

中华人民共和国国家标准

水质 钾和钠的测定 火焰原子吸收分光光度法

GB 11904—89

Water quality—Determination of potassium and sodium—Flame atomic absorption spectrophotometry

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用火焰原子吸收分光光度法测定可过滤态钾和钠。他适用于地面水和饮用水测定。测定范围钾为 0.05~4.00 mg/L;钠为 0.01~2.00 mg/L。对于钾和钠浓度较高的样品,应取较少的试料进行分析,或采用次灵敏线测定。

2 原理

原子吸收光谱分析的基本原理是测量基态原子对共振辐射的吸收。在高温火焰中,钾和钠很易电离,这样使得参于原子吸收的基态原子减少。特别是钾在浓度低时表现更明显,一般在水中钠比钾浓度高,这时大量钠对钾产生增感作用。为了克服这一现象,加入比钾和钠更易电离的铯作电离缓冲剂,以提供足够的电子使电离平衡向生成基态原子的方向移动。这时即可在同一份试料中连续测定钾和钠。

3 试剂

除非另有说明,分析时均使用公认的分析纯试剂以及重蒸馏水或具有同等纯度的水。

- 3.1 硝酸(HNO_3), $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$ 。
- 3.2 硝酸溶液, 1+1。
- 3.3 硝酸溶液, 0.2% (V/V); 取 2 mL 硝酸(3.1)加入 998 mL 水中混合均匀。
- 3.4 硝酸铯溶液, 10.0 g/L; 取 1.0 g 硝酸铯(CsNO_3)溶于 100 mL 水中。
- 3.5 标准溶液: 配制标准溶液时所用的基准氯化钾和基准氯化钠均要在 150°C 干燥 2 h, 并在干燥器内冷至室温。
 - 3.5.1 钾标准贮备溶液, 含钾 1.000 g/L; 称取(1.906 7±0.000 3)g 基准氯化钾(KCl), 以水溶解并移至 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至标线, 摇匀。将此溶液及时转入聚乙烯瓶中保存。
 - 3.5.2 钠标准贮备溶液, 含钠 1.000 g/L; 称取(2.542 1±0.000 3)g 基准氯化钠(NaCl), 以水溶解, 并移至 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至标线摇匀。即时转入聚乙烯瓶中保存。
 - 3.5.3 钾和钠混合标准贮备溶液, 含钾和钠 1.000 g/L; 称取(1.906 7±0.000 3)g 基准氯化钾和(2.542 1±0.000 3)g 基准氯化钠于同一烧杯中, 用水溶解并转移至 1 000 mL 容量瓶中。稀释至标线, 摇匀。将此溶液即时转入聚乙烯瓶中保存。
 - 3.5.4 钾标准使用溶液, 含钾 100.00 mg/L; 吸取钾标准贮备溶液(3.5.1)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加 2 mL 硝酸溶液(3.2), 以水稀释至标线, 摇匀备用。此溶液可保存 3 个月。
 - 3.5.5 钠标准使用溶液, 含钠 100.00 mg/L; 吸取钠标准贮备溶液(3.5.2)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加 2 mL 硝酸溶液(3.2), 以水稀释至标线, 摇匀。此溶液可保存 3 个月。

3.5.6 钠标准使用溶液 II, 含钠 10.00 mg/L; 吸取钠标准使用溶液 I(3.5.5)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加 2 mL 硝酸溶液(3.2), 以水稀释至标线, 摇匀。此溶液可保存一个月。

4 仪器

- 4.1 原子吸收分光光度计: 仪器操作参数可参照厂家说明书进行选择。
- 4.2 钾和钠空心阴极灯: 灵敏吸收线为钾 766.5 nm, 钠 589.0 nm; 次灵敏吸收线为钾 404.4 nm, 钠 330.2 nm。
- 4.3 乙炔的供气装置: 使用乙炔钢瓶或发生器均可, 但乙炔气必须经水和浓硫酸洗涤后, 方可使用。
- 4.4 空气压缩机: 均应附有过滤装置, 由此得到无油无水净化空气。
- 4.5 对玻璃器皿的要求: 所用玻璃器皿均应经硝酸溶液(3.2)浸泡, 用时以去离子水洗净。

5 采样和样品

水样在采集后, 应立即以 0.45 μm 滤膜(或中速定量滤纸)过滤, 其滤液用硝酸(3.2)调至 pH1~2, 于聚乙烯瓶中保存。

6 分析步骤

6.1 试料的制备

如果对样品中钾钠浓度大体已知时, 可直接取样, 或者采用次灵敏线测定先求得其浓度范围。然后再分取一定量(一般为 2~10 mL)的实验室样品于 50 mL 容量瓶中, 加 3.0 mL 硝酸铯溶液(3.3), 用水稀释至标线, 摇匀。此溶液应在当天完成测定。

