

HZ-HJ-SZ-0106

水质—钒的测定—催化极谱法

钒具有生物活性，是人体所必需的微量元素之一，可减少龋齿发病率，对造血过程有一定的积极作用，并减弱合成胆固醇的作用，使血管收缩，增强心肌的收缩力，有降低血压的作用。

天然水中钒含量很低，大约浓度为 $1\sim 10\text{ }\mu\text{g/L}$ ，对人和动植物一般不会产生毒害作用。

钒常作为合金钢的添加剂和化学工业中的催化剂使用，因此钢铁、石油、化工、染料、纺织、陶瓷、照相、电子等工业废水中钒含量较多，往往造成污染。

钒能抑制合成胆固醇的某些酶的作用，增加肝内磷脂的氧化。吸入体内会影响消化及神经系统，损害心脏及肾脏。当钒浓度为 0.8mg/L 时，水有异味； 10mg/L 可抑制氨化作用和硝化作用，并使污水的自净能力降低；当浓度为 $10\sim 20\text{mg/L}$ 时可抑制大豆等作物的生长。

1 范围

钒浓度在 $0.2\sim 16\text{ }\mu\text{g/L}$ 范围内与峰电流成线性关系，最低检测限可达 $0.05\text{ }\mu\text{g/L}$ 。本方法可用于地下水、地面水及多种废水中钒的测定。

2 原理

在醋酸-醋酸钠体系中，钒与辛可宁和铜铁试剂的络合物产生一个灵敏的络合催化波，峰电位为 -0.85V （对 Ag/AgCl 电极）左右。该波峰形清晰，具有较高的灵敏度和选择性，大量其他元素共存亦不干扰测定。

3 试剂

所用试剂除注明者外均为分析纯，水为二次重蒸水。

3.1 钒标准溶液：准确称取基准偏钒酸铵（ NH_4VO_3 ，G. R.） 0.2296g 溶于 10mL HCl ，转移至 100mL 容量瓶中，加水定容，摇匀。此溶液钒含量为 1.00mg/mL ，用时可逐级稀释。

3.2 铜铁试剂：水溶液， 5g/L 。

注：铜铁试剂易失效，购买时要注意生产日期，溶液用时现配，如发现颜色发黄或浑浊即应重配。

3.3 辛可宁：乙醇溶液， 0.2g/L （用 95% 乙醇配制）。

3.4 缓冲溶液： 1.5mol/L NaAc 与 2.0mol/L HAc 按 $8:1$ 比例混合。

4 仪器

4.1 极谱分析仪；

4.2 三电极系统；

4.3 记录仪。

5 操作步骤

5.1 试样制备

取一定量水样（经硝酸酸化至 $\text{pH}<2$ 进行样品保存）于烧杯中，加入适量浓 HNO_3 （若取 10mL 水样加 1mL HNO_3 ）于电热板上加热消解至近干，加少许水，转入 25mL 比色管中，再以少量水冲洗烧杯几次，一并洗入比色管中，摇匀。

5.2 校准曲线的绘制

分别各取一定体积的标准溶液置于 10mL 比色管中，加入 2.0mL 铜铁试剂溶液（3.2）， 0.1mL 辛可宁溶液（3.3），以缓冲溶液定容，配成标准系列。倾入电解杯中，在 $-0.50\sim -1.10\text{V}$ 的范围内进行电势扫描，记录峰电流值，对峰高作空白校正后，绘制峰高浓度曲线。

5.3 样品测定

取一定体积已消解好的水样于 10mL 比色管中，其他操作步骤与校准曲线的绘制相同。根据经空白校正后的峰电流高度，在校准曲线上查出待测成分的浓度。

5.4 标准加入法

当样品成分比较复杂时，可采用标准加入法。操作如下：

准确吸取一定量水样置10mL比色管中，按标准溶液测定步骤先测出样品的峰高，然后再加入与样品量相近的标准溶液，依相同的方法再次进行峰高测定。

6 结果计算

$$C_x = \frac{h \cdot C_s \cdot V_s}{(V + V_s)H - V \cdot h}$$

式中： h —水样峰高；

H —水样加标后峰高；

C —加入标准溶液的浓度($\mu\text{g/L}$)；

V_s —加入标准溶液的体积(mL)；

V —测定所取水样的体积(mL)。

7 精密度与准确度

经5个实验室验证，对各自方法测定上限的0.1，0.5，0.9倍浓度水平进行6次平行测定，所得相对标准偏差均小于5%。

对含钒0.24mg/L的统一样品(国家环保总局标样研究所配制)，经4个实验室进行重复测定，室内相对标准偏差为1.04%；室间相对标准偏差为3.96%。

对含量为1~3 $\mu\text{g/L}$ 的地面水进行测定，加标回收率在95%~110%之间；对经稀释后含钒3-20 $\mu\text{g/L}$ 的多种工业废水(如化工、冶炼、染织、制药、鞣革及油漆等行业废水)进行测定，加标回收率为80%~110%。

8 参考文献

魏复盛等编著，水和废水监测分析方法指南(中册)，pp. 441~443，中国环境科学出版社，北京，1997。