

中华人民共和国国家标准

水质 锰的测定 高碘酸钾分光光度法

GB 11906—89

Water quality—Determination of manganese—
Potassium periodate spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

1.1 本标准规定了测定水中锰的高碘酸钾分光光度法。

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

2 定义

2.1 可滤态锰

样品采集后, 立即在现场用 0.45 μm 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 525 nm 处进行测定。

4 试剂

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

4.2 硝酸(HNO_3), $\rho = 1.4$ g/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, 20 g/L 溶液: 称 2 g 高碘酸钾(KIO_4 , 优级纯)溶于 100 mL 硝酸(4.2.1)溶液中。

4.4 锰标准储备液, 1.00 g/L: 称取 1.000g 纯度不低于 99.9% 的电解锰, 溶于 20 mL 硝酸(4.2.2)溶液中, 微热全溶后移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀。

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

4.6 硫酸(H_2SO_4), $\rho = 1.84$ g/mL。

4.6.1 硫酸溶液,1+1。

4.7 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$), $\rho = 0.90 \text{ g/mL}$ 。

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 采样和样品

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 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 25 mL 试料于 100 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 硝酸(4.2)和 2 mL 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 $\text{pH} = 1 \sim 2$ 后移入 50 mL 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 25 mL 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 25 mL 试料,按(7.1)操作进行前处理后移入 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 焦磷酸钾-乙酸钠缓冲液(4.1),3 mL 高碘酸钾溶液(4.3),用水稀释至标线,摇匀,放置 10 min 后以水作参比,用 50 mm 比色皿在 525 nm 处测量吸光度。

7.4 校准

向一系列 50 mL 容量瓶中分别加入 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 mL 锰标准使用液(4.5),用水稀释至 25 mL,加入 10 mL 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 结果的表示

锰浓度 C (mg/L),按下式计算:

$$C = \frac{m}{V}$$

式中: m —— 由标准曲线查得的试料含锰量, μg ;

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0.2 mg/L的地面水和浓度水平为35 mg/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0.2 mg/L的地面水样时,其重复性为0.008 9 mg/L,变异系数为3.94%;浓度水平为35 mg/L的工业废水重复性为0.33 mg/L,变异系数为0.94%。

9.2 再现性

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

9.3 准确度

8个实验室测定锰浓度为0.20 mg/L的地面水时,加标回收率的均值为99.2%;浓度为35 mg/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 $\text{pH}=1\sim 2$,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 $\text{pH}=1\sim 2$,以利发色。

附加说明:

本标准由国家环境保护局标准处提出。

本标准由浙江省环境监测中心站负责起草。

本标准主要起草人陆遐南。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。