

ICS 71.060.50

G 12

备案号: 42525-2014

DB63

青海省地方标准

DB63/T 1297—2014

卤水碳酸锂中 Na、K、Fe、Ca、Mg、B 含量的测定-电感耦合等离子发射光谱法

2014 - 06 - 09 发布

2014 - 07 - 01 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。

本标准由青海省质量技术监督局提出并归口。

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：刘宏、李辉林、王兴权、张生顺、马福林、王和平、屈小荣、祁生冰、刘晶。

卤水碳酸锂中 Na、K、Fe、Ca、Mg、B 含量的测定-电感耦合等离子发射光谱法

1 范围

本标准规定了卤水碳酸锂中Na、K、Fe、Ca、Mg、B含量的测定范围、试验方法和允许差。
本标准适用于卤水碳酸锂中Na、K、Fe、Ca、Mg、B含量的测定。测定范围见表1。

表1

元素	质量分数/%
Na	0.001~0.25
K	0.0005~0.01
Fe	0.0025~0.01
Ca	0.0025~0.1
Mg	0.0025~0.05
B	0.001~0.025

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法 (ISO 3696: 1987, MOD)
- 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 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

3 原理

试样经硝酸溶解消化后，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GB/T 602、HG/T 3696.2之规定制备。

- a) 硝酸溶液(优级)：1+1。

- b) 氩气（高纯）：纯度 $\geq 99.999\%$ 。
- c) 高纯碳酸锂：纯度 $\geq 99.999\%$ 。
- d) 钠标准溶液（1 mg/mL）：按 HG/T 3696.2 规定制备。
- e) 钠标准溶液（0.5 mg/mL）：用移液管移取 50 mL 按 HG/T 3696.2 规定制备的钠标准溶液置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
- f) 钾标准溶液（0.01 mg/mL）：用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 规定制备的钾标准溶液置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
- g) 镁标准溶液（0.1 mg/mL）：按 GB/T 602 规定制备。
- h) 钙标准溶液（0.1 mg/mL）：按 GB/T 602 规定制备。
- i) 铁标准溶液（0.1 mg/mL）：按 GB/T 602 规定制备。
- j) 铁标准溶液（0.01 mg/mL）：用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 规定制备的铁标准溶液置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
- k) 硼标准溶液（0.1 mg/mL）：按 GB/T 602 规定制备。

4.2 仪器及条件

- a) 电感耦合等离子发射光谱仪。
- b) 光源：氩等离子体光源
- c) 发生器功率不小于 1.0 KW。
- d) 室温：（25 $\pm$ 1）℃。
- e) 各元素推荐测定波长见附录 B。

5 试验方法

5.1 标准加入法

5.1.1 样品的制备

用四分法，样品经多次缩分后剩约 20 g，称取约 1 g 试样，精确至 0.001 g，置于烧杯中，用适量水润湿，加盖表面皿后缓慢滴加硝酸溶液，滴至试样完全溶解后再过量 1 mL，完全转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，待测。

5.1.2 系列标准溶液的制备

用四分法，样品经多次缩分后剩约 20 g，称取 10 g 试样，精确至 0.001 g，置于烧杯中，用适量水润湿，加盖表面皿后缓慢滴加硝酸溶液，滴至试样完全溶解后再过量 1 mL，完全定容到 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。然后分别移取 50 mL 此样品溶液于 5 个 100 mL 容量瓶中，再按表 2 规定，将各元素标准溶液分别移入 100 mL 的容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

表2

元素名称	标准溶液	工作曲线	1	2	3	4	5
钾 (K)	0.01 mg/mL	工作曲线浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	0	0.2	0.4	0.8	1.0
		标准溶液体积/mL	0	2.0	4.0	8.0	10.0
钠 (Na)	0.5 mg/mL	工作曲线浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	0	5	10	20	25
		标准溶液体积/mL	0	1.0	2.0	4.0	5.0

钙 (Ca)	0.1 mg/mL	工作曲线浓度/ (μg/mL)	0	1	2	4	5
		标准溶液体积/ml	0	1.0	2.0	4.0	5.0
镁 (Mg)	0.1 mg/mL	工作曲线浓度/ (μg/mL)	0	0.5	1	2	5
		标准溶液体积/ml	0	0.5	1.0	2.0	5.0
铁 (Fe)	0.1 mg/mL	工作曲线浓度/ (μg/mL)	0	0.5	1	2	5
		标准溶液体积/ml	0	0.5	1.0	2.0	5.0
硼 (B)	0.1 mg/mL	工作曲线浓度/ (μg/mL)	0	0.5	1	2	5
		标准溶液体积/ml	0	0.5	1.0	2.0	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辐射强度，以各标准质量浓度（μg/mL）为横坐标，相应的辐射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.1.3 试样测定

