

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号：47900-2015

# DB63

## 青 海 省 地 方 标 准

DB63/T 1421—2015

---

### 光卤石中钾、钠、钙、镁、硫含量的测定 电感耦合等离子发射光谱法

2015 - 09 - 24 发布

2015 - 12 - 20 实施

青海省质量技术监督局 发布

## 前 言

本标准依据GB/T 1.1-2009的规则编写。

本标准由青海省盐化工产品质量监督检验中心提出。

本标准由青海省化肥和化工产品标准化技术委员会归口。

本标准主要起草单位：青海省盐化工产品质量监督检验中心。

本标准参加起草单位：青海盐湖工业股份有限公司。

本标准主要起草人：王微芝、刘宏、王兴权、汪康、郑祥菊、祁生冰、许显宁、罗存福、贾国安、甘仁香。

# 光卤石中钾、钠、钙、镁、硫含量的测定

## 电感耦合等离子发射光谱法

### 1 范围

本标准规定了光卤石中钾、钠、钙、镁、硫含量的测定范围、试验方法和精密度。

本标准适用于光卤石中钾、钠、镁各元素含量（质量分数）在0.25%~25%范围内的测定，钙、硫各元素含量在0.01%~25%范围内的测定。

### 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

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备 第2部分 杂质用标准溶液的制备

### 3 原理

试样经去离子水溶解，定容至一定体积，然后导入电感耦合等离子发射光谱仪中，与标准样品各元素质量数处所对应的信号响应值相对照，得出各元素含量。

### 4 试剂和仪器

#### 4.1 试剂

本标准所用试剂和水均指优级纯试剂和GB/T 6682-2008规定的二级水，试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按HG/T 3696.2之规定制备。

- a) 高纯氩气的纯度 $\geq 99.999\%$ ;
- b) 钾标准溶液 1.00 mg/mL，按 HG/T 3696.2 规定制备；
- c) 钠标准溶液 1.00 mg/mL，按 HG/T 3696.2 规定制备；
- d) 钙标准溶液 1.00 mg/mL，按 HG/T 3696.2 规定制备；
- e) 镁标准溶液 1.00 mg/mL，按 HG/T 3696.2 规定制备；
- f) 硫标准溶液 1.00 mg/mL，参考 HG/T 3696.2 制备方法。称取 4.493 1 于 105 °C~110 °C 干燥至恒重的七水硫酸锌，溶于水，移入 500 mL 容量瓶中，稀释至刻度，贮存于聚乙烯瓶中。此溶液硫（S）质量浓度为 5.00 mg/mL。

#### 4.2 仪器及条件

- a) 电感耦合等离子发射光谱仪

电感耦合等离子体发射光谱仪条件参见附录 A，各元素推荐测定波长参见附录 B；

- b) 电子天平，精度 0.1 mg；
- c) 马弗炉：温度能控制在 500 °C–800 °C；
- d) 恒温干燥箱：温度能控制在 105 °C–120 °C。

## 5 试验方法

### 5.1 样品的制备

样品用四分法经多次缩分后剩约 20 g，称取约 2.0 g 试样，精确至 0.000 1 g，置于 250 mL 烧杯中，加水 50 mL 左右，搅拌溶解，试样完全溶解后转移至 250 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀，然后干过滤弃去最初少量滤液，再移取 10 mL 清液转移至 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，待测。

### 5.2 工作曲线的绘制

按 HG/T 3696.2 的规定，配制成表 1 中各浓度元素标准储备液，体积为 500 mL，然后按表 1 规定，分别移取各元素标准储备液，移入 5 个 100 mL 的容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

表 1 标准工作曲线溶液的制备

元素名称	标准储备溶液	混合标准溶液	1	2	3	4	5	6
钾 (K)	1 mg/mL	钾系列质量浓度 μg/mL	0.0	10.0	20.0	50.0	80.0	100.0
		移取标准溶液体积 mL	0.0	1.0	2.0	5.0	8.0	10.0
钠 (Na)	1 mg/mL	钠系列质量浓度 μg/mL	0.0	10.0	20.0	50.0	80.0	100.0
		移取标准溶液体积 mL	0.0	1.0	2.0	5.0	8.0	10.0
钙 (Ca)	1 mg/mL	钙系列质量浓度 (μg/mL)	0.0	10.0	20.0	50.0	80.0	100.0
		移取标准溶液体积 mL	0.0	1.0	2.0	5.0	8.0	10.0
镁 (Mg)	1 mg/mL	镁系列质量浓度 μg/mL	0.0	10.0	30.0	50.0	80.0	100.0
		移取标准溶液体积 mL	0.0	1.0	3.0	5.0	8.0	10.0
硫 (S)	1 mg/mL	硫系列质量浓度 μg/mL	0.0	10.0	30.0	50.0	80.0	100.0
		移取标准溶液体积 mL	0.0	1.0	3.0	5.0	8.0	10.0

测定前，根据待测元素性能和仪器性能，进行氩气流量、射频发生器功率等测量条件优化并确定，然后用等离子发射光谱法在测定波长处测定各种标准溶液的发射强度，以各标准质量浓度 (μg/mL) 为横坐标，相应的发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

### 5.3 试样的测定

试验溶液在与测定标准溶液相同的条件下测定，测得的发射强度，在工作曲线上查出相应元素的质量浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ），同时做空白试验。

#### 5.4 结果计算

试样中各元素质量分数按公式(1)计算，数值以%表示：

$$\omega = \frac{(\rho_1 - \rho_0) V \times 10^{-6}}{m \times \frac{10}{250}} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\omega$ ——试样中各元素的含量，%(质量分数)；

$\rho_1$ ——从标准工作曲线中读出的试样溶液中元素浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

$\rho_0$ ——从标准工作曲线中读出的空白试样溶液中元素浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

$V$ ——稀释体积， $\text{mL}$ ；

$m$ ——称取试样质量， $\text{g}$ 。

计算结果按GB/T 8170进行修约并表示。

#### 5.5 允许差

由同一操作者，用相同的仪器对同一试验材料，在恒定的操作条件下，按照规定的正确方法操作，常量元素所得两次重复试验结果的相对标准偏差不得超过10%，微量元素所得两次重复试验结果的相对标准偏差不得超过20%。

附 录 A  
(资料性附录)  
仪器测试条件

本试验采用全直谱电感耦合等离子发射光谱仪进行测定分析，参考测试条件如下：

- 1) 光源：氩等离子体光源，功率 100 0 W；
- 2) 氩气压力：0.6 Mpa~0.7 Mpa；
- 3) 泵速：50 rpm；
- 4) 室温：15 °C~30 °C；
- 5) 相对湿度：20%~80%；
- 6) 辅助气体流量：0.5 L/min；
- 7) 雾化器流量：0.5 L/min。

附 录 B  
(资料性附录)  
各元素推荐测定波长

表B.1各元素推荐测定波长.

表B.1 元素测定波长

元素	波长 nm
钾 (K)	766.5
钠 (Na)	330.2
钙 (Ca)	317.9
镁 (Mg)	279.8
硫 (S)	180.7