

**HZ-HJ-SZ-0052**

**水质—锰的测定—高碘酸钾分光光度法**

**1 范围**

1.1 本方法规定了测定水中锰的高碘酸钾分光光度法。

本方法适用于饮用水、地面水、地下水和工业废水中可滤态锰和总锰的测定。

**1.2 测定范围**

使用光程长为 50mm 的比色皿，试料体积为 25mL 时，方法的最低检出浓度为 0.02mg/L，测定上限为 3mg/L。含锰量高的水样，可适当减少试料量或使用 10mm 光程的比色皿，测定上限可达 9mg/L。

**2 定义**

**2.1 可滤态锰**

样品采集后，立即在现场用 0.45μm 滤器过滤并酸化滤液，滤液中测得的锰量为可溶性锰。

**2.2 总锰**

样品采集后不过滤立即酸化，经消解后测得的锰量。

**3 原理**

在中性的焦磷酸钾介质中，室温条件下高碘酸钾可在瞬间将低价锰氧化到紫红色的七价锰，用分光光度法在 525nm 处进行测定。

**4 试剂**

本方法所用试剂除另有说明外，均为分析纯试剂和蒸馏水或具有同等纯度的水。

4.1 焦磷酸钾—乙酸钠缓冲溶液：称取焦磷酸钾( $K_4P_2O_7 \cdot 3H_2O$ )230g，三水乙酸钠 ( $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ )136g 溶于热水中，冷却后定容到 1L，此溶液浓度焦磷酸钾为 0.6mol/L 乙酸钠为 1.0mol/L。

4.2 硝酸( $HNO_3$ )， $\rho = 1.4g/mL$ 。

4.2.1 硝酸溶液，1+9。

4.2.2 硝酸溶液，1+1。

4.3 高碘酸钾，20g/L 溶液：称 2g 高碘酸钾( $KIO_4$ ，优级纯)溶于 100mL 硝酸(4.2.1)溶液中。

4.4 锰标准储备液，1.00g/L：称取 1.000g 纯度不低于 99.9% 的电解锰，溶于 20mL 硝酸(4.2.2)溶液中，微热全溶后移入 1000mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

4.5 锰标准使用液，50.0μg/mL：吸取 10.00mL 锰标准储备液(4.4)于 200mL 容量瓶中，用水稀释至标线，摇匀。

4.6 硫酸( $H_2SO_4$ )， $\rho = 1.84g/mL$ 。

4.6.1 硫酸溶液，1+1。

4.7 氨水( $NH_3 \cdot H_2O$ )， $\rho = 0.90g/mL$ 。

4.7.1 氨水溶液，1+5。

**5 仪器**

一般实验室仪器和分光光度计。

**6 试样制备**

用硬质玻璃瓶或聚乙烯瓶采集实验室样品，低价锰易氧化到四价形成沉淀吸附在瓶壁上，采样后加入硝酸，调节样品的 pH 值使之在 1~2 之间。

**7 操作步骤**

**7.1 前处理**

7.1.1 测定可滤态锰时样品的前处理

7.1.1.1 低色度的清洁水可不经任何前处理直接测定。

7.1.1.2 色度校正：如样品有色但不太深时，可在测定样品的同时，另取一份试料不加任何试剂，仅用水稀释至标线后测定其吸光度，试料测得的吸光度扣除此色度校正值后，再行计算结果。

7.1.1.3 严重污染的废水应分取 25mL 试料于 100mL 锥形瓶中，加入 5mL 硝酸(4.2)和 2mL 硫酸(4.6.1)加热直至硫酸烟冒至将尽，取下，冷却，滴加 3~4 滴硝酸(4.2.2)少量水，加热使盐类溶解，冷却，滴加氨水(4.7.1)调节酸度至 pH=1~2 后移入 50mL 容量瓶中再行测定。

#### 7.1.2 测定总锰时样品的前处理

测定总锰时，取酸化混匀后未经过滤的水样按(7.1.1.3)进行前处理。

#### 7.2 空白试验

按与试料完全相同的处理步骤进行空白试验，仅用 25mL 水代替试料。

#### 7.3 测定

根据不同测定要求和样品色度、污染情况，取 25mL 试料，按(7.1)操作进行前处理后移入 50mL 容量瓶中，加入 10mL 焦磷酸钾—乙酸钠缓冲液(4.1)，3mL 高碘酸钾溶液(4.3)，用水稀释至标线，摇匀，放置 10min 后以水作参比，用 50mm 比色皿在 525nm 处测量吸光度。

#### 7.4 校准

向一系列 50mL 容量瓶中分别加入 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50mL 锰标准使用液(4.5)，用水稀释至 25mL，加入 10mL 焦磷酸钾—乙酸钠缓冲溶液(4.1)，以下操作按 7.3 条进行。

以测得的吸光度为纵坐标，锰量为横坐标绘制校准曲线，并进行相应的回归计算。

### 8 结果计算

锰浓度  $c$  (mg/L)，按下式计算：

$$c = m/V$$

式中： $m$ ——由标准曲线查得的试料含锰量， $\mu\text{g}$ ；

$V$ ——试料的体积，mL。

或按得到的回归方程计算。

### 9 精密度和准确度

8 个实验室测定了锰浓度为 0.2mg/L 的地面水和浓度水平为 35mg/L 的工业废水统一样品。

#### 9.1 重复性

各实验室测定锰浓度为 0.2mg/L 的地面水样时，其重复性为 0.0089mg/L，变异系数为 3.94%；浓度水平为 35mg/L 的工业废水重复性为 0.33mg/L，变异系数为 0.94%。

#### 9.2 再现性

8 个实验室测定锰浓度为 0.20mg/L 地面水样的再现性为 0.045mg/L，变异系数为 19.9%；浓度为 35mg/L 的工业废水的再现性为 1.27mg/L，变异系数为 3.64%。

#### 9.3 准确度

8 个实验室测定锰浓度为 0.20mg/L 的地面水时，加标回收率的均值为 99.2%；浓度为 35mg/L 的工业废水的加标回收率的均值为 101%。

### 10 备注

酸度是发色完全与否的关键条件，酸性保存的样品，分析前应调至 pH=1~2，不得低于 1。样品消化，不能蒸干，一旦蒸干铁锰等盐类很难复溶，将导致结果偏低，样品消化后亦应调节 pH=1~2，以利发色。

### 9 参考文献

GB11906-89。