

ICS 13.060.50,71.040.40

G 76

备案号:37851—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4325—2012

再生水中钙、镁含量的测定 原子吸收光谱法

Reclaimed water—Determination of calcium and magnesium—
Atomic absorption spectromic method

(neq ISO 7980—1986, Water quality—Determination of calcium and
magnesium—Atomic absorption spectrometric method)

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法参考 ISO 7980—1986《水质—钙、镁的测定—火焰原子吸收光谱法》(英文版)编制,与 ISO 7980—1986 的一致性程度为非等效。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会水处理剂分技术委员会(SAC/TC63/SC5)归口。

本标准由中海油天津化工研究设计院、深圳市华测检测有限公司、中国石油化工股份有限公司北京北化院燕山分院、嘉善海峡净水灵有限公司、天津正达科技有限责任公司负责起草。

本标准主要起草人:白莹、郭勇、王崇、樊大勇、沈烈翔。

再生水中钙、镁含量的测定 原子吸收光谱法

警告:本标准使用的强酸具有腐蚀性,使用时应避免吸入或接触皮肤。溅到身上应立即用大量水冲洗,严重时应立即就医。

1 范围

本标准规定了再生水中钙、镁含量的测定方法——原子吸收光谱法。

本标准适用于再生水中钙含量范围为 0.5 mg/L~25 mg/L、镁含量范围为 0.1 mg/L~5 mg/L 的测定。对于钙、镁含量高的再生水水样,可稀释后测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696 : 1987)

GB/T 15337—2008 原子吸收光谱分析法通则

3 原理

水样经雾化喷入火焰,钙、镁离子被热解为基态原子,分别以钙共振线 422.7 nm 和镁共振线 285.2 nm 为分析线,采用标准加入法以空气-乙炔火焰测定钙、镁原子的吸光度。加入氯化铯或氯化镧可抑制水中各种共存元素及水处理药剂的干扰。

用一氧化二氮-乙炔火焰测定钙、镁时,加入氯化铯,可抑制钙、镁离子的电离干扰。

4 试剂和材料

4.1 本标准所用试剂,除非另有规定,应使用优级纯试剂和符合 GB/T 6682 中二级水的规定。

4.2 试验中所需杂质标准溶液,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602 之规定制备。

4.3 盐酸。

4.4 硝酸。

4.5 盐酸溶液:1+1。

4.6 盐酸溶液:1+99。

4.7 氯化镧溶液:含镧 20 g/L。称取 24.0 g 氧化镧(La_2O_3),置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,加入盐酸 50 mL 溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

4.8 氯化铯溶液:含铯 50 g/L。称取 152.0 g 氯化铯($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,加入盐酸 20 mL 溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

4.9 氯化铯溶液:含铯 20 g/L。称取 25.0 g 氯化铯(CsCl),置于 100 mL 烧杯中,加入盐酸溶液(4.6) 50 mL 溶解,转移至 1 000 mL 容量瓶中,并用盐酸溶液(4.6)稀释至刻度。

4.10 钙标准贮备溶液:1 mg/mL。称取预先于 105 °C~110 °C 烘至恒重的高纯碳酸钙 2.497 0 g,精确至 0.2 mg。置于 100 mL 烧杯中,加入 50 mL 水、10 mL 盐酸溶液(4.5),溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.11 钙标准溶液:0.05 mg/mL。移取钙标准贮备溶液 5.0 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.12 镁标准贮备溶液:0.1 mg/mL。

4.13 镁标准溶液:5 mg/L。移取镁标准贮备溶液 5.0 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

5 仪器、设备

5.1 原子吸收光谱仪:配有钙空心阴极灯、镁空心阴极灯,空气-乙炔预混合燃烧器与氧化亚氮预混合燃烧器,打印机或记录仪。

5.2 乙炔钢瓶:压力不得低于 500 kPa。

5.3 空压机。

6 工作条件的选择

按照仪器说明书调节仪器至最佳状态,调整钙测定波长为 422.7 nm、镁测定波长为 285.2 nm。仪器开机点火,稳定 5 min~10 min 后再进行测定。

