

植物全量钙、镁测定方法

(原子吸收分光光度法, $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ 消煮)

一、主要仪器

50ml 三角瓶、电砂浴、原子吸收分光光度计 (日立 Z2000 原子吸收分光光度计)。

二、试剂

1. 高氯酸 [$\rho(\text{HClO}_4) \approx 1.60 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$, 质量 70%, 优级纯]。
2. 浓 HNO_3 (优级纯)。

三、操作步骤

称样约 1.000g 于 50mL 三角瓶中, 加硝酸-高氯酸混酸 15mL 静置于通风柜, 瓶口盖一弯颈小漏斗, 待棕色烟出现, 溶液上部出现大量白色气泡 消煮至溶液呈均匀淡黄色, 且棕色烟几乎消失, 稍冷滴加少量蒸馏水, 过滤后合并滤液于 25mL 容量瓶, 同时设置空白对照, 除不加待测样品外, 其他操作相同。

四、钙、镁的测定

1. $100 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 钙标准溶液: 称取碳酸钙 (CaCO_3 , 分析纯, 经 110°C 烘干 4 h) 2.4972 g 溶于 $1 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ 盐酸溶液中, 煮沸赶去二氧化碳, 用水洗入 1 L 容量瓶中, 定容。将此溶液用水稀释 10 倍, 即为 $100 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 钙标准溶液。

2. $10 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 镁标准溶液: 称取金属镁 (光谱纯) 0.1000 g 溶于少量 $6 \text{ mol}\cdot\text{L}^{-1}$ HCl 溶液中, 用水洗入 1 L 容量瓶中, 定容。再稀释成 $10 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ Mg。

3. $50 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 氯化锶或氯化镧溶液: 称 15.20 g $\text{SrCl}_2\cdot 6 \text{ H}_2\text{O}$ 溶于 100 mL 水中, 此为 $50 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 锶 (Sr) 溶液。或称 $\text{LaCl}_3\cdot 7 \text{ H}_2\text{O}$ 13.40 g 溶于 100 mL 水中, 此为 $50 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 镧溶液。

4. $1.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HCl}$: 即把浓 HCl 稀释 10 倍。

5. 标准曲线制作: 分别吸取 $100 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 钙标准溶液和 $10 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$ 镁标准溶液 0、1、2、3、4、5 mL, 分别置于 6 个 50 mL 容量瓶中, 然后分别加入与吸取待测滤液相同体积的空白溶液 (即 $1.2 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1} \text{ HCl}$ 约 20 mL 的稀释液) ^(注 2), 再各加入 $50 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 氯化锶或氯化镧溶液 1 mL, 用水定容, 即得 0、2、4、6、8、10 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1} \text{ Ca}$ 和 0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 $\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1} \text{ Mg}$ 混合标准系列溶液。与样品在同一条件下用原子吸收分光光度计测定吸光度, 绘制钙和镁的标准曲线。

五、结果计算

$$\text{Ca 或 Mg (g} \cdot \text{kg}^{-1}) = \rho \times V \times ts \times 10^{-3} / m$$

式中: ρ ——标准曲线查得的 Ca 或 Mg 的质量浓度 ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$);

V ——测定时定容体积 (mL);

ts ——分取倍数, 待测液定容体积 (mL) / 吸取待测滤液体积 (mL);

m ——干样品质量 (g);

10^{-3} ——将 mg 换算成 g。