

# 次灵敏线测定地表水中高浓度钙和镁

蔡裕丰, 徐立生

(启东市环境监测站, 江苏 启东 226200)

**摘要:** 采用次灵敏线测定地表水中高浓度的钙和镁, 标准溶液系列稳定时间长, 方法线性范围宽, 在钙 10.0 mg/L~150 mg/L、镁 5.0 mg/L~70.0 mg/L 之间线性关系良好, 检出限钙为 5.0 mg/L, 镁为 2.5 mg/L, 精密度与准确度均符合要求, 与国标方法的比对试验表明两种方法可替代使用。

**关键词:** 次灵敏线; 火焰原子吸收法; 钙; 镁; 高浓度; 地表水

**中图分类号:** O657.31 **文献标识码:** B **文章编号:** 1006-2009(2007)03-0037-02

火焰原子吸收法具有快速、灵敏、准确的特点<sup>[1]</sup>, 是测定地表水中钾、钠<sup>[2]</sup>、钙、镁<sup>[3]</sup>的首选方法。由于地表水中钾、钠、钙、镁浓度通常较高, 测定时稀释倍数较大, 容易带来误差, 而且增加了工作量。采用次灵敏线测定钾、钠已有标准方法<sup>[2,4]</sup>, 测定钙、镁则未见报道。今采用次灵敏线测定地表水中高浓度钙、镁, 水样基本无需稀释, 标准溶液系列稳定时间长, 节省了试剂, 减轻了工作量, 结果令人满意。

## 1 试验

### 1.1 主要仪器与试剂

WFX-1F2B2型原子吸收分光光度计, 北京第二光学仪器厂; 钙、镁空心阴极灯。1 g/L 钙、镁混合标准溶液; 10% 镧溶液; 50% 硝酸溶液。

### 1.2 仪器工作参数

测定钙的工作参数: 波长 239.9 nm; 狭缝 2.0 nm; 灯电流 10.0 mA; 负高压 574.2 V; 空气流量 6.5 L/min; 乙炔气流量 1.0 L/min。

测定镁的工作参数: 波长 202.5 nm; 狭缝 0.4 nm; 灯电流 10.0 mA; 负高压 444.5 V; 空气流

量 5.5 L/min; 乙炔气流量 0.8 L/min。

### 1.3 试验方法

将 50 mL 容量瓶于 50% 硝酸溶液中浸泡过夜, 并用纯水洗净, 加入待测地表水样和钙、镁标准溶液系列, 再各加入 50% 硝酸溶液 2 mL 和 10% 镧溶液 2 mL, 用纯水定容至刻度, 混匀。按仪器工作参数, 采用火焰原子吸收法测定吸光值, 绘制标准曲线。

## 2 结果与讨论

### 2.1 标准溶液系列的稳定性试验

将钙、镁标准溶液系列置于 100 mL 聚乙烯瓶中, 常温放置, 于 1、3、5、7、9、10、11、12 月份分别测定 100 mg/L 钙、50 mg/L 镁标准溶液 (用国家环保总局标准样品研究所同一批号的 500 mg/L 钙、镁标准储备液配制而成), 结果见表 1。经 *t* 检验<sup>[5]</sup>, 钙、镁标准溶液测定结果的 *t* 值分别为 -0.95 - 1.30 均小于  $t_{0.05(7)} = 2.365$  说明 8 次测定值间无显著性差异。由此可见, 钙、镁标准溶液系列在聚乙烯瓶、2% 硝酸介质中于常温下至少可稳定 1 年, 节省了试剂, 减轻了工作量。

表 1 钙、镁标准溶液系列稳定性试验结果

元素	测定值								测定均值	<i>s</i>
	1	3	5	7	9	10	11	12		
钙	98.5	102	98.8	97.2	103	97.5	99.2	98.4	99.3	2.1
镁	50.8	49.1	48.8	51.2	48.8	47.3	50.6	49.0	49.4	1.3

### 2.2 常见离子干扰试验

测定钙、镁时, 主要干扰是铝、硫酸盐、磷酸盐

收稿日期: 2006-08-23 修订日期: 2007-04-13

作者简介: 蔡裕丰 (1965-), 男, 江苏启东人, 工程师, 学士, 从事环境监测工作。

和硅酸盐等, 会抑制其原子化<sup>[3]</sup>, 可加入镧溶液作释放剂消除干扰。酸度对测定也有影响, 试验表明, 当酸度为 1% 时, 火焰不稳定, 因而试验选用 2% 硝酸溶液为宜, 而且标准溶液系列与样品的酸度必须保持一致。在上述条件下,  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Al}^{3+}$  (200 mg/L),  $\text{K}^+$ 、 $\text{Na}^+$  (500 mg/L),  $\text{SO}_4^{2-}$ 、 $\text{PO}_4^{2-}$ 、 $\text{Cl}^-$  (600 mg/L) 对测定均无干扰。

