

ICS 13.060.50  
D 51  
备案号: 76278-2020

# DB63

## 青海省地方标准

DB63/T 1848—2020

---

### 卤水中钾、钠、钙、镁的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

2020 - 11 - 12 发布

2020 - 12 - 31 实施

---

青海省市场监督管理局

发 布

## 前 言

本标准按照GB/T 1.1-2020给出的规则编写。

本标准由青海省地质矿产测试应用中心提出。

本标准由青海省自然资源厅归口。

本标准主要起草单位：青海省地质矿产测试应用中心、青岛鲁海光电科技有限公司。

本标准主要起草人：石华、刘氙、朱琳、魏振宏、杜作朋、陶丽萍、安国荣、张敬师、张莉、潘宁。

本标准由青海省自然资源厅监督实施。

# 卤水中钾、钠、钙、镁的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

**警示：**使用本标准的人员应经培训后方能使用。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者应采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本标准规定了电感耦合等离子体发射光谱法测定卤水中钾、钠、钙、镁的原理、试剂和材料、仪器和设备、试样、分析步骤、数据处理、质量控制及废物处理的要求。

本标准适用于卤水中钾、钠、钙、镁的测定。

测定范围：钾：（0.1~100000）mg/L；钠：（0.1~100000）mg/L；钙：（0.1~100000）mg/L；镁：（0.1~100000）mg/L。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

DZ/T 0130.6-2006 地质矿产实验室测试质量管理规范 第6部分：水样分析

## 3 术语和定义

本文件中没有需要界定的术语和定义。

## 4 原理

试样经前处理后由电感耦合等离子体发射光谱仪测定。将待测溶液引入高温等离子炬中，待测元素被激发成离子及原子，在特定的波长处测量各元素离子及原子的发射光谱强度，特征光谱的强度与试样中待测元素的浓度在一定范围内呈线性关系而进行定量分析。

## 5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中均使用优级纯试剂和符合GB/T 6682规定的分析实验室用水：

- a) 硝酸。 $\rho(\text{HNO}_3) = 1.42 \text{ g/mL}$ ；
- b) 盐酸。 $\rho(\text{HCl}) = 1.19 \text{ g/mL}$ ；
- c) 钾标准溶液（1000  $\mu\text{g/mL}$ ）；
- d) 钠标准溶液（1000  $\mu\text{g/mL}$ ）；
- e) 钙标准溶液（1000  $\mu\text{g/mL}$ ）；
- f) 镁标准溶液（1000  $\mu\text{g/mL}$ ）；
- g) 高纯氩气。氩气含量 $\geq 99.999\%$ 。

6 仪器和设备

实验中涉及到的主要仪器和条件如下：

- a) 电感耦合等离子体发射光谱仪，测试条件参见附录 A 和附录 B；
- b) 分析天平(感量 0.1 mg)。

7 试样

试样保存在密封的塑料容器中。

8 分析步骤

8.1 样品前处理

样品适当稀释后准确移取25 mL到250 mL容量瓶中，缓慢加入5 mL盐酸摇匀，再缓慢加入5 mL硝酸，用水定容至250 mL容量瓶中，摇匀。

8.2 系列标准溶液配制

分别准确移取100 mL待测元素标准溶液至1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，此溶液K<sup>+</sup>、Na<sup>+</sup>、Ca<sup>2+</sup>、Mg<sup>2+</sup>的质量浓度为100 μg/mL。按表1规定将待测元素标准溶液（100 μg/mL）分别移入100mL容量瓶中，缓慢加入5 mL盐酸摇匀，再缓慢加入5 mL硝酸，用水定容，摇匀。

表1 标准工作溶液

单位：mg/L

| 元素               | 标准点 1 | 标准点 2 | 标准点 3 | 标准点 4 | 标准点 5 | 标准点 6 |
|------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| K <sup>+</sup>   | 0.0   | 1.0   | 5.0   | 20.0  | 50.0  | 100   |
| Na <sup>+</sup>  | 0.0   | 5.0   | 300   | 100   | 20.0  | 200   |
| Ca <sup>2+</sup> | 0.0   | 0.5   | 2.0   | 10.0  | 20.0  | 40.0  |
| Mg <sup>2+</sup> | 0.0   | 300   | 50.0  | 100   | 200   | 20.0  |

8.3 标准曲线绘制

测定前，根据待测元素和仪器性能，进行氩气流量、射频发生器功率等测量条件优化（见附录A），在相应波长(参见附录B)处测定各种标准溶液的辐射强度，以质量浓度(μg/mL)为横坐标，相应的辐射强度为纵坐标，绘制标准曲线。

8.4 测定

与标准溶液相同的条件下测定空白溶液和样品溶液（8.1），测定辐射强度。

9 数据处理

根据测定样品辐射强度，在标准曲线上计算出被测元素的质量浓度 ρ（mg/L）。分析结果按GB/T 8170 的规定进行数值修约。

10 质量控制

10.1 准确度控制

同类型试样，每一批次试样数在10个以下时，加标回收试样数为2份~3份，10个以上试样数时，加标回收试样数为3份~4份。试样中待测组分的加标回收率控制在95%~105%，超出此范围判定为不合格。

加标回收率按公式（1）计算：

回收率（%）=  $\frac{\text{加标-试样-测试值}-\text{试样-测试值}}{\text{加标量}} \times 100\%$  ..... (1)

10.2 精密度控制

每一批试样随机抽取20%的试样作为检查分析样。一批少于10个试样的，检查分析比例应增加至30%~50%。重复分析相对偏差允许限依据公式（2）计算：

$Y = 11.0CX^{-0.28}$  ..... (2)

式中：

Y—重复分析相对偏差允许限，%；

X—各组分分析结果的浓度值，mg/L；

C—重复分析相对偏差允许限系数，由DZ/T 0130.6-2006可查得K<sup>+</sup>和Na<sup>+</sup> C=1,Ca<sup>2+</sup>和Mg<sup>2+</sup> C=1.5。

重复分析结果的相对偏差依据相应的重复分析相对偏差允许限判断，小于等于重复分析相对偏差允许限时，为合格；大于重复分析相对偏差允许限时，为不合格。

10.3 空白试验

应随同实验进行双份空白试验，所用试剂应取自同一批试剂，加入同等的量。

11 废物处理

实验过程中产生的废渣和废液，应置于密闭容器中分类保管，并送有资质的单位无害化处理。

附 录 A  
(资料性附录)  
仪器测试条件

本实验采用电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定分析，每款仪器具体条件会有不同，可根据具体情况调节，参考测试条件如下：

- 光源：氩等离子体光源，射频功率1150W；
- 氩气压力：0.6 Mpa ~0.8 Mpa；
- 泵速：50 r/min；
- 室温：20 ℃ $\pm$ 3 ℃；
- 辅助气体流量：0.2 L/min；
- 雾化器流量：0.8 L/min；
- 观测高度：14 cm；
- 选用标准曲线法，选择仪器测定参数中的“线性，计算截距”选项。

附 录 B  
(资料性附录)  
各元素推荐测定谱线

实验中ICP-AES采用的分析谱线推荐如表B. 1，各不同型号的仪器可以根据各自仪器的情况选择。

表B. 1 元素测定谱线

| 元素 | 波长/nm          |
|----|----------------|
| 钾  | 766. 490 (140) |
| 钠  | 589. 592 (130) |
| 钙  | 317. 933 (106) |
| 镁  | 285. 213 (118) |