



中华人民共和国城镇建设行业标准

CJ/T 141~150—2001

城市供水水质检验方法标准 及编制说明和研究报告

2001-07-17发布

2001-12-01实施

中华人民共和国建设部 发布

一、城市供水水质检验方法标准

**Standard methods for the examination of
water of urban water supply**

前 言

本标准由建设部标准定额研究所提出。

本标准由建设部给水排水产品标准化技术委员会归口。

本标准由国家城市供水水质监测网北京监测站、天津监测站负责起草。

本标准主要起草人：杜兵、孟莉莉。

本标准主要参加验证单位：上海监测站、南京监测站、天津监测站、南昌监测站、厦门监测站。

中华人民共和国城镇建设行业标准

城市供水 钠、镁、钙的测定

离子色谱法

CJ/T 143—2001

Urban water supply—
Determination of sodium, magnesium, calcium—
Ion chromatography method

1 范围

本标准规定了用离子色谱法测定城市供水中的钠、镁、钙。

本标准适用于测定生活饮用水及其水源水中钠、镁、钙的测定。

本标准规定方法进样量为 50 μL 时,最低检测质量浓度为:钠:0.013 mg/L;镁:0.016 mg/L;钙:0.025 mg/L。

2 方法

本法采用离子色谱仪、电导检测器进行检测。当流动相(淋洗液)将钠、镁、钙离子带入分离柱时,因待测离子对分离柱离子交换树脂的相对亲和力不同,而在分离柱中分离。经阴离子交换系统或抑制器转换成高电导度的强碱,淋洗液转变为弱电导度的水,通过电导检测器,测定所含各阳离子溶液的电导值而达到定性和定量分析的目的。

3 试剂和材料

3.1 本方法配制试剂溶液及稀释用的纯水的电阻均为 $18\text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$,宜当天制备,当天使用,将纯水放在塑料瓶中保存。

3.2 各种阳离子标准储备液

3.2.1 钠离子标准储备液 [$\rho(\text{Na}^+)=1\,000\text{ }\mu\text{g/mL}$]:称取 2.542 g 于 $500\text{ }^\circ\text{C}\sim 600\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重的氯化钠(NaCl ,优级纯),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,用无二氧化碳的纯水稀释至刻度。或购市售标准储备液。

3.2.2 镁离子标准储备液 [$\rho(\text{Mg}^{2+})=1\,000\text{ }\mu\text{g/mL}$]:称取 1.660 g 于 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重的氧化镁(MgO ,优级纯),溶于 2.5 mL 盐酸(1+3)及少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶并稀释至刻度。或购市售标准储备液。

3.2.3 钙离子标准储备液 [$\rho(\text{Ca}^{2+})=1\,000\text{ }\mu\text{g/mL}$]:称取 2.497 g 经 $105\text{ }^\circ\text{C}\sim 110\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的碳酸钙(CaCO_3 ,二级标准物质),溶于 10 mL 盐酸溶液(1+3)中,移入 1 000 mL 容量瓶并稀释至刻度,或市售标准储备液。

3.2.4 甲烷磺酸淋洗液:用吸管吸取甲烷磺酸($\text{CH}_3\text{SO}_3\text{H}$)1.3 mL,用纯水稀释至 1 L 经脱气后使用。

4 仪器

4.1 抑制型离子色谱仪。

- 4.2 电导检测器。
- 4.3 工作站或积分仪。
- 4.4 色谱柱:阳离子保护柱、阳离子分离柱。
- 4.5 进样器(最小体积为 2 mL 的塑料注射器)。
- 4.6 淋洗液贮罐(2 L)。

5 样品

- 5.1 用聚乙烯瓶采集水样。
- 5.2 样品采集后在 4℃ 下保存,在 7 天内测定。
- 5.3 若长期存放,应加 HNO_3 至 $\text{pH} < 2$ 。

6 测定步骤

6.1 水样的预处理

对于较清洁的水样,用 0.45 μm 滤膜过滤,除去颗粒物,然后根据水样中阳离子的含量,直接进样或做适当的稀释后进样。对于含有机物较高的水样,用 Sep-pakC₁₈ 小柱过滤后,根据水样的情况,直接进样或做适当的稀释后进样。

6.2 水样的测定

6.2.1 标准系列的配制:分别吸取标准储备液 Na^+ (3.2.1):2.50、5.00、10.00、15.00、20.00 mL; Mg^{2+} (3.2.2):2.50、7.50、12.50、17.50、22.50 mL; Ca^{2+} (3.2.3):2.50、10.00、20.00、30.00、40.00 mL 到 5 个 500 mL 的容量瓶中用纯水稀释至刻度,摇匀,配制钠、镁、钙混和标准系列,各离子浓度如表 1。

表 1 钠、镁、钙混和标准系列 mg/L

元素	标 1	标 2	标 3	标 4	标 5
钠	5.00	10.00	20.00	30.00	40.00
镁	5.00	15.00	25.00	35.00	45.00
钙	5.00	20.00	40.00	60.00	80.00

6.2.2 开启离子色谱仪,待仪器稳定后,依次注入标准样品和水样,进样量 50 μL ,记录峰面积。

以标准峰面积对浓度所对应的质量作图绘制标准曲线,记录水样的峰面积值,在标准曲线上查出被测水样中的钠、镁、钙的质量。

7 计算

水样中钠、镁、钙离子质量浓度的计算见式(1):

$$\rho(\text{Na}^+, \text{Mg}^{2+}, \text{Ca}^{2+}) = m/V \times 1000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: $\rho(\text{Na}^+, \text{Mg}^{2+}, \text{Ca}^{2+})$ ——水样中的钠、镁、钙离子的质量浓度, mg/L;

m ——从标准曲线上查得样品中钠、镁、钙的质量, μg ;

V ——水样的体积, μL 。

8 精密度和准确度

有 6 个实验室参加了本方法的低浓度样品测定,5 个实验室参加了高浓度样品的测定,精密度和准确度见表 2,自来水加标回收率见表 3。

表 2 离子色谱法测定 Na^+ 、 Mg^{2+} 、 Ca^{2+} 的精密度和准确度

元素	钠		镁		钙	
浓度,mg/L	5.0	30.0	5.0	40.0	5.0	60.6
相对标准偏差, %	0.8	0.93	0.76	0.77	1.40	0.70
相对误差, %	0.40	0.03	0	0.35	0	0.30

表 3 自来水中不同浓度 Na、Mg、Ca 加标回收率

钠		镁		钙	
加标量,mg/L	回收率, %	加标量,mg/L	回收率, %	加标量,mg/L	回收率, %
2.0	102	2.0	103	2.0	101
3.0	99	3.0	98	3.0	99
4.0	100.2	4.0	100	4.0	100.5
5.0	98	5.0	96	5.0	104
15.0	97	15.0	100.5	15.0	100
20.0	99.5	25.0	100.5	30.0	100
30.0	100.5	30.0	98	40.0	96
				50.0	98