

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T 0064.1~0064.80—93

地下水质检验方法

1993-02-27 发布

1993-10-01 实施

中华人民共和国地质矿产部 发布

地下水水质检验方法 离子色谱法测定钾、钠、锂和铵

1 主题内容与适用范围

本标准规定了离子色谱法测定钾、钠、锂和铵的方法。

本标准适用于地下水中钾、钠、锂、铵的测定。取样 $100\mu\text{L}$ 时,最低检测浓度(mg/L)为钾0.05,钠0.05,锂0.005,铵0.05。检测上限(mg/L)为钾2.0,钠10.0,锂0.1,铵1.0。

2 方法提要

由于钾、钠、锂、铵四种阳离子的结构不同,对低交换容量的阳离子交换树脂的亲合力也不相同,因此在淋洗液和交换树脂之间的分配系数存在着差异。当水样注入仪器后,在淋洗液的携带下,流经阳离子分离柱,最后按 Li^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 的顺序依次被分离,然后流过阳离子抑制柱以降低淋洗液的背景电导,最后通过电导检测器,依次对它们进行测量并记录峰高。从同样条件下绘制的标准曲线上,即可求出水样中 Li^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 的含量。

3 仪器

3.1 离子色谱仪。

3.2 双笔记录器。

3.3 仪器工作条件

3.3.1 阳离子保护柱。

3.3.2 阳离子分离柱。

3.3.3 阳离子抑制柱。

3.3.4 淋洗液流速 $1.7\text{mL}/\text{min}$ 。

3.3.5 抑制液流速 $2.5\text{mL}/\text{min}$ 。

3.3.6 $10\mu\text{S}$ 测 Li^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ ; $30\mu\text{S}$ 测 Na^+ 。

4 试剂

配制标准溶液和淋洗液,应采用电导率 $<1\mu\text{S}/\text{cm}$ 的重蒸馏水(或去离子水)。

4.1 锂标准溶液:称取碳酸锂(Li_2CO_3) 1.0648g ,加少许水湿润,逐滴加入盐酸溶液(1+1),使碳酸锂完全溶解后,再过量二滴。移入 200mL 容量瓶中,以重蒸馏水定容。此溶液 1mL 含 1.0mg 锂。

4.2 钠标准溶液:称取在 500°C 灼烧 1h 的氯化钠 0.5084g 溶于少量水中,移入 200mL 容量瓶中,以重蒸馏水定容。此溶液 1mL 含 1.0mg 钠。

4.3 铵标准溶液:称取氯化铵(NH_4Cl) 0.5931g ,溶于少量水中,移入 200mL 容量瓶中,以重蒸馏水定容。此溶液 1mL 含 1.0mg 铵。

4.4 钾标准溶液:称取经 105°C 烘干 1h 的硫酸钾 0.4457g ,溶于少量水中,移入 200mL 容量瓶中,以重蒸馏水定容。此溶液 1mL 含 1.0mg 钾。

4.5 淋洗液 $[c(\text{HCl})=0.005\text{mol/L}]$:量取浓盐酸($\rho=1.19\text{g/mL}$)4.2mL,用重蒸馏水稀释至10L。

4.6 抑制溶液:量取10%的四甲基氢氧化铵 $[(\text{CH}_3)_4\text{NOH}]$ 250mL,以重蒸馏水稀释至8000mL。

5 分析步骤

5.1 样品分析

启动仪器,按仪器工作条件将仪器调整好,待基线稳定后,用注射器注入水样1~2mL,待 Li^+ 峰出完后,将主机量程调整以测定 Na^+ ,当 Na^+ 峰出完后,再将量程调整测定 NH_4^+ 、 K^+ ,待 K^+ 峰出完后,即可进行下一个样品的测定。根据记录的各离子的峰高,减去空白。从标准曲线上求得各离子的含量。

5.2 空白试验

用重蒸馏水代替样品,按5.1的测定条件进行测定。

5.3 标准曲线的绘制

分别吸取适量的锂标准溶液(4.1)、钠标准溶液(4.2)、铵标准溶液(4.3)和钾标准溶液(4.4),配制成下列含量的(mg/L)混合标准系列:

Li^+ 0.005、0.01、0.02、0.05、0.10

Na^+ 0.50、1.00、2.00、5.00、10.00

NH_4^+ 0.05、0.10、0.20、0.50、1.00

K^+ 0.10、0.20、0.40、1.00、2.00

然后按5.1的分析步骤进行测定,记录各离子的峰高,减去空白,绘制各离子的浓度-峰高标准曲线。

6 分析结果的计算

按下式分别计算钾、钠、锂、铵的质量浓度:

$$\rho(\text{mg/L}) = A \times D$$

式中: ρ ——水样中 K^+ (或 Na^+ 、 NH_4^+ 、 Li^+)的质量浓度,mg/L;

A ——从 K^+ (或 Na^+ 、 NH_4^+ 、 Li^+)的标准曲线上分别查得的试样中各离子的含量,mg/L;

D ——水样稀释倍数。

7 精密度和准确度

对含锂0.05mg/L、钠2.0mg/L、铵0.2mg/L和钾0.5mg/L的人工合成溶液,进行八次平行测定,其相对标准偏差分别为锂0.97%、钠0.79%、铵3.3%、钾1.56%。当标准加入量(mg/L)为 Li^+ 0.01、 Na^+ 1.50、 NH_4^+ 0.15、 K^+ 0.4时,它们的回收率分别为:锂95%~104%、钠95%~102%、铵93%~110%、钾97%~104%。

附录 A
标准的有关说明
(参考件)

A1 水样经过离子交换,其他元素不干扰 K^+ 、 Na^+ 、 Li^+ 、 NH_4^+ 的测定,在分析条件下, Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 不被洗脱。但 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 在分离柱积累过多时,将影响分离柱的交换效率。因此,分离柱在使用一段时间后,需用 HNO_3 溶液 [$c(HNO_3)=0.2mol/L$] 淋洗 15~20min,然后用蒸馏水洗 30min,这时 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 和一些亲合力大的阳离子被洗脱下来。分离柱的效率得到恢复。在进行上述操作时,要将抑制柱从分离柱上取下来,使分离柱的废液直接流入烧杯。洗完后,再将抑制柱接上。

A2 进样后,有时出现 Li^+ 、 Na^+ 、 NH_4^+ 、 K^+ 的负峰,可能是由于背景电导太高。此时可检查抑制溶液的浓度是否符合要求。如果浓度没有问题,可加大抑制液流量(必要时也可以降低淋洗液流量),以便更好地抑制淋洗液,得到正常的阳离子峰。

附加说明:

本标准由地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部水文地质工程地质研究所归口。

本标准由北京水文地质公司负责起草。

本标准主要起草人唐秀珍、鄢龙喜。