7 采样

7.1 采样容器应为聚乙烯瓶或聚丙烯瓶。

7.2 样品收集后,应立即加入盐酸酸化,防止碳酸钙沉淀。通常每升水样加入 8 mL 盐酸可以满足。当水样中悬浮物较多时,可用中速定量滤纸过滤,滤液贮于聚乙烯瓶内(试样可放置 2 周)。

8 分析步骤

8.1 钙含量的测定

8.1.1 分别移取适量的试样溶液(7.2)或其稀释液置于 4 个 150 mL 锥形瓶,使其含有的钙离子浓度满足 0.1 mg/L~3.0 mg/L 的范围。各加入 5.0 mL 硝酸,补水至溶液体积约为 30 mL。置于可调电炉上缓慢加热,保持微沸至剩余体积约为 5 mL(时间约为 20 min),取下。冷却后转移至 4 个 50 mL 容量瓶中后,分别加入 0.0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 钙标准溶液,再各加入 5.0 mL 氯化锶溶液或 2.0 mL 氯化镧溶液(如选用一氧化二氮-乙炔火焰,则加入 5.0 mL 氯化铯溶液),用盐酸溶液(4.6)稀释至刻度,摇匀。另取一个 50 mL 容量瓶,加入等量的氯化锶溶液或氯化镧溶液,用盐酸溶液(4.6)稀释至刻度,摇匀,以此溶液作为空白。

8.1.2 在 422.7 nm 波长下,以空白调零,测量各溶液的吸光度。以溶液中的钙标准溶液的含(mg/L)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制曲线,将曲线反向延长,与横坐标轴相交处,即为溶液中的钙含量。

8.2 镁含量的测定

8.2.1 分别移取适量的试样溶液(7.2)或其稀释液置于 4 个 150 mL 锥形瓶,使其含有的镁离子浓度满足 0.05 mg/L~0.50 mg/L 的范围。各加入 5.0 mL 硝酸,补水至溶液体积约为 30 mL。置于可调电炉上缓慢加热,保持微沸至剩余体积约为 5 mL(时间约为 20 min),取下。冷却后转移至 4 个 50 mL 容量瓶中后,分别加入 0.0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 镁标准溶液,再各加入 5.0 mL 氯化锶溶液或 2.0 mL 氯化镧溶液(如选用一氧化二氮-乙炔火焰,则加入 5.0 mL 氯化铯溶液),用盐酸溶液(4.6)稀释至刻度,摇匀。另取一个 50 mL 容量瓶,加入等量的氯化锶溶液或氯化镧溶液,用盐酸溶液(4.6)稀释至刻度,摇匀,以此溶液作为空白。

8.2.2 在 285.2 nm 波长下,以空白调零,测量各溶液的吸光度。以溶液中的镁标准溶液的含(mg/L)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制曲线,将曲线反向延长,与横坐标轴相交处,即为溶液中的镁含量。

9 结果计算

9.1 钙含量以质量浓度 ρ_1 计,数值以 mg/L 表示,按式(1)计算:

$$\rho_1 = \rho \frac{f \times 50}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——从钙校准曲线中查得的溶液中钙含量的数值,单位为毫克每升(mg/L);

f ——酸化后试样体积(mL)与所取水样体积(mL)之比(见第 7 章);

50——测定时试液稀释后的溶液总体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——钙含量测定时所取试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

9.2 镁含量以质量浓度 ρ_2 计,数值以 mg/L 表示,按式(2)计算:

$$\rho_2 = \rho \frac{f \times 50}{V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ ——从镁校准曲线中查得的溶液中镁含量的数值,单位为毫克每升(mg/L);

f ——酸化后试样体积(mL)与所取水样体积(mL)之比(见第 7 章);

50——测定时试液稀释后的溶液总体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——镁含量测定时所取试样溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

10 安全事项

参照 GB/T 15337—2008 中 9.2 条要求。

11 允许差

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,钙含量平行测定结果的绝对差值应满足表 1 的要求,镁含量平行测定结果的绝对差值应满足表 2 的要求。

表 1

钙含量/(mg/L)	绝对差值/(mg/L)
Ca≤1.0	≤0.05
1.0<Ca≤10.0	≤0.25
10.0<Ca≤25.0	≤2.5

表 2

镁含量/(mg/L)	绝对差值/(mg/L)
Mg≤0.2	≤0.01
0.2<Mg≤2.0	≤0.1
2.0<Mg≤5.0	≤0.25