试验溶液在与测定标准溶液相同的条件下测定，测得的辐射强度，在工作曲线上查出相应元素的质量浓度（μg/mL）。

5.1.4 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：

$$\omega = \frac{cV \times 10^{-6}}{m} \times 100 = \frac{cV}{10000m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：
ω——试样中各元素的含量，%(质量分数)；
c——从标准工作曲线中读出的试样溶液中的元素浓度，μg/mL；
V——稀释体积，mL；
m——称取试样质量，g。

计算结果按GB/T 8170 进行修约并表示。

5.1.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次测定结果的绝对差值不大于表3中的数值。

表3

元素	绝对差值/%
钠 (Na)	0.02
钾 (K)	0.000 5
镁 (Mg)	0.005
钙 (Ca)	0.005
铁 (Fe)	0.000 2
硼 (B)	0.002

5.2 标准曲线法

5.2.1 样品的制备

用四分法，样品经多次缩分后剩约20 g，称取约2 g试样，精确至0.001 g，置于烧杯中，用适量水润湿，加盖表面皿后缓慢滴加硝酸溶液，滴至试样完全溶解后再过量1mL，完全转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，待测。

5.2.2 系列标准溶液的制备

称取20 g高纯碳酸锂（4.1.c），精确至0.001 g，置于烧杯中，用适量水润湿，加盖表面皿后缓慢滴加硝酸溶液，滴至试样完全溶解后再过量1 mL，完全转移至500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。然后分别移取50 mL此高纯碳酸锂溶液于5个100 mL容量瓶中，再按表4规定，将各元素标准溶液分别移入100 mL的容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。

表4

元素名称	标准溶液	工作曲线	1	2	3	4	5
钾（K）	0.01 mg/mL	工作曲线浓度/（μg/mL）	0	0.2	0.4	0.8	2.0
		标准溶液体积/ml	0	2.0	4.0	8.0	20.0
钠（Na）	1 mg/mL	工作曲线浓度/（μg/mL）	0	5	10	30	50
		标准溶液体积/ml	0	0.5	1.0	3.0	5.0
钙（Ca）	0.1 mg/mL	工作曲线浓度/（μg/mL）	0	2	4	8	20
		标准溶液体积/ml	0	2.0	4.0	8.0	20.0
镁（Mg）	0.1 mg/mL	工作曲线浓度/（μg/mL）	0	2	4	8	10
		标准溶液体积/ml	0	2.0	4.0	8.0	10.0
铁（Fe）	0.01 mg/mL	工作曲线浓度/（μg/mL）	0	0.2	0.4	0.8	2.0
		标准溶液体积/ml	0	2.0	4.0	8.0	20.0
硼（B）	0.1 mg/mL	工作曲线浓度/（μg/mL）	0	0.5	1	2	5
		标准溶液体积/ml	0	0.5	1.0	2.0	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辐射强度，以各标准质量浓度（μg/mL）为横坐标，相应的辐射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.2.3 试样测定

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

5.2.4 结果计算

试样中各元素质量分数按公式(2)计算，数值以%表示：

$$\omega = \frac{(c_1 - c_0)V \times 10^{-6}}{m} \times 100 = \frac{(c_1 - c_0)V}{10000m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：
ω——试样中各元素的含量，%(质量分数)；
c₁——从标准工作曲线中读出的试样溶液中元素浓度，μg/mL；
c₀——从标准工作曲线中读出的空白试样溶液中元素浓度，μg/mL；

V——稀释体积，mL；

m——称取试样质量，g。

计算结果按GB/T 8170 进行修约并表示。

5.2.5 允许差

同本标准的5.1.5。

附 录 A
(资料性附录)
仪器测试条件

本试验采用赛默飞世尔6300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：

- 光源：氩等离子体光源，功率 1150 W；
- 氩气压力：0.65 Mpa；
- 泵速：50 rpm；
- 室温：25±1 ℃；
- 辅助气体流量：0.5 L/min；
- 雾化器流量：0.5 L/min；
- 选用标准曲线法时，选择仪器测定参数中的“外部”选项；选用标准加入法时，选择仪器测定参数中的“MSA”选项。

附 录 B
(资料性附录)
各元素推荐测定波长

表B. 1

元素	波长/nm
钠 (Na)	589. 592、818. 326
钾 (K)	766. 490、769. 896
镁 (Mg)	280. 270、285. 213
钙 (Ca)	396. 847、317. 933
铁 (Fe)	238. 204、259. 940
硼 (B)	249. 678、208. 959