

老挝钾盐矿床钾元素测定

刘俊, 毕贵华

(云南省地质矿产勘查开发局中心实验室 云南昆明 650218)

摘要: 比较两种测试方法后, 认为老挝钾盐矿区中可同时采用原子吸收法和容量法, 取得理想结果

关键词: 钾元素; 原子吸收方法; 万象钾盐矿; 老挝

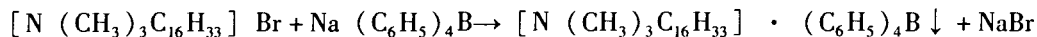
中图分类号: O657.31, O655.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-1885(2007)01-089-04

老挝钾盐项目中, 钾元素的测定比较关键, 是衡量一个矿区钾盐品位以决定开发利用方案的重要手段。钾的测定方法有多种, 各有其特色。原子吸收法与容量法是其中比较经典的两种方法。容量法在野外现场测定较方便; 原子吸收法则有高效、快捷、准确等特点, 但成本偏高, 在野外测定不便。

1 容量法——四苯硼酸钠-季胺盐法

1.1 方法依据

碱性溶液中, 四苯硼酸钠与 K^+ 可生成稳定沉淀, 过剩的四苯硼酸以达旦黄为指示剂, 用季胺盐回滴, 生成难溶的胶状沉淀, 过剩的季胺盐能与达旦黄生成粉红色盐, 灵敏、清晰地指示终点, 从而间接求出钾含量。反应式如下:



1.2 试剂

2%的四苯硼酸钠: 称5g四苯硼酸钠, 用200ml H_2O 溶解, NaOH溶液调至pH为9。加水至250ml容量瓶中冲至该刻度, 摇匀, 放置过夜。用慢速滤纸过滤, 收集滤液于干净的棕色瓶中。

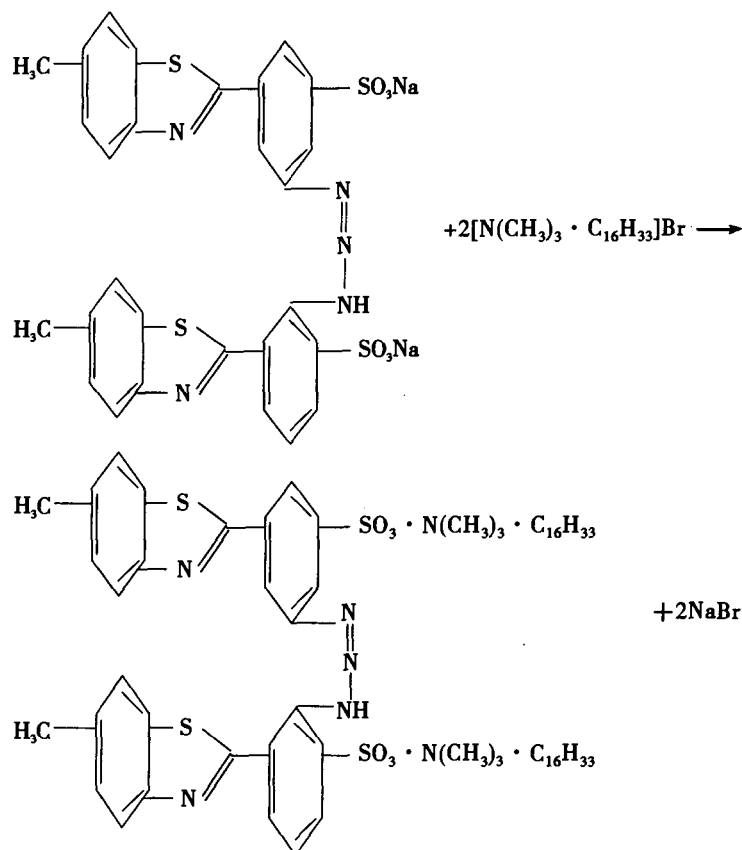
1%的达旦黄: 称0.2g达旦黄, 加入20ml水溶解即可。

0.1%的季胺盐: 称0.1g季胺盐, 先加无水乙醇润湿为浆状, 然后加热水可使其溶解且使泡沫减少, 乙醇用量为总溶液的5%~15%。(注: 当温度低于15℃时, 季胺盐会析出絮状沉淀, 放入温水中溶解后使用。)

