

电感耦合等离子体发射光谱法快速测定氯化钾

祝云军, 武丽平

(青海省柴达木综合地质勘查院西部测试中心, 青海 格尔木 816000)

摘 要:用电感耦合等离子体发射光谱法对氯化钾产品进行杂质分析, 利用配盐的方法将杂质离子配成盐, 用总量 100 减去杂质盐分的含量即得氯化钾的含量。该方法快速准确, 精密度和准确度都非常好, 能代替原有的化学分析方法。

关键词:电感耦合等离子体发射光谱法; 氯化钾; 配盐; 杂质

中图分类号: O433

文献标识码: A

文章编号: 1008-858X(2010)03-0039-03

0 前 言

现在工矿对氯化钾产品的分析方法一般采用的是国家标准——重量法, 其结果准确可靠, 但程序繁琐, 分析速度慢。也有季胺盐容量法, 只适合低含量钾的分析。还有利用仪器(如原子吸收发射光谱仪)直接测定钾, 虽然速度快, 但对高含量产品的分析精密度和准确度都达不到产品分析的要求。近来, 我们在检测由浮选法生产的氯化钾产品的分析过程中找到了一条快速、准确、简便的分析方法, 能代替重量法, 满足了产品分析的要求。生产氯化钾产品的主要原料是利用钾石盐、光卤石、钾盐镁矾等水溶性钾盐矿以及海水等水溶液含钾资源。钾盐矿加工氯化钾, 主要采用浮选法和溶解结晶法, 产品的主要杂质为钠离子、钙离子、镁离子、硫酸根离子以及少量的水不溶物, 产品纯度一般都在 90% 以上^[1]。利用电感耦合等离子体发射光谱法对氯化钾产品进行杂质(一般在百分之十以内)分析, 将杂质离子配成盐, 用总量 100 减去杂质盐分以及水不溶物的含量即得氯化钾的含量。这种利用测杂质的方法间接测主含量的方法(差减法)在其他产品分析中早有应用。

1 试剂与仪器

1.1 仪器及工作条件

Varian715-ES 型电感耦合等离子体发射光谱仪(美国 Varian 公司), 其工作条件为, RF 功率 1.00 kW, 等离子气流量 15.0 L/min, 辅助气流量 1.50 L/min, 雾化气压力 190 kPa, 测高度 10 mm; 采用快泵进样, 两次读数, 泵速 15 r/min, 仪器稳定延时 5 s 一次读数时间 5 s。

1.2 标准溶液和主要试剂

钙标准溶液 [$\rho_{(\text{Ca}^{2+})} = 1.000 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$], 称取 120℃ 干燥 2 h 的高纯碳酸钙 2.497 0 g 用 (1+1) 盐酸 20 mL 溶解后冲入 1 000 mL 容量瓶中; 镁标准溶液 ($\rho_{(\text{Mg}^{2+})} = 1.000 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$), 称取 1 000℃ 灼烧 2 h 的高纯氧化镁 1.658 3 g 用 (1+1) 盐酸 20 mL 溶解后冲入 1 000 mL 容量瓶中; 硫酸钠标准溶液 ($\rho_{(\text{Na}_2\text{SO}_4)} = 6.178 5 \text{ mg} \cdot \text{mL}^{-1}$), 称取 150℃ 干燥 2 h 的高纯硫酸钠 6.178 5 g 置于 250 mL 烧杯中, 溶解后冲入 1 000 mL 容量瓶中; 氯化钾基准; 实验用水为超纯水。

收稿日期: 2010-04-09; 修回日期: 2010-05-06

作者简介: 祝云军(1975-), 男, 工程师, 从事盐湖样品分析及盐化工艺研究。E-mail: 1103518709@qq.com。

1.3 样品的处理

样品于 (115±2)℃干燥 2 h 称 1份 (10~20 g)按 GB6549—1996 中《水不溶物的测定》测定水不溶物;另称 2.000 g样品置于 250 mL烧杯中,加入 100 mL水,在不断搅拌下加热,煮沸 5 min 取下冷至室温移入 250 mL容量瓶中,冲至刻度摇匀^[2]。水不溶物少时澄清 1 h即可上仪器测定,水不溶物大时需干过滤。

1.4 标准系列的配制

针对样品的称样量及其 90%左右的氯化钾含量,每个标准系列点中都加入 7.200 0 g/L 的氯化钾基准做为基体。分别移取 0 mL、7.5 mL、15.0 mL 钙标准溶液 (ρ_(Ca²⁺) = 1.000 mg·mL⁻¹), 0 mL、7.5 mL、15.0 mL 镁标准溶液 (ρ_(Mg²⁺) = 1.000 mg·mL⁻¹), 0 mL、20.0 mL、40.0 mL 硫酸钠标准溶液 (ρ_(Na₂SO₄) = 6.178 5 mg·mL⁻¹)放入 3 个 250 mL容量瓶中,冲至刻度摇匀。

2 实验方法

2.1 各元素分析谱线的选择

根据杂质元素含量小和谱线的波形,背景轮廓和强度值的对比,以及谱线干扰与谱线强度信息,选择了钙 422.672 nm、镁 279.800 nm、钠 589.592 nm、硫 181.972 nm、钾 404.721 nm 这些谱线做为我们的分析线。

