

水中 Mg^{2+} 的测试管快速测定

白莉¹, 王静斌², 李树华¹, 权瑞², 文德振², 崔纪周¹

(1. 河南省科学院, 河南 郑州 450001; 2. 郑州市环境监测中心站, 河南 郑州 450007)

摘要: 研制了一种测定水中 Mg^{2+} 的测试管, 测定范围为 0.5 mg/L ~ 2.0 mg/L。该测试管适用于现场应急监测, 具有快速、简便、抗干扰能力强和价格低廉等特点。

关键词: 水; Mg^{2+} ; 测试管

中图分类号: O652.7 文献标识码: B 文章编号: 1006-2009(2002)04-0035-02

Fast Determination of Mg^{2+} in Water Using Detection Column

BAI Li¹, WANG Jing-bin², LI Shu-hua¹, QUAN Rui², WEN De-zhen², CUI Ji-zhou¹

(1. Henan Academy of Sciences, Zhengzhou, Henan 450001, China;

2. Zhengzhou Environmental Monitoring Center, Zhengzhou, Henan 450007, China)

Abstract: A kind of detection column used for detection of Mg^{2+} in water was researched. Detection limit was 0.5 mg/L ~ 2.0 mg/L. It can be used for urgent site monitoring, and was fast, simple used, anti disturbance and low cost.

Key words: Water; Mg^{2+} ; Detection column

水中 Mg^{2+} 的测定方法有滴定法和原子吸收法, 这些方法均需将待测水样取至实验室进行分析, 不宜在应急监测现场作业。今研制开发了 Mg^{2+} 水质快速测试管, 能满足现场监测的需要。

1 方法原理

水样中的 Mg^{2+} 与显色剂快速定量反应生成紫红-紫蓝色络合物, 络合物颜色的深浅与水样中 Mg^{2+} 的含量成正比。

2 测试管、色标的制作与使用方法

2.1 测试管制作

将干净玻璃管切底, 灌入药液, 减压熔封即成。

2.2 测试液

采用变色酸偶氮化合物作为镁离子显色剂, 配合其他助剂制成 Mg^{2+} 测试液。

2.3 标准色阶

2.3.1 标准色阶液的选择

经试验, 从众多有色化合物中筛选出 1 种稳定的化合物。通过调配和处理, 使其色调分别与各

Mg^{2+} 测试管显色后的色调相匹配, 即标准色阶与对应测定液显色后的可见光区最大吸收波长一致。

2.3.2 标准色阶的制作

标准色阶液原料确定后, 用分光光度计调配标准色阶液。调配好的色标液即可灌封, 然后固定在色标架上, 经检验合格即可作为标准色阶使用。

色标设置: 0.0 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、3.0 mg/L、4.0 mg/L、5.0 mg/L、6.0 mg/L、8.0 mg/L、10.0 mg/L、15.0 mg/L 和 20.0 mg/L。

2.4 使用方法

取待测水样 (pH 4~8) 10.0 mL 于 20 mL 烧杯中, 加专用镁试剂 1.5 mL, 将测试管尖端插入烧杯, 折断, 待水样充入测试管, 取出来回倒置几次。2 min ~ 5 min 内与标准色阶对照, 最接近的色阶所

收稿日期: 2002-01-08; 修订日期: 2002-06-08

基金项目: 2001 年河南省科技厅重点科技攻关项目, (0123022200)

作者简介: 白莉 (1955-), 女, 河南郑州人, 副研究员, 学士, 主要从事水质快速测定方法研究工作。

对应的数值即为水样中 Mg^{2+} 的含量。若测试管的颜色介于两个色阶之间, 则取两者的平均值。

3 结果与讨论

3.1 测试管的适用范围

水样的 pH 适用范围为 4.0~8.0; 质量浓度范围为 0.5 mg/L~20 mg/L。

3.2 干扰试验

在测定条件下, 对水样中常见的共存离子, 如 K^+ 、 Na^+ 、 Ca^{2+} 、 Ba^{2+} 、 Fe^{2+} 、 Fe^{3+} 、 HCO_3^- 、 SO_4^{2-} 、 CO_3^{2-} 等做了单一加入试验。结果表明, 除 Ca^{2+} 对 Mg^{2+} 测定有干扰, 需加专用镁试剂进行掩蔽外(每毫升专用镁试剂可掩蔽 17.5 mg/L Ca^{2+} 的干扰), 其他离子 10~100 倍量均无明显干扰。

