

# 原子吸收光谱法测定酸雨中 K、Na、Ca、Mg 方法改进

杜青, 任兰, 陈妍妍

(南京市环境监测中心站, 江苏 南京 210013)

**摘要:**用 0.1% 硝酸溶液配制混合标准溶液, 不加抗干扰试剂, 火焰原子吸收光谱法直接测定酸雨中 K、Na、Ca、Mg, 方法精密度、准确度满足酸雨监测的分析要求。

**关键词:**钾; 钠; 钙; 镁; 酸雨; 原子吸收光谱法

**中图分类号:** O657.31 **文献标识码:** C **文章编号:** 1006-2009(2008)03-0067-02

## The Improved Method for Determination of K, Na, Ca, Mg by Atomic Absorption Spectrometry

DU Qing, REN Lan, CHEN Yan-yan

(Nanjing Environmental Monitoring Center, Nanjing, Jiangsu 210013, China)

**Abstract:** The standard solution was prepared by 0.1 percent nitric acid, no any anti-interference reagents needed. The potassium, sodium, calcium and magnesium in acid rain were determined by FAAS. The accuracy and precision of the improved method met the requirements of acid rain monitoring.

**Key words:** Potassium; Sodium; Calcium; Magnesium; Acid rain; Atomic absorption spectrometry

K、Na、Ca、Mg 是酸雨监测的必测项目, 在降水含量较低, 测量精密度和准确度要求高。用火焰原子吸收光谱技术测定这些项目时, K、Na 以水为介质, 需用硝酸铯作消电离剂; Ca、Mg 以盐酸溶液为介质, 需用硝酸镧为释放剂; 且基准试剂需要烘干或灼烧处理<sup>[1-2]</sup>, 其分析过程费时耗力。现改为以硝酸溶液配制 K、Na、Ca、Mg 混合标准溶液, 不加消电离剂和释放剂, 直接测定酸雨样品, 实际应用效果良好。

### 1 试验

#### 1.1 仪器与试剂

Spectr AA 55 火焰原子吸收光谱仪, 美国瓦里安公司; K、Na、Ca、Mg、Mg 元素空心阴极灯, 北京威格拉斯仪器有限公司; K、Na、Ca、Mg 单元素标准溶液: = 500 mg/L, 原国家环保总局标样研究所; 模拟酸雨标准样品, 国家环保总局标样研究所; 实验用水为三次去离子水; 1% 硝酸溶液, 0.1% 硝酸溶液, 硝酸为优级纯; 0.1% 盐酸溶液, 盐酸为优级纯。

#### 1.2 仪器条件

根据仪器公司推荐的技术参数, 结合实际情况进行优化, 选择最佳工作条件。

#### 1.3 标准曲线绘制

用实验用水稀释 K、Na、Ca、Mg 单元素标准溶液, 配成混合标准工作液 (K、Na、Mg 浓度分别为 10.0 mg/L, Ca 为 100 mg/L), 配制前检查各元素标准溶液中是否含有其他待测组份, 以免混合后引起量值变化。用硝酸溶液稀释配制标准系列 (K、Na、Mg 浓度范围分别为 0 mg/L ~ 0.500 mg/L, Ca 为 0 mg/L ~ 5.00 mg/L), 不加抗干扰试剂, 按仪器工作条件, 测量吸光值, 绘制标准曲线。

### 2 讨论

#### 2.1 介质

在相同仪器工作条件下测量以实验用水、1% 硝酸溶液、1% 盐酸溶液和 0.1% 硝酸溶液为介质

收稿日期: 2007-10-30; 修订日期: 2008-04-25

作者简介: 杜青 (1966—), 女, 江苏南京人, 工程师, 大专, 从事环境监测工作。

的标准系列, 绘制标准曲线, 不同介质对 K、Na、Ca、Mg 的分析响应影响不一。以硝酸溶液为介质和以水为介质相比, K、Na 灵敏度无显著差异。硝酸溶液为介质和盐酸溶液为介质相比, Ca、Mg 灵敏度也无显著差异, 可见以硝酸溶液为介质, K、Na、Ca、Mg 的分析结果无显著变化, 见表 1。

表 1 不同介质元素的灵敏度

介质	K	Na	Ca	Mg
实验用水	0.198	0.268		
1% 硝酸溶液	0.299	0.361	0.026 9	0.856
1% 盐酸溶液	0.182	0.348	0.028 0	0.858
0.1% 硝酸溶液	0.201	0.270	0.027 6	0.860

