

ICP-OES 测定盐湖卤水中硼、钙、钾、锂、镁、钠和锶含量

ICP-155

摘要：利用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）轴向、径向双向观测测定了盐湖卤水中硼、钙、钾、锂、镁、钠和锶等元素含量。分析结果表明，该方法各元素检出限为 0.05~42.5 mg/L，相对标准偏差（RSD）0.81%~2.65%，加标回收率为 99.0%~108%，双向观测可实现盐湖卤水样品中高、低浓度元素的同步测定。

关键词：ICP-OES 电感耦合等离子体发射光谱法 卤水 锂 元素

盐湖卤水是含有多种金属和非金属矿产资源、矿化度很大的水。我国盐湖矿产资源丰富，盐湖卤水中通常富含石盐、芒硝、钾、锂、硼等盐类矿物，盐湖、油气田卤水中的有价元素锂、钾、硼、溴、碘、铷、铯、锶、镁等是重要的矿产资源，从卤水中提炼的元素及产品广泛应用于工业、农业等领域。

卤水资源利用的首要前提是知晓其中各种资源的含量，准确分析其中元素含量对于提取技术和工艺改进、提取效率等都有重要作用，如卤水中镁 / 锂比例会影响提锂技术的应用。传统的卤水分析技术主要以

容量法、重量法、分光光度法、原子吸收法等为主，不同类型卤水元素含量差异大，这些方法工作效率低。电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）具有测定元素范围广、线性范围宽、精密度高、多元素测定等优点，已广泛应用于环境、地质、工业等行业的元素分析。

本文参考《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》标准，使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪（ICPE-9820）分析卤水中硼、钙、钾、锂、镁、钠和锶的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器设备

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪。

1.2 仪器条件

表 1 ICP-OES 分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	14.0 L/min
辅助气流速	1.20 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	标准炬管	雾化器类型	同轴雾化器
雾化室	旋流雾化室	高频频率	27.12 MHz

■ 样品前处理

样品充分摇匀后经 0.45 μm 滤膜过滤，1% 硝酸稀释 500 倍，摇匀待测。

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线和检出限

使用 1% 硝酸稀释配制标准序列（表 2），部分曲线图见图 1~ 图 4。

表 2 标准曲线浓度

元素	浓度 (mg/L)								
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD8	STD9
B	0	-	-	-	-	-	2	5	10
Ca	0	2	5	10	20	50	-	-	-
K	0	2	5	10	50	100	-	-	-
Li	0	0.5	1	2	5	20	-	-	-
Mg	0	300	50	100	200	20	-	-	-
Na	0	5	300	100	20	200	-	-	-
Sr	0	-	-	-	-	-	2	5	10

