

地下水水质检验方法
催化极谱法测定钼

1 主题内容与适用范围

本标准规定了催化极谱法测定钼的方法。

本标准适用于测定地下水中的钼。最低检测量为 $0.001\mu\text{g}$ ，其测量范围为 $0.1\sim 40\mu\text{g/L}$ 。

水中一般共存元素不干扰测定，当铁 $>700\mu\text{g}$ 、锰 $>150\mu\text{g}$ 时，影响钼的测定；钨锡的存在也会使钼的催化波降低。但水中这些元素含量甚小，达不到干扰程度，一般不经分离，就可直接测定。

2 方法提要

钼(VI)在氯酸盐-苯羟乙酸-硫酸体系中，能产生一个灵敏度较高、跨度较大的单峰极谱催化波。同时钼与苯羟乙酸形成的络合物，在电极表面与电极发生强烈的吸附现象，所产生的吸附电流使其灵敏度进一步提高。

3 仪器

3.1 极谱仪

3.2 三电极(滴汞、银片、铂丝)。

4 试剂

4.1 硫酸溶液(1+1)。

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

4.3 硫酸溶液(1+7)。

4.4 氯化钠溶液(500g/L)。

4.5 苯羟乙酸溶液($c(\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_3)=0.25\text{mol/L}$)。

4.6 钼标准贮备溶液：称取经 500°C 灼烧过的三氧化钼(MoO_3) 0.1500g 于 50mL 烧杯中，加入固体氢氧化钠 $5\sim 10$ 粒及二次蒸馏水 5mL ，搅拌至全部溶解，移入 1000mL 容量瓶中，用二次蒸馏水定容。此溶液 1mL 含 $100\mu\text{g}$ 钼。

4.7 钼标准溶液：取钼标准贮备溶液(4.6)经逐级稀释至 1mL 含 $0.01\mu\text{g}$ 钼。

5 分析步骤

5.1 样品分析

吸取水样 10.0mL 于 25mL 烧杯中，加入硫酸溶液(4.1)2滴，高氯酸(4.2) 1mL ，于电热板上蒸干，取下冷却。准确加入硫酸溶液(4.3) 1mL ，氯化钠溶液(4.4) 5mL ，苯羟乙酸溶液(4.5) 4mL ，待干涸物溶解，搅拌均匀。将溶液倒入电解池，插入三电极(3.2)，通氮气除氧 3min 。于起始电位 0V 处，作常规极谱图¹⁾，记录峰电流值。

注：1)温度对钼的峰电流影响较大，最好有恒温设备，当无恒温条件时，应保持样品、空白、标准系列测试温度的一致。

5.2 空白试验

吸取 10.0mL 无铅蒸馏水代替试样,按 5.1 步骤进行。

5.3 标准曲线的绘制

准确移取铅标准(4.7)0、0.001……0.010 μg 于一组 25mL 烧杯中,加蒸馏水至 10mL,以下步骤按 5.1 进行。以铅浓度对峰电流,绘制标准曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算铅的质量浓度:

$$\text{Mo}(\text{mg/L}) = \frac{m}{V}$$

式中: m ——从标准曲线上查得的铅量, μg ;

V ——取水样体积,mL。

7 精密度和准确度

同一实验室测定铅含量为 15 $\mu\text{g/L}$ 的水样 10 次,相对标准偏差为 2.7%,回收率为 96%~105%。

附加说明:

本标准由地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部水文地质工程地质研究所归口。

本标准由河南省地矿厅环境地质总站负责起草。

本标准主要起草人吕水明。