3.3 显色时间

经试验, 温度在 $20\text{ }^\circ\text{C} \pm 10\text{ }^\circ\text{C}$ 时, 显色时间为 1 min~5 min。

3.4 稳定性试验

3.4.1 标准色阶稳定性试验

对色标成品进行了如下试验:

(1) 在 0.14 MPa、 $126\text{ }^\circ\text{C}$ 下连续处理 2 h, 与对照组相比, 未发生任何变化。

(2) 在强烈阳光下(夏季晴天)连续暴晒 5 d×5 h, 无任何变化。

(3) 在室温下储存两年, 吸光度未发生变化。

从掌握的资料来看, 只要不破坏色标的玻璃管, 标准色阶可使用 10 年以上。

3.4.2 测试管储存稳定性试验

测试液中配有稳定剂, 又处于真空状态, 这就减缓了其分解反应的速度。按照《FAO》规则, 对 Mg^{2+} 测试管在 $(54 \pm 2)\text{ }^\circ\text{C}$ 水浴中作了贮存稳定性试验, 结果见表 1。

表 1 Mg^{2+} 测试管储存稳定性试验 mg/L

样品号	未经热贮	热贮 5 d	热贮 10 d	热贮 14 d
1	2.0	2.0	2.0	1.5
2	4.0	4.0	4.0	3.5
3	6.0	6.0	6.0	5.5
4	8.0	8.0	8.0	7.0

从表 1 可见, Mg^{2+} 测试管经热贮 10 d 仍然稳定, 与未经热贮的结果一致; 热贮 14 d 后稳定性下

降, 测试结果与未经热贮测试结果的相对误差在 8%~25% 之间。由此可定, Mg^{2+} 测试管常温下贮存有效期在 1 年以上。

3.5 重现性与准确性

不同操作人员使用不同批次测试管对水样测定, 并与经典法(EDTA 滴定法)进行对比试验, 结果见表 2。

表 2 不同批次测试管法与经典法比试结果 mg/L

方法		测定值		
经典法		3.08	5.01	7.98
测试管	010404 [#]	3.0	4.5	7.5
	010405 [#]	3.0	5.0	7.5
	010406 [#]	3.0	4.5	8.0
	010409 [#]	3.0	5.0	8.0
	010410 [#]	3.0	5.0	8.0
	010411 [#]	3.5	5.0	8.0
	010412 [#]	3.5	5.0	8.0
	010413 [#]	3.0	5.0	7.5

表 2 可见, 各批次 Mg^{2+} 测试管测定结果经统计检验表明各批次间无显著性差异; 测试管测定结果与经典法(EDTA 滴定法)测定结果经统计检验亦无显著性差异, 表明测试管测定结果可信。

3.6 验证试验与应用试验

郑州大学分析测试中心和郑州市环境监测中心站对 Mg^{2+} 测试管作了验证和应用试验, 结果见表 3。

表 3 验证和应用试验测定结果 mg/L

试样	原子吸收法	EDTA 滴定法	测试管法
标液 1	2.01	—	2.0
标液 2	4.01	—	4.0
标液 3	6.04	—	6.0
标液 4	9.95	—	10.0
地表水样 1	—	20	22
地表水样 2	—	40	43
降水样 1	—	7.0	7.7
降水样 2	—	3.0	2.7

表 3 结果表明, 测试管法测定结果与经典法测定结果基本一致, 可以用其进行水中 Mg^{2+} 的测定。

Mg^{2+} 水质测试管具有快速、简便、成本低、抗干扰能力强等特点, 能够满足水质现场应急分析需要, 可用于地下水、饮用水、降水、工业用水、油田注水等水中 Mg^{2+} 的检测。