### 2.3 标准曲线与方法检出限

在选定工作条件下, 分别测定 10.0 mg/L ~ 150 mg/L 钙、5.0 mg/L ~ 70.0 mg/L 镁标准溶液系列, 线性良好, 标准曲线分别为: 钙  $A = 0.000983\rho$   $r = 0.9995$  镁  $A = 0.00347\rho$   $r = 0.9992$

连续测定空白溶液 11 次, 按 3 倍标准差计算检出限, 钙为 5.0 mg/L, 镁为 2.5 mg/L。

### 2.4 精密度试验

对大洋港和协兴港入海河口地表水样平行测定 6 次, 结果见表 2。

表 2 精密度试验结果 (n = 6)

元素	大洋港水样		协兴港水样	
	测定均值	RSD	测定均值	RSD
	$\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	%	$\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	%
钙	98.2	1.8	110	2.0
镁	72.9	2.3	81.3	1.8

### 2.5 加标回收试验

对大洋港和协兴港入海河口地表水样作加标回收试验, 结果见表 3。

表 3 加标回收试验结果 (n = 4)

元素	加标回收率 %	
	大洋港水样	协兴港水样
钙	95.5~104	96.2~104
镁	98.7~102	96.2~103

### 2.6 与国标方法的对比试验

采用该方法与国标方法分别测定连兴港入海河口地表水样, 测定结果的相对误差符合要求, 表明两种方法可替代使用。两种方法的对比试验结果见表 4。

表 4 两种方法的对比试验结果 (n = 4)

元素	该方法		国标方法		相对误差 %
	稀释倍数	测定均值 $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	稀释倍数	测定均值 $\rho / (\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	
钙	1	105	25	107	-1.9
镁	2	78.8	200	80.5	-2.1

### 3 结论

采用次灵敏线测定地表水样中高浓度钙和镁, 线性范围宽, 精密度和准确度均符合要求。样品可直接测定, 避免了稀释可能引入的误差, 降低了分析人员的工作强度, 提高了工作效率。在测定高浓度样品后, 应用 1% 硝酸溶液充分清洗雾化器和吸液毛细管 5 min ~ 10 min, 再用纯水清洗 5 min, 以降低空白值, 避免沾污低浓度标液。

#### [参考文献]

- [1] 王帼雄, 刘建琳, 朱泽华. 火焰原子吸收法测定人发中铜、锌、钙、镁 [J]. 环境监测管理与技术, 1992, 4(2): 35
- [2] 国家环境保护局. GB 11904-89 水质 钾和钠的测定 火焰原子吸收分光光度法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1989
- [3] 国家环境保护局. GB 11905-89 水质 钙和镁的测定 火焰原子吸收分光光度法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1989
- [4] 国家环境保护总局《水和废水监测分析方法指南》编委会. 水和废水监测分析方法指南: 中册 [M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1994, 13-14.
- [5] 中国环境监测总站《环境水质监测质量保证手册》编写组. 环境水质监测质量保证手册 [M]. 2 版. 北京: 化学工业出版社, 1994, 261-300.

本栏目责任编辑 姚朝英

### • 简讯 •

## 太湖流域水污染防治关键性项目排定时间表

从 2007 年 6 月 11 日在无锡召开的太湖流域水污染防治座谈会上获悉, 太湖流域水污染防治中的污水厂建设、企业达标排放等关键性项目排定时间表, 凡是不能按时达标的企业将被淘汰出局。主要规定有: 2008 年 6 月底前, 太湖流域所有城镇都必须建设符合标准的污水处理厂, 完善管网铺设, 做到不直接向太湖或流域内的河流排污水; 已经建成的污水处理厂, 完善配套措施, 增加脱氮、脱磷设施, 有条件的污水厂要进行尾水处理; 在今年年底之前, 凡是不能达标排放的化工企业一律实行停产整顿, 整顿不见效的, 一律不得恢复生产; 在 2008 年 6 月底前, 达不到新排放标准的企业将一律坚决关闭。

摘自 www. jstb. gov. cn 2007 年 6 月 16 日