

## HZ-HJ-SZ-0105

### 水质—钼的测定—催化极谱法

钼是一切固氮植物所必需的营养成分，对植物内维生素C的合成，含量与分解具有一定作用。钼也是人体黄嘌呤氧化酶、醛氧化酶、亚硫酸氧化酶等多种酶的重要成分，是人体必需的微量元素。

天然水中钼的含量为每升数微克。冶金、电子、石油加工、陶瓷和纺织等工业废水中常含钼，有的铜冶炼厂废水钼含浓度可达0.047mg/L，有色金属加工厂废水钼浓度约为0.057mg/L。可见废水中钼的含量一般比较低。

人和动物体内含钼过多可使钙、磷和铜的代谢受到影响，发生病变。钼酸铵浓度达10mg/L时，可使水的涩味加强；钼浓度为5mg/L时对水体的生物自净作用有抑制效应，并对某些植物(如莴苣)生长有害。日本规定钼的环境水质标准为0.07mg/L，使用ICP-AES或石墨炉原子吸收法测定。

#### 1 范围

钼浓度在0.2~20μg/L的范围内与峰电流成线性关系，方法的最低检测限为0.08μg/L，可用于地面水、地下水及多种废水中钼的测定。

#### 2 原理

在硫酸-二苯羟乙酸-氯酸盐体系中，钼在-0.40V左右(对Ag/AgCl)处产生一灵敏的催化波，该波选择性好，灵敏度高，峰形稳定清晰。大量其他元素共存均不干扰测定，由于方法在底液中引入了一定量的硫酸盐组成缓冲体系( $\text{HSO}_4^-$ - $\text{SO}_4^{2-}$ )，从而稳定了体系中的pH，使方法精密度、准确度进一步改善。

#### 3 试剂

所用试剂除注明外均为优级纯，水为二次重蒸水。

3.1 钼标准溶液：准确称取 $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (于90~95℃烘干1h)0.2522g，加水溶解，转入100mL容量瓶中，加水定容，摇匀，即转入聚乙烯瓶中贮存。此溶液钼含量为1.00mg/mL，用时可逐级稀释。

3.2 1+1硫酸。

3.3 二苯羟乙酸溶液：水溶液，0.5g/L。

3.4 饱和氯酸钾溶液。

3.5 硫酸铵溶液：水溶液，500g/L。

#### 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pH<2进行样品保存)于小烧杯中，加入适量浓 $\text{HNO}_3$ (若取10mL水样加1mL $\text{HNO}_3$ )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

分别取一定体积的标准溶液置于10mL比色管中，加入0.2mL $\text{H}_2\text{SO}_4$ (3.2)，0.8mL二苯羟乙酸溶液(3.3)，1.0mL饱和 $\text{KClO}_3$ 溶液，2.0mL $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 溶液(3.5)，用水稀释至标线，摇匀，配成标准系列。倾入电解杯中，在-0.10~-0.70V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，其他操作步骤与标准溶液相同。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

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

式中：  $h$ —水样峰高；

$H$ —水样加标后峰高；

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

对含钼0.10mg/L的统一样品，5个实验室进行重复测定，室内相对标准偏差为2.5%。室内相对标准偏差为3.7%，加标回收率为99.8%—102%。

对含量为0.2~2.0  $\mu\text{g/L}$ 的地面水样进行测定，加标回收率在90%~110%之间，对经稀释后含钼2~20  $\mu\text{g/L}$ 的多种工业废水(如化工、冶炼、五金、制革、油漆、制药、染织等行业废水)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. 439~441，中国环境科学出版社，北京，1997。