

HZ-HJ-SZ-0051

水质—钙和镁的测定—原子吸收分光光度法

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

1 范围

1.1 主题内容

本方法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

本方法适用于测定地下水，地面水和废水中的钙、镁。

本方法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

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

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。

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，可加入锶、镧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 0.45μm 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 422.7nm 共振线的吸收测定钙，用 285.2nm 共振线的吸收测定镁。

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(HNO₃)， $\rho = 1.40\text{g/mL}$ 。

4.2 高氯酸(HClO₄)， $\rho = 1.68\text{g/mL}$ 。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，0.1g/mL：称取氧化镧(La₂O₃)23.5g，用少量硝酸溶液(4.3)溶解，蒸至近干，加 10mL 硝酸溶液(4.3)及适量水，微热溶解，冷却后用水定容至 200mL。

4.7 钙标准贮备液，1000mg/L：准确称取 105~110℃烘干过的碳酸钙(CaCO₃，G.R.)2.4973g 于 100mL 烧杯中，加入 20mL 水，小心滴加硝酸溶液(4.3)至溶解，再加 10mL 硝酸溶液(4.3)，加热煮沸。冷却后用水定容至 1000mL。

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

4.9 钙、镁混合标准溶液, 钙 50mg/L、镁 5.0mg/L: 准确吸取钙标准贮备液(4.7)和镁标准贮备液(4.8)各 5.0mL 于 100mL 容量瓶中, 加入 1mL 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 试样制备

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 24h, 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 0.45μm 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 100mL 待处理样品, 置于 200mL 烧杯中, 加入 5mL 硝酸(4.1), 在电热板上加热消解, 蒸至 10mL 左右, 加入 5mL 硝酸(4.1)和 2mL 高氯酸(4.2), 继续消解, 蒸至 1mL 左右, 取下冷却, 加水溶解残渣, 通过中速滤纸, 滤入 50mL 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 操作步骤

7.1 试料

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

7.2 空白试验

在测定的同时应进行空白试验。空白试验时用 50mL 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 50mL 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

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

条步骤制备, 至少配制 5 个校准溶液(不包括零点)。

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 结果计算

$$X=f \cdot c$$

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 精密度和准确度

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 40.64mg/L，含镁 8.39mg/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%。

10 参考文献

GB11905-89。