

HZ-HJ-SZ-0088

水质—钒的测定—钽试剂(BPHA)萃取分光光度法

1 范围

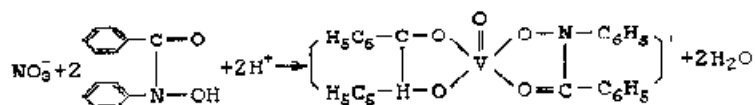
本方法规定了测定水和废水中钒的钽试剂萃取分光光度法。

本方法适用于水和废水中钒的测定。

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

2 原理

钽试剂(N—苯酰—N—苯胺, 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 440nm 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(H₂SO₄): ρ=1.84g/mL。

3.2 磷酸(H₃PO₄): ρ=1.69g/mL。

3.3 硫酸: (1+1)。

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

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

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

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

3.8 钒标准使用液(10.0 μg/mL): 量取 100mL 钒标准贮备液(3.7)稀释于 1000mL 容量瓶中至刻度。

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

4 仪器

4.1 分光光度计: 备光程 1cm 吸收池。

4.2 磁力搅拌器。

4.3 具玻塞锥形瓶: 100mL。

4.4 容量瓶: 100mL、1000mL 各数只。

5 试样制备

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 pH<2, 并放入冰箱(2~5℃)冷藏保存。保存期为六个月。

6 操作步骤

6.1 试样的制备

定量取废水于具玻璃塞锥形瓶中, 滴加高锰酸钾溶液(3.4)至出现粉红色, 静置 1min。过入尿素溶液(3.5)2mL。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)1mL。以去离子水稀释至体积约为 20mL。

6.2 校准曲线

于五只 100mL 锥形瓶中，分别加入 0，1.0，2.0，5.0，10.0mL 钒标准使用液(3.8)，各加入硫酸(3.3)2mL，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)10.0mL，加入搅拌珠，加塞，于磁力搅拌器上搅拌 1min。经搅拌的两相混合物倒入 60mL 分液漏斗中，静置 1min，有机相经脱酯棉过滤于 1cm 吸收池中。于 440nm 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 结果计算

试样中钒的浓度 c (mg/L)按下式计算：

$$c = m/V$$

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 6.00mg/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%。

9 参考文献

GB/T 15503-1995。