

中华人民共和国环境保护行业标准

HJ/T 344 — 2007

水质 锰的测定 甲醛肟分光光度法(试行)

Water quality-Determination of manganese-formaldehyde
oxime spectrophotometry

2007-03-10 发布

2007-05-01 实施

国家环境保护总局 发布

HJ/T 344—2007

中华人民共和国环境保护
行业标准
水质 锰的测定 甲醛脲分光光度法(试行)
HJ/T 344—2007

*

中国环境科学出版社出版发行
(100062 北京崇文区广渠门内大街16号)

网址: <http://www.cesp.cn>

电子信箱: bianji4@cesp.cn

电话: 010-67112738

印刷厂印刷

版权专有 违者必究

*

2007年5月第1版 开本 880×1230 1/16

2007年5月第1次印刷 印张 0.75

印数 1—2000 字数 30千字

统一书号: 1380209·098

定价: 10.00元

目 次

前言	iv
1 适用范围	1
2 原理	1
3 试剂	1
4 仪器	1
5 干扰的消除	1
6 试样制备	2
7 步骤	2
8 结果的计算	2
9 精密度和准确度	2

前 言

为规范《地表水环境质量标准》(GB 3838—2002)的实施工作,制定本试行标准。

本标准规定了饮用水及未受严重污染的地表水的水样中锰的甲醛肟分光光度法。

本标准适用于饮用水及未受严重污染的地表水的水样中锰的测定。

本标准首次制定。

本标准由国家环境保护总局科技标准司提出。

本标准由国家环境保护总局水和废水监测分析方法编委会组织中国环境监测总站等单位起草。

本标准国家环境保护总局 2007 年 3 月 10 日批准。

本标准自 2007 年 5 月 1 日起实施。

本标准由国家环境保护总局解释。

水质 锰的测定 甲醛肟分光光度法（试行）

1 适用范围

本标准适用于饮用水及未受严重污染的地表水的水样中总锰的测定，不适用于高度污染的工业废水的测定。方法最低检出质量浓度为 0.01 mg/L，测定质量浓度范围为 0.05 ~ 4.0 mg/L，校准曲线范围为 2 ~ 40 μg/50 ml。

2 原理

在 pH 为 9.0 ~ 10.0 的碱性溶液中，锰（II）被溶解氧氧化为锰（IV），与甲醛肟生成棕色络合物。反应式为： $\text{Mn}^{4+} + 6\text{H}_2\text{C} = \text{NOH} \rightarrow [\text{Mn}(\text{H}_2\text{C} = \text{NO})_6]^{2-} + 6\text{H}^+$

该络合物的最大吸收波长为 450 nm，其摩尔吸光系数为 $1.1 \times 10^4 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{cm})$ 。锰质量浓度在 4.0 mg/L 以内，质量浓度和吸光度之间呈线性关系。

3 试剂

本标准所用试剂除另有注明外，均为符合国家标准和分析纯化学试剂；实验用水为新制备的去离子水。所有玻璃器皿使用前均需用（1+10）盐酸浸泡，再用水冲洗干净。

3.1 氢氧化钠溶液，160 g/L：溶解 16 g 氢氧化钠（NaOH）于水中，用水稀释至 100 ml。

3.2 1 mol/L $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ 溶液：称取 37.2 g $2\text{H}_2\text{O} \cdot \text{Na}_2\text{-EDTA}$ 置烧杯中，加入氢氧化钠溶液（3.1）约 50 ml，边加边搅，至完全溶解，以水稀释至 100 ml，贮聚乙烯瓶中。

3.3 甲醛肟溶液：称取 10 g 盐酸羟胺溶解在约 50 ml 水中，加 35% 甲醛溶液（ $\rho_{20} = 1.08 \text{ g/ml}$ ）5 ml，用水稀释至 100 ml。将此溶液贮存于冰箱中。贮存期至少为 1 个月。