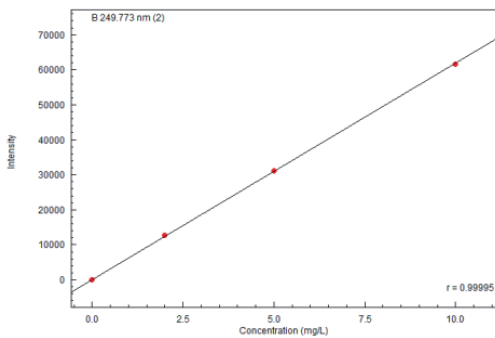


图 1 硼 (B) 标准曲线 $r=0.9999$

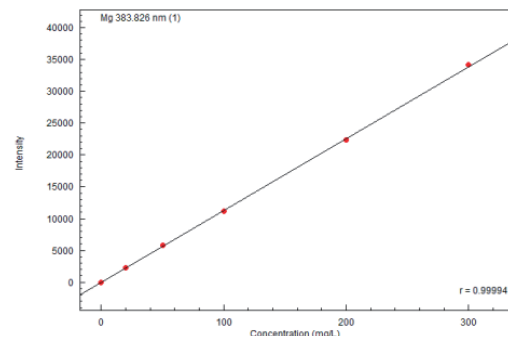


图 3 镁 (Mg) 标准曲线 $r=0.9999$

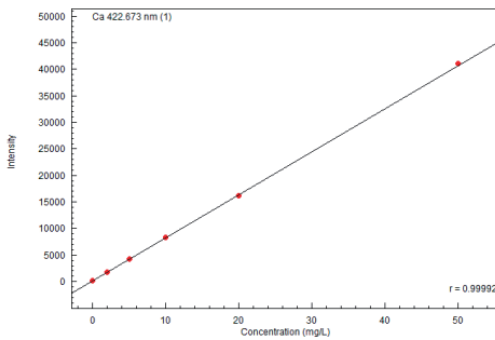


图 2 钙 (Ca) 标准曲线 $r=0.9999$

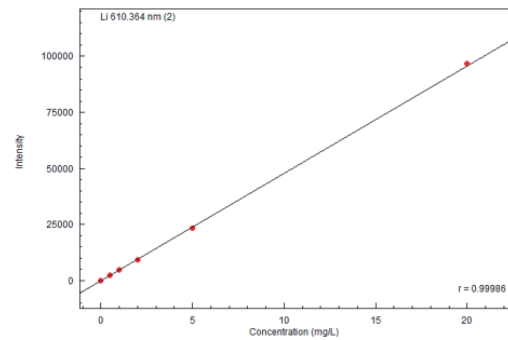


图 4 锂 (Li) 标准曲线 $r=0.9999$

以空白溶液连续测定 7 次，计算检出限 (IDL)，按照稀释 500 倍后测定计算得到该方法的检出限 (MDL)，各元素检出限为 0.05~42.5 mg/L，详细结果见表 3。

表 3 方法检出限

元素	波长 (nm)	观测方向	IDL (mg/L)	MDL (mg/L)
B	249.773	轴向	0.0008	0.40
Ca	422.673	径向	0.023	11.5
K	766.490	径向	0.051	25.5
Li	670.784	径向 / 轴向	0.003/0.0001	1.5/0.05
Mg	383.826	径向	0.085	42.5
Na	589.592	径向	0.025	12.5
Sr	421.552	径向	0.0001	0.05

备注：双向观测时可根据不同类型样品实际浓度选择径向或轴向观测结果等。

3.2 样品结果

取钾石盐、卤水、经提取处理后的卤水等样品稀释后进样测定，测定结果见表 4，加标回收结果表 5，相对标准偏差（RSD）0.81%~2.65%，各元素重复性良好，加标回收率为 99.0~108%。

表 4 样品测试结果

样品	结果	浓度 (mg/L)						
		B	Ca	K	Li	Mg	Na	Sr
卤水 1	测定值	0.0604	10.7	4.23	0.0065	10.7	184	0.168
	样品结果	30.2	5350	2115	3.25	5550	9.20*	84.0
卤水 2	测定值	N.D.	3.24	107	0.0033	10.3	156	0.0621
	样品结果	-	1620	5.35*	1.65	5400	7.80*	31.0
卤水 3	测定值	3.10	N.D.	2.92	2.46	190	5.75	N.D.
	样品结果	1550	-	1460	1230	9.45*	2875	-
卤水 4	测定值	2.16	N.D.	2.92	1.73	173	5.72	N.D.
	样品结果	1080	-	1460	865	8.55*	2860	-
卤水 5	测定值	0.0276	N.D.	N.D.	0.0182	2.11	0.242	N.D.
	样品结果	13.8	-	-	9.10	945	121	-
卤水 6	测定值	3.17	N.D.	1.84	2.51	191	4.2	N.D.
	样品结果	1585	-	920	1255	9.40*	2100	-

备注：* 样品浓度单位 %；N.D.- 未检出。

表 5 样品加标回收结果

元素	卤水 1 (mg/L)	RSD (n=3)	加标量 (mg/L)	加标结果 (mg/L)	回收率 (%)
B	0.0604	0.81	2.00	2.07	100
Ca	10.7	1.65	10.0	20.6	99.0
K	4.23	2.20	5.00	9.43	104
Li	0.0065	2.65	1.00	1.09	108
Mg	11.1	2.41	20.0	32.2	105
Na	184	1.67	100	289	105
Sr	0.168	1.82	2.00	2.22	103

■ 结论

用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪测定了卤水中硼、钙、钾、锂、镁、钠和锶等元素含量。该方法抗基体能力强，精密度高，ICPE-9820 垂直炬管设计，可有效降低样品残留和防止炬管积碳积盐，可以实现轴向和径向观测，实现样品高低含量一次测定，大大提高分析效率；ICPEsolution 软件在测试结束后可后添加元素及波长，自动推荐最佳波长功能，缩短数据处理时间，提高测试效率和分析结果的准确性。

岛津应用云

