

地下水水质检验方法
过硫酸铵分光光度法测定锰

1 主题内容与适用范围

本标准规定了过硫酸铵分光光度法测定锰的方法。

本标准适用于地下水中锰的测定。最低检测量为 $10\mu\text{g}$ ，最佳测量范围为 $0.2\sim 2.4\text{mg/L}$ 。

2 方法提要

在酸性溶液中，有催化剂银盐存在时，用过硫酸铵将低价锰氧化为高锰酸根，其颜色深度与锰的含量成正比，借以比色测定锰的含量。加入碘化汞（与氯离子形成难离解的氯化汞）而消除氯化物的干扰。

3 仪器

分光光度计。

4 试剂

4.1 硫酸汞-磷酸混合溶液：称取硫酸汞(HgSO_4)7.5g 溶于 900mL 硝酸溶液(2+1)中，加入浓磷酸($\rho=1.69\text{g/mL}$)20mL 和硝酸银(AgNO_3)0.5g 搅拌溶解后，用蒸馏水稀释至 1000mL。

4.2 过硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8]$ 。

4.3 锰标准贮备溶液：称取高纯锰 0.1000g 溶于 5mL 硝酸溶液(1+1)中，移入 1000mL 容量瓶中定容。此溶液 1mL 含 0.10mg 锰。

4.4 锰标准溶液：移取锰标准贮备溶液(4.3)10.0mL 于 100mL 容量瓶中定容。此溶液 1mL 含 $10.0\mu\text{g}$ 锰。

5 分析步骤

5.1 样品分析

取硝酸酸化水样 50.0mL 于 150mL 烧杯中，加硫酸汞-磷酸混合溶液(4.1)2.5mL，加热至 $60\sim 70^\circ\text{C}$ 。加过硫酸铵(4.2)0.4~0.6g，盖上小表皿，加热煮沸 1min，取下冷却后，洗入 50mL 比色管中，用蒸馏水定容。于分光光度计 530nm 波长处，以空白溶液作参比，用 3cm 比色杯测其吸光度。

5.2 空白试验

取 50mL 蒸馏水代替水样，以下步骤同 5.1。

5.3 标准曲线的绘制

准确移取锰标准(4.4)0、10.0、20.0……120 μg 于 150mL 烧杯中，加蒸馏水至 50mL，以下步骤同

5.1。以锰的浓度对其吸光度绘制标准曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算锰的质量浓度：

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

式中： m ——从标准曲线上查得锰的含量， μg ；

V ——取水样体积， mL 。

7 精密度和准确度

同一实验室测定锰含量为 2.19 和 0.15 mg/L 的水样时，其平行测定 7 次的相对标准偏差分别为 1.0% 和 6.0%。水样加 20 μgMn^{2+} 的回收率为 87% 至 93%；加 40 μgMn^{2+} 的回收率为 91% 至 96%。



附录 A
标准的有关说明
(参考件)

- A1 水样中含有有机物时,可适当多加一些过硫酸铵。有机物含量较高时,应按下法消化处理:向试样中加 4 滴浓硫酸和 2~5mL 浓硝酸,于电热板上加热至冒浓三氧化硫白烟,取下冷却,加 50mL 蒸馏水溶解干涸物后,按样品分析 5.1 进行。
- A2 本标准加入的硝酸汞溶液只能消除 0.1g 以下氯化物的干扰。氯化物大于 0.1g 时,应少取水样,限制氯化物在 0.1g 以下。
- A3 煮沸时间应保持一致,并不得延长,因过硫酸铵分解后,如继续煮沸,会使七价锰分解而影响结果。

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。

本标准由地质矿产部辽宁省中心实验室负责起草。

本标准主要起草人王裕宣。