2.2 配盐的原理和方法

根据卤水及盐水离子配成盐式化合物的原

则,溶解度较小的盐类优先配合;配合时阴离子与阳离子等摩尔配合^[3]。氯化钾产品中少量的 SO₄²⁻要先后与 Ca²⁺、Mg²⁺、Na⁺、K⁺配合,剩余的阳离子全与 Cl⁻配合。表 1 为配成的盐类化合物以及在 (115±2)℃时存在形式。

表 1 盐类化合物名称及在 (115±2)℃时存在形式
Table 1 The name of salt compound and the form in (115±2)℃

盐类化合物名称	(115±2)℃时存在形式
CaSO ₄	2CaSO ₄ ·H ₂ O
MgSO ₄	MgSO ₄ ·3H ₂ O
Na ₂ SO ₄	Na ₂ SO ₄
K ₂ SO ₄	K ₂ SO ₄
KCl	KCl
NaCl	NaCl
CaCl ₂	CaCl ₂ ·2H ₂ O
MgCl ₂	MgCl ₂ ·6H ₂ O

3 结果与讨论

3.1 方法对照实验

将柴达木综合地质勘查院测试中心 2009 年度检测的氯化钾产品选了 6 个有代表性的样品,进行了差减法与国家标准重量法的对照实验。按照设置好的仪器条件,将处理好的样品直接在电感耦合等离子体发射光谱仪上检测,将测得的结果复制入 Excel 表格中,按照配盐的原理和方法进行配制。表 2 为 SO₄²⁻配完 Ca²⁺后剩余的 Ca²⁺等阳离子配 Cl⁻的结果,以及与国家标准重量法的对照实验结果。表 3 为 SO₄²⁻配完 Ca²⁺后剩余的 SO₄²⁻配 Mg²⁺,Mg²⁺等阳离子配 Cl⁻的结果以及与国家标准重量法的对照实验结果。

表 2 差减法与国家标准重量法的对照实验结果 1

Table 2 Controlled experiment result one of difference subtraction and national standard weight

样号	质量分数 %							质量浓度 /mg·L ⁻¹					
	KCl 重量法	KCl 差减法	KCl 直接法	2CaSO ₄ ·H ₂ O	CaCl ₂ ·2H ₂ O	MgCl ₂ ·6H ₂ O	NaCl	水不溶物	K ⁺	Na ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	SO ₄ ²⁻
09B256-1	89.11	89.51	89.81	0.21	0.24	2.61	6.32	1.11	3 768	198.8	9.892	24.96	10.93
09B256-2	89.31	89.38	90.53	0.20	0.22	2.54	6.67	0.96	3 798	210.0	9.731	24.31	10.81
09B256-3	89.46	89.04	88.33	0.21	0.24	2.43	7.07	1.04	3 706	222.4	9.284	23.27	10.89

表 3 差减法与国家标准重量法的对照实验结果 2

Table 3 Controlled experiment result two of difference subtraction and national standard weight

样号	质量分数 /%						质量浓度 /mg·L ⁻¹						
	KCl 重量法	KCl 差减法	KCl 直接法	2CaSO ₄ · H ₂ O	MgSO ₄ · 3H ₂ O	MgCl ₂ · 6H ₂ O	NaCl	水不 溶物	K ⁺	Na ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	SO ₄ ²⁻
09B244-5	91.74	92.10	90.26	2.22	0.54	1.67	2.80	0.67	3 787	88.01	38.98	22.06	117.4
09B244-6	90.34	90.06	88.00	2.45	0.68	1.91	4.08	0.83	3 692	128.3	41.71	25.80	129.8
09B244-7	92.48	91.74	91.05	2.26	0.67	1.76	2.79	0.78	3 820	87.76	37.60	24.31	119.5

3.2 实验结果讨论

从表 2和表 3的结果可以看出,利用电感耦合等离子体发射光谱法,对氯化钾产品进行直接测出的结果(直接法)与重量法的结果误差较大,只能作为参考。利用电感耦合等离子体发射光谱法,对氯化钾产品进行杂质分析间接测出氯化钾的结果(差减法)与重量法的结果在误差范围内,准确度很好。对样品 09B256—1进行了 12次平行分析,方法的精密度 RSD 为 0.12%。利用电感耦合等离子体发射光谱

法,对氯化钾产品中 10%以内的杂质进行分析,绝对误差都在 3%以内。该方法快速简便,精密度和准确度都非常好,很适合对工矿氯化钾产品快速分析。

参考文献:

[1] 调连江,乐志强.无机盐工业手册(上册)[M].第 2版.北京:化学工业出版社,1995,584—590.

[2] GB6549—1996,氯化钾[S].

[3] 岩石矿物分析编写组.岩石矿物分析(第一分册)[M].第 3版.北京:地质出版社,1991,1011—1012.

Fast Detem ination of Potassium Chloride by Inductively Coupled
Plasn a-A tom ic Em ission Spectrom etry (ICP-AES)

ZHU Yun-jun WU Liping
(1. West Testing Center of Qaidam Integrated Geological Mineral Survey Institute of
Qinghai Province Golmud 816000, China)

Abstract: Impurities in potassium chloride can be determined by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry (ICP-AES) in the form of complex salt then the mount of potassium chloride can be deduced by subtracted the impurities from the total This method is fast accurate and with good precious and accuracy can be used as a good substitute for the original chemical analysis method

Key words: ICP-AES; Potassium chloride; Complex salt; Impurities