

ICS 13.060.01

Z 16

# DB61

## 陕 西 省 地 方 标 准

DB 61/ T 561—2013

---

### 水质 钒的测定 二安替比林苯乙烯基甲烷分光光度法

2013-01-07 发布

2013-03-01 实施

陕西省质量技术监督局 发布

## 前 言

本标准由陕西省环境监测中心站提出。

本标准由陕西省环境保护厅归口。

本标准起草单位：陕西省环境监测中心站。

本标准主要起草人：许锋、李合义、黄国全、吴卫东、王婷。

本标准由陕西省环境监测中心站负责解释。

本标准为首次发布。

# 水质 钒的测定

## 二安替比林苯乙烯基甲烷分光光度法

### 1 范围

本标准规定了测定水中钒的二安替比林苯乙烯基甲烷分光光度法的方法原理、试剂和材料、仪器和设备、样品、分析步骤、结果计算等要求。

本标准适用于饮用水源地地表水、地下水中钒的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

### 3 方法原理

在磷酸介质中，以二价锰为催化剂，二安替比林苯乙烯基甲烷与五价钒反应生成橙红色产物，在540 nm处，分光光度法测定。

### 4 试剂

4.1 分析时均使用优级纯试剂，水为 GB/T 6682-2008 中规定的三级水。

4.2 高锰酸钾溶液， $\rho=0.3$  g/L。

称取0.03 g高锰酸钾溶于水中，稀释至100 mL。

4.3 尿素溶液， $\rho=20$  g/L。

称取2.0 g尿素溶于水中，稀释至100 mL。

4.4 亚硝酸钠溶液， $\rho=0.3$  g/L。

称取0.03 g亚硝酸钠溶于水中，稀释至100 mL。

4.5 硫酸， $\rho=1.84$  g/mL。

4.6 磷酸， $\rho=1.69$  g/mL。

4.7 硫酸锰溶液， $\rho=10$  g/L。

称取5.0 g硫酸锰溶于水中，稀释至500 mL。

4.8 二安替比林苯乙烯基甲烷 (DAVPM) 溶液， $\rho=5$  g/L。

称取0.5 gDAVPM溶于无水乙醇中，稀释至100 mL。

4.9 钒标准贮备液， $\rho=1000$  mg/L。

4.10 钒标准中间液， $\rho=10$  mg/L。

准确移取10.00 mL钒标准贮备液（4.9）于1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.11 钒标准使用液， $\rho=1$  mg/L。

准确移取10.00 mL钒标准中间液(4.10)于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

## 5 仪器

可见分光光度计。

## 6 样品

### 6.1 样品测定范围

水样体积为25 mL,使用10 mm比色皿时,方法的检出限为0.008 mg/L,测定下限为0.032 mg/L,测定上限为0.40 mg/L。

### 6.2 样品采集与贮存

样品采集在聚乙烯瓶内,尽快分析。如需保存,应加硝酸酸化至pH<2,并放入冰箱(2℃~5℃)冷藏保存,可保存6个月。

## 7 分析步骤

### 7.1 样品的预处理

取适量样品于50 mL比色管中,用水稀释至25 mL刻线,加硫酸(4.5)2 mL,滴加高锰酸钾溶液(4.2)至出现粉红色,静置1 min。加入尿素溶液(4.3)4 mL,在不断振摇下,滴加亚硝酸钠溶液(4.4)至粉红色消退,并过量3滴。

### 7.2 工作曲线的绘制

在7个50 mL比色管中,分别加入0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、和10.00 mL钒标准使用液(4.11),其所对应的钒含量分别为0.0 μg、1.0 μg、2.0 μg、4.0 μg、6.0 μg、8.0 μg和10.0 μg,按照样品的预处理(7.1)方法处理。然后加入磷酸(4.6)8.0 mL,硫酸锰溶液(4.7)4.0 mL,再加入DAVPM溶液(4.8)5.0 mL,摇匀。放置30 min后,在波长540 nm处,用10 mm比色皿,以水作参比,测量吸光度。以空白校正后的吸光度为纵坐标,以其对应的钒含量(μg)为横坐标,绘制工作曲线。

### 7.3 样品测定

取一定量经预处理(7.1)后的样品(不超过25 mL),按与工作曲线相同的步骤测量吸光度。

### 7.4 空白试验

用水代替样品,按与样品分析相同步骤(7.3)测定。

## 8 结果计算

样品中钒的浓度按公式(1)计算:

$$\rho = (A_s - A_b - a) / b \times V \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\rho$ ——样品中钒的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$A_s$ ——样品的吸光度;

$A_b$ ——空白试验的吸光度;

$a$ ——校准曲线的截距;

$b$ ——校准曲线的斜率;

$V$ ——取样体积,单位为毫升(mL)。

## 9 精密度和准确度

### 9.1 精密度

6家实验室对浓度分别为0.230 mg/L和0.400 mg/L的样品进行了测定,实验室内相对标准偏差分别为2.4%~4.4%、1.6%~4.0%;实验室间相对标准偏差分别为1.7%和1.2%。

### 9.2 准确度

6家实验室进行加标回收测定,加标量分别为2.00  $\mu\text{g}$ 和4.00  $\mu\text{g}$ ,加标回收率分别在95.0%~103.0%、95.5%~104.5%之间。

---