

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号：47901-2015

# DB63

## 青 海 省 地 方 标 准

DB 63/T 1422—2015

---

### 卤水中钾、钠、钙、镁、硼、锂含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

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。

本标准由青海盐湖工业股份有限公司提出。

本标准由青海省化肥和化工产品标准化委员会归口。

本标准主要起草单位：青海盐湖工业股份有限公司。

本标准参加起草单位：青海省盐化工产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：王石军、李树民、屈小荣、刘宏、吴金芳、刘玉明、冶巧萍、刘喜业、牛莉慧、杨小波。

# 卤水中钾、钠、钙、镁、硼、锂含量的测定

## 电感耦合等离子体发射光谱法

### 1 范围

本标准规定了卤水中钾、钠、钙、镁、硼、锂含量的测定范围、试验方法和允许差。

本标准适用于卤水中（质量分数）钾、钙：0.01%~5.0%；钠、镁：0.01%~10.0%；硼、锂：0.001%~0.5%含量的测定。

本标准同时适用于光卤石矿和钾石盐矿样品的钾、钠、钙、镁、硼、锂含量的测定。

### 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

在中性条件下，试样用去离子水溶解，定容至一定体积，然后导入电感耦合等离子体发射光谱仪中，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/T6682规定的一级水，实验中所用杂质标准溶液、试剂及制品，在没有注明其它要求时，均按HG/T 3696.2之规定制备，应符合以下要求。

- 高纯氩气的纯度 $\geq 99.999\%$ ；
- 硝酸（优级纯）1+1；
- 盐酸（优级纯）；
- 钾标准溶液 5.00mg/mL，参考 HG/T3696.2 规定配制。称取 1.2950g 于 120℃-130℃干燥至恒重的硝酸钾，溶于水，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液钾（K）质量浓度为 5.00mg/mL；
- 钠标准溶液 5.00mg/mL，参考 HG/T3696.2 规定配制。称取 1.2710g 预先在 500℃~600℃灼烧至恒重的氯化钠（高纯试剂），溶于水，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，贮存于聚乙烯瓶中。此溶液钠（Na）质量浓度为 5.00mg/mL；
- 钙标准溶液 1.00mg/mL，按 HG/T3696.2 规定配制；

- g) 镁标准溶液 5.00mg/mL, 参考 HG/T3696.2 规定配制。称取 0.8290g 预先在 800℃±50℃灼烧至恒重的氧化镁(高纯试剂), 溶于 12.5mL 盐酸及少量水中, 移入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液镁(Mg)质量浓度为 5.00mg/mL;
- h) 硼标准溶液 1.00mg/mL, 按 HG/T3696.2 规定配制;
- i) 锂标准溶液 1.00mg/mL, 按 HG/T3696.2 规定配制。

#### 4.2 仪器及条件

- a) 电感耦合等离子体发射光谱仪, 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 0.1mg;
- c) 马弗炉: 温度能控制在 500℃-800℃;
- d) 恒温干燥箱: 温度能控制在 105℃-120℃。

### 5 试验方法

#### 5.1 样品的制备

称取卤水样品 25.0g (精确到 0.1mg), 置于 100mL 小烧杯中, 加水 50ml, 移入 250mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 此溶液为 A。移取 25.00mL A 溶液, 移入 250mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度摇匀, 此溶液为 B, 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 100mL, 然后按表 1 规定, 分别移取各元素标准储备液, 移入 5 个 100mL 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	标准溶液	标准溶液	1	2	3	4	5	6
钾 (K)	5mg/mL	钾系列质量浓度 $\mu\text{g/mL}$	0.0	50.0	100.0	150.0	200.0	300.0
		标准溶液体积 mL	0.0	1.0	2.0	3.0	4.0	6.0
钠 (Na)	5mg/mL	钠系列质量浓度 $\mu\text{g/mL}$	0.0	200.0	400.0	500.0	600.0	800.0
		标准溶液体积 mL	0.0	4.0	8.0	10.0	12.0	16.0
钙 (Ca)	1mg/mL	钙系列质量浓度 $\mu\text{g/mL}$	0.0	10.0	20.0	50.0	100.0	200.0
		标准溶液体积 mL	0.0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0
镁 (Mg)	5mg/mL	镁系列质量浓度 $\mu\text{g/mL}$	0.0	800.0	600.0	500.0	400.0	200.0
		标准溶液体积 mL	0.0	16.0	12.0	10.0	8.0	4.0
硼 (B)	1mg/mL	硼系列质量浓度 $\mu\text{g/mL}$	0.0	10.0	20.0	30.0	40.0	50.0
		标准溶液体积 mL	0.0	1.00	2.0	3.0	4.0	5.0
锂 (Li)	1mg/mL	锂系列质量浓度 $\mu\text{g/mL}$	0.0	10.0	20.0	30.0	40.0	50.0
		标准溶液体积 mL	0.0	1.00	2.0	3.0	4.0	5.0

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（ $\mu\text{g/mL}$ ）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：

$$\omega = \frac{(\rho_1 - \rho_0) V \times 10^{-6}}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

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，mL；

$m$ ——称取试样质量，g。

取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果，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

本实验采用电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定分析，参考测试条件如下：

- 光源：氩等离子体光源，射频功率 1300W；
- 氩气压力：0.550 Mpa ~0.825Mpa；
- 泵速：1.5 L/min；
- 室温：18℃~22℃；
- 辅助气体流量：0.2L/min；
- 雾化器流量：0.8L/min；
- 选用标准曲线法时，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, 单位为 nm
钾 (K)	766.49
钠 (Na)	330.237
钙 (Ca)	315.887
镁 (Mg)	279.077
硼 (B)	249.677
锂 (Li)	610.362