## 2.2 干扰

### 2.2.1 消电离剂

K、Na、Ca、Mg 存在电离干扰, 在水介质中, K、Na 标准曲线上弯严重, 线性差。选择低温火焰, 加入足量硝酸铯, 可克服电离干扰, 但会引入试剂空白, 影响测量精度。不加消电离剂, 采用硝酸溶液为介质测定的 K、Na、Ca、Mg 标准曲线相关系数大于 0.999, 可见在此介质中, 电离效应有所抑制。

### 2.2.2 释放剂

在空气-乙炔火焰中, 加入适量硝酸镧可消除  $Al^{3+}$ 、 $PO_4^{3-}$ 、 $Be^{2+}$ 、 $Ti^{4+}$  等对 Ca、Mg 的化学干

扰<sup>[3-5]</sup>, 但降水中这些干扰物含量低 (如  $Al$  0.01 mg/L ~ 0.2 mg/L,  $PO_4^{3-}$  0.01 mg/L ~ 0.5 mg/L, Be、Ti 未检出), 干扰不严重, 可不使用释放剂。

### 2.3 容器材质

玻璃材质含 K、Na 成份, Na 盐含量较高。玻璃容器壁溶出 Na 能引起样品产生量值变化, 并且在酸性介质中更易溶出。因此, 使用玻璃容器配制标准溶液和稀释样品后, 应立即转移至聚乙烯瓶中尽快测定, 见图 1。

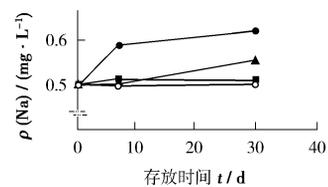


图 1 容器和样品介质对 Na 溶出量的影响

### 2.4 标准样品的测量

测量 3 支模拟酸雨标准样品 A、B、C, 相对标准偏差  $RSD < 2.0\%$  ( $n = 7$ ); 与标准值相比, 相对误差  $< 3.0\%$ , 测量结果准确可靠, 见表 2。

表 2 模拟酸雨标准样品测量结果

元素	K				Na				Ca				Mg			
	测量值 / 标准值 / 相对误差 / RSD	测量值 / 标准值 / 相对误差 / RSD	测量值 / 标准值 / 相对误差 / RSD	测量值 / 标准值 / 相对误差 / RSD	测量值 / 标准值 / 相对误差 / RSD	测量值 / 标准值 / 相对误差 / RSD	测量值 / 标准值 / 相对误差 / RSD	测量值 / 标准值 / 相对误差 / RSD	测量值 / 标准值 / 相对误差 / RSD	测量值 / 标准值 / 相对误差 / RSD	测量值 / 标准值 / 相对误差 / RSD	测量值 / 标准值 / 相对误差 / RSD	测量值 / 标准值 / 相对误差 / RSD	测量值 / 标准值 / 相对误差 / RSD	测量值 / 标准值 / 相对误差 / RSD	
模拟酸雨 A	0.223 / 0.23 / -3.0 / 1.8	0.235 / 0.24 / -2.1 / 1.9	1.18 / 1.21 / -2.5 / 1.4	0.180 / 0.18 / 0.0 / 0.8	0.406 / 0.41 / -1.0 / 1.1	0.485 / 0.49 / -1.0 / 1.6	2.52 / 2.55 / -1.2 / 1.3	0.258 / 0.26 / -0.8 / 0.8	0.609 / 0.61 / -0.1 / 0.9	0.777 / 0.78 / -0.4 / 0.6	4.22 / 4.26 / -0.9 / 0.9	0.440 / 0.44 / 0.0 / 0.8				

## 3 结语

以 0.1% 硝酸溶液配制 K、Na、Ca、Mg 混合标准溶液, 不加消电离剂和释放剂, 直接测定酸雨样品, 简化了分析步骤, 提高了工作效率, 空白干扰少, 测量精度高。经模拟酸雨标准样品验证, 方法精密度和准确度均能满足酸雨监测的分析要求。

### [参考文献]

[1] 国家环境保护总局. GB/T 13580.12 - 1992 大气降水中钠、钾的测定原子吸收分光光度法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1992.

[2] 国家环境保护总局. GB/T 13580.13 - 1992 大气降水中钙、镁的测定原子吸收分光光度法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 1992.

[3] 魏复盛, 齐文启. 原子吸收光谱及其在环境分析中的应用 [M]. 北京: 中国环境科学出版社, 1988: 333.

[4] 国家环境保护总局《空气和废气监测分析方法》编委会. 空气和废气监测分析方法 [M]. 4 版. 北京: 中国环境科学出版社, 2003: 328.

[5] 吴福全. 酸雨的测定及其质量控制 [J]. 环境监测管理与技术, 2002, 14(3): 42 - 43.