

中华人民共和国国家标准

水质 钙和镁的测定 原子吸收分光光度法

GB 11905—89

Water quality—Determination of calcium and
magnesium—Atomic absorption spectrophotometric method

引言

本标准等效采用国际标准 ISO 7980—1986《水质—钙和镁的测定—原子吸收分光光度法》。

1 主题内容与适用范围

1.1 主题内容

本标准规定了测定水中钙和镁的原子吸收分光光度法。

1.2 适用范围

本标准适用于测定地下水、地面水和废水中的钙、镁。

本标准适用的校准溶液浓度范围(见表1)与仪器的特性有关,随着仪器的参数变化而变化。通过样品的浓缩和稀释还可使测定实际样品浓度范围得到扩展。

表1 测定范围及最低检出浓度

mg/L

元素	最低检出浓度	测定范围
钙	0.02	0.1~6.0
镁	0.002	0.01~0.6

1.3 干扰

原子吸收法测定钙镁的主要干扰有铝、硫酸盐、磷酸盐、硅酸盐等,它们能抑制钙、镁的原子化,产生干扰,可加入镧、钪或其它释放剂来消除干扰。火焰条件直接影响着测定灵敏度,必须选择合适的乙炔量和火焰观测高度。试样需检查是否有背景吸收,如有背景吸收应予以校正。

2 定义

2.1 可滤态钙、镁:未酸化的样品中能通过 0.45 μm 滤膜的钙镁成分。

2.2 不可滤态钙、镁总量:未经过滤的样品经消解后测得的钙、镁浓度,或样品中可滤态和不可滤态两部分钙、镁浓度总和。

3 原理

将试液喷入火焰中,使钙、镁原子化,在火焰中形成的基态原子对特征谱线产生选择性吸收。由测得的样品吸光度和校准溶液的吸光度进行比较,确定样品中被测元素的浓度。选用 422.7 nm 共振线的吸收测定钙,用 285.2 nm 共振线的吸收测定镁。

国家环境保护局 1989-12-25 批准

1990-07-01 实施

4 试剂

除另有说明外,分析时均使用符合国家标准或专业标准的分析纯试剂,去离子水或同等纯度的水。

4.1 硝酸(HNO_3), $\rho = 1.40 \text{ g/mL}$ 。

4.2 高氯酸(HClO_4), $\rho = 1.68 \text{ g/mL}$, 优级纯。

4.3 硝酸溶液, 1+1。

4.4 燃料: 乙炔, 用钢瓶气供给, 也可用乙炔发生器供给, 但要适当纯化。

4.5 助燃气: 空气, 一般由气体压缩机供给, 进入燃烧器以前应经过适当过滤, 以除去其中的水, 油和其他杂质。

4.6 镧溶液, 0.1 g/mL : 称取氧化镧(La_2O_3) 23.5 g, 用少量硝酸溶液(4.3)溶解, 蒸至近干, 加 10 mL 硝酸溶液(4.3)及适量水, 微热溶解, 冷却后用水定容至 200 mL。

4.7 钙标准贮备液, 1000 mg/L : 准确称取 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 烘干过的碳酸钙(CaCO_3 , G. R) 2.4973 g 于 100 mL 烧杯中, 加入 20 mL 水, 小心滴加硝酸溶液(4.3)至溶解, 再加 10 mL 硝酸溶液(4.3), 加热煮沸, 冷却后用水定容至 1000 mL。

4.8 镁标准贮备液, 100 mg/L : 准确称取 800°C 灼烧至恒重的氧化镁(MgO , S. P) 0.1658 g 于 100 mL 烧杯中, 加 20 mL 水, 滴加硝酸溶液(4.3)至完全溶解, 再加 10 mL 硝酸溶液(4.3), 加热煮沸, 冷却后用水定容至 1000 mL。

4.9 钙、镁混合标准溶液, 钙 50 mg/L 、镁 5.0 mg/L : 准确吸取钙标准贮备液(4.7)和镁标准贮备液(4.8)各 5.0 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 硝酸溶液(4.3), 用水稀释至标线。

