锰酸钾溶液：0.5 g/100 mL。称取 0.5 g 高锰酸钾，溶于 100 mL 水中。

3.5 尿素溶液：40 g/100 mL。称取 40 g 尿素，溶于 100 mL 水中。

3.6 亚硝酸钠溶液：0.5 g/100 mL。称取 0.5 g 亚硝酸钠，溶于 100 mL 水中。

3.7 钒标准储备液： $\rho = 0.1000 \text{ mg/mL}$ 。准确称取偏钒酸铵 0.2296 g，溶于水中，加入硫酸(3.3) 2 mL，溶解后移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

3.8 钒标准使用液： $\rho = 10.0 \mu\text{g/mL}$ 。量取 100 mL 钒标准储备液(3.7)稀释于 1000 mL 容量瓶中至刻度。

3.9 钼试剂-三氯甲烷、乙醇混合萃取剂。称取 0.5 g 钼试剂于 50 mL 乙醇和 200 mL 三氯甲烷的溶液中，贮于干燥的 250 mL 试剂瓶中。

国家环境保护局 1995-03-15 批准

1995-08-01 实施

4 仪器

- 4.1 分光光度计:备光程 1 cm 吸收池。
- 4.2 磁力搅拌器。
- 4.3 具玻塞锥形瓶:100 mL。
- 4.4 容量瓶:100 mL、1 000 mL 各数只。

5 样品

用聚乙烯塑料瓶采集样品,样品采集后立即(或尽快)用硝酸酸化至 $\text{pH} < 2$,并放入冰箱($2 \sim 5^\circ\text{C}$)冷藏保存。保存期为六个月。

6 步骤

6.1 试样的制备

取定量废水于具玻塞锥形瓶中,滴加高锰酸钾溶液(3.4)至出现粉红色,静置 1 min。加入尿素溶液(3.5)2 mL。在不断摇动下,滴加亚硝酸钠溶液(3.6)至粉红色消退,并过量 2 滴。加磷酸(3.2)1 mL。以去离子水稀释至体积约为 20 mL。

6.2 校准曲线

于五只 100 mL 锥形瓶中,分别加入 0,1.0,2.0,5.0,10.0 mL 钒标准使用液(3.8),各加入硫酸(3.3)2 mL,按(6.1)方法处理试液。然后用单标线吸管各加入钽试剂混合萃取液(3.9)10.0 mL,加入搅拌珠,加塞,于磁力搅拌器上搅拌 1 min。经搅拌的两相混合物倒入 60 mL 分液漏斗中,静置 1 min,有机相经脱脂棉过滤于 1 cm 吸收池中。于 440 nm 处,以氯仿作参比,进行测定。以钒含量对吸光度作图。

6.3 试样测定

在 6.1 条中制备的水样,按 6.2 条方法进行测定,在校准曲线上查得所测含量。

7 结果的表示

试样中钒的浓度 C (mg/L)按下式计算:

$$C = \frac{m}{V}$$

式中: m —— 由校准曲线得到的钒含量, μg ;

V —— 分析时所取试样体积, mL。

8 精密度和准确度

六个实验室对含钒 6.00 mg/L 的统一发放标准溶液进行分析,得实验室内相对标准偏差为 0.78%,实验室间相对标准偏差为 0.99%,平均加标回收率为 99.3%。

附加说明：

本标准由国家环境保护局规划标准处提出。

本标准由上海市环境保护科学研究所负责起草。

本标准主要起草人杨春林、宋伟。

本标准由中国环境监测总站负责解释。