

中华人民共和国国家标准

大气降水中钠、钾的测定 原子吸收分光光度法

GB 13580.12-92

Determination of sodium and potassium in the wet precipitation—
Atomic absorption spectrophotometry

1 主题内容与适用范围

- 1.1 本标准规定了测定大气降水中钾、钠的原子吸收分光光度法。
- 1.2 本标准适用于大气降水样品中钾、钠的测定。
- 1.3 本标准的最低检出浓度钾为0.013 mg/L,钠为0.008 mg/L,测定范围钾为0.08~4 mg/L,钠为0.02~0.04 mg/L。

2 引用标准

GB 13580.2 大气降水样品的收集与保存

3 原理

火焰原子吸收分光光度法是根据某元素的基态原子对该元素的特征波长辐射产生选择性吸收来进行测定的分析方法。将降水试样喷入空气-乙炔火焰中,分别于波长766.4 nm处测量钾、钠的吸光度,用校准曲线法进行测定。由于钾、钠易电离,有干扰,因此在试样中加入消电离剂(氯化铯和硝酸铯)即可消除。

4 试剂

- 4.1 钾标准储备液:1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。准确称取1.906 8 g 氯化钾(KCl,105℃烘2 h),溶于水,稀释至1 000 mL。
- 4.2 钠标准储备液:1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。准确称取2.542 1 g 氯化钠(NaCl,105℃烘2 h),溶于水,稀释至1 000 mL。
- 4.3 钾、钠混合标准使用液:10 $\mu\text{g/mL}$ 钾,10 $\mu\text{g/mL}$ 钠。分别吸取钾、钠标准储备液10.0 mL于1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度。
- 4.4 硝酸铯溶液:称取2.9 g 硝酸铯(CsNO_3)溶于水,定容至200 mL,此溶液1.0 mL含10 mg 铯。

5 仪器

- 5.1 原子吸收分光光度计。
- 5.2 钠、钾元素空心阴极灯。
- 5.3 10 mL具塞比色管。

6 样品采集与保存

按 GB 13580.2 执行。

7 步骤

7.1 根据不同型号的原子吸收分光光度计说明书,选择最佳仪器参数。开机预热,待仪器稳定后,进行测量。选用贫燃型空气-乙炔火焰,并根据仪器说明书选择测量高度。

7.2 校准曲线的绘制:取10 mL 比色管8支,加入钠、钾混合标准使用液(4.3)0.0,0.20,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00 mL,加水至10.0 mL,再加入0.50 mL 硝酸铯溶液(4.4),摇匀。顺次喷入空气-乙炔火焰中,测量吸光度,分别以钾、钠的吸光度对其相应的含量作图,绘制校准曲线。

7.3 样品测定:吸取10.0 mL 样品于干燥的10 mL 比色管中,加0.5 mL 硝酸铯溶液,摇匀。按作校准曲线的步骤测量吸光度(7.2),从校准曲线上查出钾、钠的含量。

8 分析结果的表述

降水中钠、钾浓度以 mg/L 表示,按下式计算:

$$C = \frac{M}{V}$$

式中: C —— 样品中钠(钾)的浓度, mg/L;

M —— 从校准曲线上查得钠(钾)含量, μg ;

V —— 取样体积, mL。

9 精密度和准确度

5个实验室对含钠1.20 mg/L,钾1.00 mg/L,钙5.00 mg/L, Cl^- 2.76 mg/L 的合成水样进行验证实验,测得结果是,钠的相对标准偏差为2.0%,相对误差为3.0%;钾的相对标准偏差为3.2%,相对误差为2.5%。

附加说明:

本标准由国家环境保护局提出。

本标准由中国环境监测总站负责归口和解释。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准主要起草人吴国平、魏复盛。