

# 高碘酸钾氧化甲酚红催化动力学光度法测定水中痕量锰

刘英华

(上海市南汇区环境监测站,上海 201300)

**摘要:**研究了在氢氧化钠介质中,锰强烈催化高碘酸钾氧化甲酚红的褪色反应,建立了高碘酸钾氧化甲酚红催化动力学光度法测定水中痕量锰的新方法,优化了试验条件,讨论了共存离子的影响。方法最大吸收波长为 570 nm,在 0.020 mg/L ~ 0.200 mg/L 范围内线性良好,检出限为 0.005 mg/L,水样平行测定的 RSD = 2.2%,加标回收率为 97.9% ~ 101%。

**关键词:**锰;高碘酸钾;甲酚红;催化动力学光度法;水质

**中图分类号:** O657.32 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2010)03-0053-02

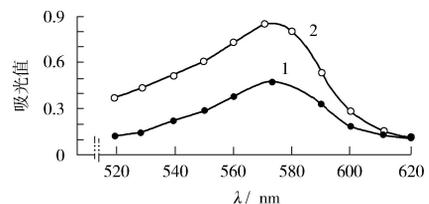
锰是重要的生命元素,分布在人体的肝、胰、脑、肌肉等处。锰也是一种人体必需的微量元素,参与多种酶的合成,促进人体发育,特别是骨骼生长,并具有抗癌作用。人体内的微量元素都有一个适量范围,锰缺乏或过量均可使人致病。催化动力学光度法测定锰已有报道<sup>[1-6]</sup>,但采用高碘酸钾在氢氧化钠介质中氧化甲酚红的催化动力学光度法<sup>[7]</sup>测定水中痕量锰尚未见报道。研究发现,在氢氧化钠介质中,锰能强烈催化高碘酸钾氧化甲酚红的褪色反应<sup>[8-9]</sup>,体系灵敏度高,选择性好。

比色皿,以去离子水为空白,于 570 nm 波长处,分别测定催化体系和非催化体系反应的吸光值  $A$  和  $A_0$ ,计算  $A = A_0 - A_0$ 。

## 2 结果与讨论

### 2.1 吸收光谱

吸收光谱曲线见图 1。两种体系在氢氧化钠介质中,吸收曲线形状相似,最大吸收波长均在 570 nm 处,此处  $A$  值也最大,说明痕量锰即能显著催化  $KD_4$  氧化甲酚红褪色。



1—催化体系; 2—非催化体系。

图 1 吸收光谱曲线

Fig 1 Spectral absorption curve

## 1 试验

### 1.1 主要仪器与试剂

TU-1800SPC 型紫外-可见分光光度计,北京普择通用仪器有限公司; H.H.S4 型电热恒温水浴锅,上海圣欣科学仪器有限公司。

500 mg/L 锰标准储备液:准确称取 0.768 2 g  $MnSO_4 \cdot H_2O$ ,用去离子水溶解后定容至 500 mL 容量瓶中,摇匀,临时稀释成 5.00 mg/L 锰标准工作溶液; 0.01 mol/L  $KD_4$  溶液; 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液;  $6.5 \times 10^{-4}$  mol/L 甲酚红溶液;以上试剂均为分析纯;试验用水为二次去离子水。

### 1.2 试验方法

在两支 25.0 mL 具塞比色管中,依次加入 1.0 mL 甲酚红溶液、1.0 mL 氢氧化钠溶液、3.0 mL  $KD_4$  溶液,其中一支比色管中加入 0.5 mL 锰标准工作溶液(催化体系),另一支不加(非催化体系),用去离子水定容后摇匀,置于 100 沸水浴中,加热 3 min,取出后立即用流水冷却。用 1 cm

### 2.2 试验条件优化

#### 2.2.1 碱度的影响

试验表明,在酸性条件下,锰不能催化  $KD_4$  氧化甲酚红褪色,而在碱性条件下则能强力催化。当氢氧化钠溶液用量为 1.0 mL 时,  $A$  值最大且稳定。

收稿日期: 2010-02-03; 修订日期: 2010-03-17

作者简介:刘英华(1975—),女,上海人,工程师,本科,从事环境监测与管理工作。

### 2.2.2 试剂用量的影响

考察了试剂用量对试验的影响,结果表明,甲酚红溶液用量在 1.0 mL ~ 4.0 mL 范围内, A 值最大且基本稳定,该试验选择 1.0 mL;  $KD_4$  溶液用量在 2.0 mL ~ 3.5 mL 范围内,随着用量增加 A 值逐渐增大,超过 3.5 mL, A 值逐渐减小,该试验选择 3.0 mL。

### 2.2.3 温度的选择

试验表明,在室温下,  $KD_4$  氧化甲酚红的褪色反应几乎不发生;当温度低于 90 时,催化反应速度缓慢;当温度高于 90 时,随着温度升高, A 值增大。为便于控制反应温度,该试验选择 100 恒温水浴加热。