3.4 4.7 mol/L 氨溶液：取 70 ml 氨水（ $\rho_{20} = 0.91 \text{ g/ml}$ ），用水稀释至 200 ml。

3.5 6 mol/L 盐酸羟胺溶液：将 41.7 g 盐酸羟胺溶于水中并稀释至 100 ml。

3.6 氨-盐酸羟胺混合溶液：将试剂（3.4）、（3.5）等体积混合。

3.7 过硫酸钾。

3.8 硝酸： $\rho_{20} = 1.42 \text{ g/ml}$ ，优级纯。

3.9 （1+10）盐酸溶液。

3.10 0.4% 硝酸溶液：取 4 ml 硝酸（3.8）用水稀释至 1 000 ml。

3.11 锰标准贮备液：称取 0.170 2 g 一级硫酸锰（ $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）溶于水中，加入 5 ml 硫酸，转移此溶液于 500 ml 容量瓶中，用水稀释至标线。溶液每毫升含锰 100 μg。

3.12 锰标准溶液：移取锰标准贮备液（3.11）10.00 ml 置 100 ml 容量瓶中，用水稀释至标线。此溶液每毫升含锰 10.0 μg。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 pH 计。

5 干扰的消除

铁、铜、钴、镍、钒、铈均与甲醛肟形成络合物，干扰锰的测定，加入盐酸羟胺和 EDTA 可减少

其干扰。在本工作条件下，测定 20 μg 锰时，铁 200 μg ，铜、钴、镍、铀、钍、钨、钼、钨各 50 μg ，钙 20 mg，镁 10 mg，铝 1 mg，氯根、硝酸根、硫酸根、磷酸根、碳酸根各 50 mg，氟 2 mg 均不干扰测定。10 μg 钒产生 7.5% 正干扰，20 μg 铈产生 4.0% 负干扰。

6 试样制备

6.1 经酸化至 pH 约为 1 的清洁水，一般可直接用于测定。

6.2 含有悬浮二氧化锰和有机锰的水样，需进行预处理。取一定量水样置锥形瓶中，每 100 ml 水样加硝酸 (3.8) 1 ml，过硫酸钾 (3.7) 0.5 g 及数粒玻璃珠，加热煮沸约 30 min，稍冷后，以快速定性滤纸过滤，用硝酸溶液 (3.10) 洗涤数次，然后用硝酸 (3.10) 稀释到一定体积。

7 步骤

7.1 显色

视锰含量分取一定体积水样置 100 ml 烧杯中，用氢氧化钠溶液 (3.1) 在 pH 计上调节水样 pH 至 7 左右。然后转移至 50 ml 容量瓶中。用水稀释至约 40 ml，加入 1 mol/L $\text{Na}_2\text{-EDTA}$ 溶液 (3.2) 0.5 ml，甲醛肟溶液 (3.3) 0.5 ml，氢氧化钠溶液 (3.1) 1.8 ml。摇匀，放置 5 ~ 10 min，加入氨 - 盐酸羟胺混合溶液 (3.6) 3 ml。加水至刻度，摇匀，放置 20 min。显色完毕后，摇动时有大量气体产生，要慢慢将容量瓶盖打开，防止溶液溅出。

7.2 测量

将显色液倒入 50 mm 比色皿中，在分光光度计上，于 450 nm 波长处，以水作参比测量吸光度，并作空白校正。

7.3 校准曲线

于一系列 50 ml 容量瓶 (A 级) 中，分别加入 0、0.20、0.50、1.00、2.00、3.00、4.00 ml 锰标准溶液 (3.12)，用水稀释至约 40 ml。以下按样品测定步骤进行显色和测量。以锰含量为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。

8 结果的计算

锰的质量浓度按下式计算：

$$\rho(\text{Mn}) = \frac{m}{V}$$

式中： $\rho(\text{Mn})$ ——锰的质量浓度，mg/L；

m ——根据校准曲线计算出的水样中锰的质量浓度， μg ；

V ——取样体积，ml。

9 精密度和准确度

试样含锰为 0.085 mg/L 时，六次测定的相对标准偏差为 6.8%，含锰为 0.204 mg/L 时，为 4.9%；方法加标回收率为 95% ~ 105%。