5 仪器

原子吸收分光光度计及相应的辅助设备。

6 样品

6.1 样品的保存

采集代表性水样贮存于聚乙烯瓶中。采样瓶先用洗涤剂洗净, 再在硝酸溶液(4.3)浸泡至少 24 h, 然后用去离子水冲洗干净。

6.2 试样的制备

6.2.1 分析可滤态钙、镁时, 如水样有大量的泥沙, 悬浮物, 样品采集后应及时澄清, 澄清液通过 $0.45 \mu\text{m}$ 有机微孔滤膜过滤, 滤液加硝酸(4.1)酸化至 pH 为 1~2。

6.2.2 分析不可滤态钙、镁总量时, 采集后立即加硝酸(4.1)酸化至 pH 为 1~2。如果样品需要消解, 则校准溶液, 空白溶液也要消解。消解步骤如下: 取 100 mL 待处理样品, 置于 200 mL 烧杯中, 加入 5 mL 硝酸(4.1), 在电热板上加热消解, 蒸至 10 mL 左右, 加入 5 mL 硝酸(4.1)和 2 mL 高氯酸(4.2), 继续消解, 蒸至 1 mL 左右, 取下冷却, 加水溶解残渣, 通过中速滤纸, 滤入 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至标线(消解中使用的高氯酸易爆炸, 要求在通风柜中进行)。

7 步骤

7.1 试料

准确吸取经预处理的试样(6.2), 1.00~10.00 mL(含钙不超过 $250 \mu\text{g}$, 镁不超过 $25 \mu\text{g}$)于 50 mL 容量瓶中, 加入 1 mL 硝酸溶液(4.3)和 1 mL 镧溶液(4.6)用水稀释至标线, 摇匀。

7.2 空白试验

在测定的同时进行空白试验。空白试验时用 50 mL 水取代试样。所用试剂及其用量, 步骤与试料测定完全相同。

7.3 测定

7.3.1 根据表 2 选择波长和调节火焰至最佳工作条件,测定试料(7.1)的吸光度。

表 2 波长及火焰类型

元素	特征谱线波长, nm	火焰类型
钙	422.7	乙炔-空气, 氧化型
镁	285.2	乙炔-空气, 氧化型

7.3.2 根据试料吸光度,在校准曲线上查出(或用回归方程计算出)试料中的钙、镁浓度。

7.4 校准

7.4.1 校准溶液制备

参照表 3,在 50 mL 容量瓶中,依次加入适量的钙、镁混合标准溶液(4.9),以下按 7.1 条步骤制备,至少配制 5 个校准溶液(不包括零点)。

表 3 钙、镁标准系列的配制

序 号	1	2	3	4	5	6	7	8
混合标准溶液 (4.9)体积, mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00	6.00
钙含量, mg/L	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00	6.00
镁含量, mg/L	0	0.05	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60

7.4.2 测定

按 7.3.1 条步骤测定。

7.4.3 校准曲线绘制

用减去空白的校准溶液吸光度为纵坐标,对应的校准溶液的浓度为横坐标作图。

8 结果的表示

$$X = fc$$

式中: X —— 钙或镁含量,以 Ca 或 Mg 计, mg/L;
 f —— 试料定容体积与试样体积之比;
 c —— 由校准曲线查得的钙、镁浓度, mg/L。

9 精密度与准确度

5 个实验室分析(1986 年 12 月)统一分发的合成水样结果。水样中含钙 40.64 mg/L, 含镁 8.39 mg/L。

9.1 重复性

重复性相对标准偏差: 钙为 1.29%, 镁为 1.52%。

9.2 再现性

再现性相对标准偏差: 钙为 1.72%, 镁为 1.70%。

9.3 准确度

相对误差: 钙为 +0.05%, 镁为 -0.30%。

附加说明：

本标准由国家环境保护局标准处提出。

本标准由水电部水质试验研究中心负责起草。

本标准主要起草人冯惠华。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。