### 2.2.4 反应时间的选择

在选定的试验条件下,当催化反应时间为 2 min ~ 4 min 时,随着时间增加, A 值线性增大;当反应时间超过 4 min, A 值会偏离线性。为提高准确度和灵敏度,该试验选择反应时间为 3 min。

### 2.2.5 反应终止及体系稳定性

在选定的试验条件下,将两种体系在沸水浴中加热 3 min,流水冷却,立即测量或放置不同时间 (0 min ~ 30 min) 后测量,吸光值未见变化,说明当体系冷却至室温后,即可终止反应,得到的测定结果稳定。

### 2.3 共存离子的影响

按试验方法,对 25 mL 溶液中 2.0  $\mu$ g 锰测定,当相对误差 <  $\pm 5\%$  时,共存离子的允许量 (以倍数计) 分别为:  $Al^{3+}$ 、 $Fe^{3+}$ 、 $Ag^+$ 、 $Br^-$ 、 $CO_3^{2-}$ 、 $NH_4^+$ 、 $Zn^{2+}$ 、 $Cu^{2+}$  (50);  $Na^+$ 、 $K^+$ 、 $F^-$ 、 $Cl^-$ 、 $NO_3^-$ 、 $SO_4^{2-}$ 、 $Ca^{2+}$  (100);  $Ba^{2+}$ 、 $Sr^{2+}$ 、 $Pb^{2+}$  (200)。

### 2.4 工作曲线与方法检出限

按试验方法,在拟定条件下,测定 0.020 mg/L ~ 0.200 mg/L 锰标准溶液系列,以 A 值为纵坐标、质量 m 为横坐标,绘制工作曲线,回归方程为  $A = 0.148m + 0.070$ ,相关系数  $r = 0.9991$ 。

平行测定空白溶液 20 次,根据 3 倍标准偏差除以斜率,计算方法检出限<sup>[10]</sup>为 0.005 mg/L。

### 2.5 样品测定及精密度与加标回收试验

低色度的清洁水样可不经前处理直接测定。悬浮物较多或色度较深的废水样品,可充分搅匀后,准确移取 25 mL 置于 100 mL 烧杯中,加入

10 mL  $HNO_3/HClO_4$  混合溶液 (体积比为 4:1),加热消解至冒白烟,此时溶液近干,稍冷,加适量水溶解,同时用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液调至中性,定容至 25 mL 容量瓶中,移取 10 mL (浓度高时可适当少取),按试验方法测定,同时做精密度与加标回收试验,结果见表 1。

表 1 样品测定及精密度与加标回收试验结果 (n = 8)

Table 1 Results of sample tests, precision and spiked recovery (n = 8)

样品	测定均值 $/(mg \cdot L^{-1})$	RSD /%	加标量 m/ $\mu$ g	回收率 /%
地表水	0.118	1.4	2.00	97.9
废水	0.767	2.2	2.00	101

## 3 结语

采用在碱性介质中,高碘酸钾氧化甲酚红的催化动力学光度法测定水中痕量锰,方法简便,灵敏度高,精密度与准确度良好,拓宽了高碘酸钾分光光度法在水质锰测定方面的应用范围。

### [参考文献]

- [1] 吴旺喜,金泽祥,刘汉东,等. 土壤中锰的形态的分析方法研究 [J]. 理化检验 - 化学分册, 2003, 39 (2): 99 - 101.
- [2] 刘洪,段友构. 紫苏叶中痕量锰的催化动力学光度法测定 [J]. 食品科学, 2004, 25 (4): 134 - 136.
- [3] 赵霞,郭洁,曹秋娥,等. 催化动力学光度法测定痕量锰 [J]. 理化检验 - 化学分册, 2005, 41 (8): 593 - 594.
- [4] 黄绳炳. 高碘酸钾氧化灿烂甲酚兰催化光度法测定微量锰 [J]. 化学工程与装备, 2007 (2): 79 - 80.
- [5] 庄会荣,朱化雨. 高碘酸钾 - 番红花催化动力学光度法测定痕量锰的研究 [J]. 冶金分析, 2004, 24 (3): 5 - 7.
- [6] 郑怀礼,姚秉华,姚加飞,等. 催化动力学光度法测定痕量锰的研究进展 [J]. 光谱学与光谱分析, 2005 (8): 1312 - 1314.
- [7] 陈玉静,王玉宝,唐清华. 催化动力学光度法测定沉积物中痕量镍 [J]. 环境监测管理与技术, 2006, 18 (6): 32 - 33.
- [8] 林清赞,钟勇,许金钧. 催化褪色光度法测定微量锰 ( ) 的研究 [J]. 分析化学 - 研究简报, 1995, 23 (3): 340 - 342.
- [9] 唐清华,王玉宝,陈玉静. 靛红褪色光度法测定水中苯酚 [J]. 环境监测管理与技术, 2006, 18 (5): 25 - 26.
- [10] 金洪沫,张晓霞,刘东方,等. 浊点萃取 - 分光光度法测定水中痕量六价铬 [J]. 环境监测管理与技术, 2009, 21 (4): 51 - 53.

本栏目责任编辑 姚朝英