6.2 校准溶液的制备

6.2.1 钾校准溶液

取 6 只 50 mL 容量瓶, 分别加入钾标准使用溶液(3.5.4)0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 mL, 加硝酸铯溶液(3.3)3.00 mL, 加硝酸溶液(3.2)1.00 mL, 用水稀释至标线, 摇匀。其各点的浓度分别为: 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mg/L。本校准溶液应在当天使用。

6.2.2 钠校准溶液

取 6 只 50 mL 容量瓶, 分别加入钠标准使用溶液 II(3.5.6)0, 1.00, 3.00, 5.00, 7.50, 10.00 mL, 加 3.00 mL 硝酸铯溶液(3.3), 加 1 mL 硝酸溶液(3.2), 用水稀释至标线, 摇匀。其各点的浓度分别为 0, 0.20, 0.60, 1.00, 1.50, 2.00 mg/L。本校准溶液应在当天使用。

6.3 仪器的准备

将待测元素灯装在灯架上, 经预热稳定后, 按选定的波长, 灯电流, 狭缝, 观测高度, 空气及乙炔流量等各项参数进行点火测量。

注意: 在打开气路时, 必须先开空气, 再开乙炔; 当关闭气路时, 必须先关乙炔, 后关空气, 以免回火爆炸。

当点火后, 在测量前, 先以硝酸溶液(3.3)喷雾 5 min, 以清洗雾化系统。

6.4 测量

在正式测量前, 先以水调仪器零点, 然后即可吸喷校准溶液和试料, 记录吸光度。

6.5 空白试验

空白试验即对校准溶液中零浓度的测量。

6.6 校准曲线的绘制

绘制钾或钠校准溶液吸光度与钾或钠对应浓度的校准曲线。每批测定时, 必须同时绘制校准曲线。

7 结果的表示

样品中钾或钠的浓度 C (mg/L) 以回归方程计算或按下式计算:

$$C = f \cdot C_1$$

式中： f ——稀释比

f = 试料体积/分取实验室样品体积，mL；

C_1 ——由测定试料的吸光度从校准曲线上求得钾或钠的浓度，mg/L。

8 精密度和准确度

对一个合成样品，其各组分浓度（以 mg/L 计）为： K^+ ，9.82； Na^+ ，46.55； Ca^{2+} ，40.64； Mg^{2+} ，8.39； Cl^- ，88.29； SO_4^{2-} ，93.83；总碱度（以 $CaCO_3$ 计）77.68。使用 766.5 nm 波长测定钾，使用 589.0 nm 波长测定钠，取得如下结果。

8.1 重复性

在单个实验室内，进行六次测定，相对标准偏差为：钾 0.50%；钠 1.52%。

8.2 再现性

在五个实验室内，各进行六次测定，取得了 30 个分析结果，相对标准差为：钾 2.27%；钠 0.90%。

8.3 准确度

加标回收率置信范围为：钾 99.60% ± 5.36%；钠 100.13% ± 5.08%。相对误差为：钾 -1.63%；钠 +0.58%。

9 备注

9.1 注意事项

钾和钠均为溶解度很大的常量元素，原子吸收分光光度法又是灵敏度很高的方法。为了取得精密度好准确度高的分析结果，对所用玻璃器皿必须认真清洗。试剂及蒸馏水在同一批测定中必须使用同一规格同一瓶，而且应避免汗水、洗涤剂及尘埃等带来污染。

9.2 关于保存样品的器皿

样品及标准溶液不能保存在软质玻璃瓶中，因为这种玻璃中的钾和钠容易被水样和溶剂溶出导致污染。

9.3 关于次灵敏线测定钾和钠

对于钾和钠浓度较高的样品，在使用本标准时会因稀释倍数过大，降低测定的精密度，同时也给操作带来麻烦。因一般的地表水中钾和钠的浓度都比较高，可使用次灵敏线钾 440.4 nm、钠 330.2 nm 测定，浓度范围可扩大到钾为 200 mg/L 以内，钠为 100 mg/L 以内。

附加说明：

本标准由国家环境保护局规划标准处提出。

本标准由黄河水资源保护监测中心站负责起草。

本标准主要起草人冯荣周。

本标准委托中国环境监测总站负责解释。