1mg/ml的KCl: 称基准的KCl 0.5g于500ml水中, 用水溶解后冲至刻度。

收稿日期: 2006-06-12

作者简介: 刘俊(1974~), 女, 陕西三原人, 工程师, 从事矿物资源测试研究。



1.3 分析

称 1g 样品，加入热水 30ml 左右，煮沸 1 小时。取下冷却，冲入 100ml 容量瓶中；吸 5ml 溶液于 100ml 容量瓶中，加入 10% 的 EDTA、40% 的 NaOH 2ml、甲醛 1ml，在不断摇动下逐滴加入 2% 的四苯硼酸钠 10ml，冲至刻度，摇匀，放置 20 分钟。过滤，取 20ml 滤液于三角瓶中，加入 1% 的达旦黄指示剂 4 滴，用 0.1% 的季胺盐滴至粉红色沉淀析出为终点，同时做空白 2 份。

1.4 标定

吸 1mg/ml 的 KCl 10ml 于 100ml 容量瓶中，加 EDTA 2ml，以下操作同分析手续，同时做空白 2 份。

2 原子吸收法

2.1 方法依据

钾盐易溶于水，在含有铯盐 2% ~ 3% 的盐酸介质中，直接进行钾的原子吸收测定。

2.2 仪器与试剂

日立 Z-8000 型原子吸收分光光度计。

钾的空心阴极灯。

铯盐溶液：每毫升相当于 100 毫克的铯，称取氯化铯 ($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 152 克溶于约 2% 的盐酸溶液中，用水稀释至 500 毫升，摇匀。

钾标准溶液：称取已在 110℃ 烘干并冷却至室温的氯化钾（GR）0.3166g 溶于 200ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，此溶液每毫升含氯化钾 1 毫克。

表 1 仪器工作条件

Tab. 1 Working Conditions of Instrument

测定项目	波长	灯电流	狭缝宽度	空气流量	乙炔流量	燃烧器高度	标准曲线范围
K	776.5nm	10mA	1.3nm	1.6kg/cm ²	0.1kg/cm ²	7.5mm	0.5~6mg/ml

2.3 标准曲线绘制

取每毫升含氯化钾标准溶液 0.5、1、2、3、4、5、6 毫升于 100 毫升容量瓶中，加入铯盐溶液 4ml，用水稀释至刻度，摇匀，按仪器工作条件进行测量。

2.4 分析步骤

称 0.1g 样品，加入热水 30ml，煮沸 1 小时，取下，冷却，冲入于 100ml 容量瓶中。从中吸 5ml 溶液于容量瓶中，加 1+1 盐酸 1ml、铯盐溶液 4 毫升，用水稀释至刻度，摇匀，待溶液澄清后按仪器工作条件，与标准同时进行测量。

3 原子吸收法与容量法测定结果与讨论

3.1 用上述两种方法对老挝钾盐样品中钾元素测定结果进行比较

表 2 191566 号样品测定结果

Tab. 2 Testing Result of Sample No 191566

测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	标准偏差 S
容量法测定	10	10.1	9.3	10.2	9.9	9.8	10.5	9.8	10.3	9.9	0.33
原子吸收法测定	10.3	9.8	9.6	10.2	10.1	10.4	10	9.7	10.2	9.7	0.28

表 3 191570 号样品测定结果

Tab. 3 Testing Result of Sample No 191570

测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	标准偏差 S
容量法测定	6.3	6.35	6.54	6.19	6.2	6.1	6.4	6.28	6.1	6	0.16
原子吸收法测定	6.27	6.4	6.51	6.14	6.1	6.13	6.35	6.23	6.15	6.18	0.14

表 4 191600 号样品测定结果

Tab. 4 Testing Result of Sample No 191600

测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	标准偏差 S
容量法测定	0.63	0.62	0.61	0.62	0.65	0.67	0.62	0.6	0.63	0.58	0.025
原子吸收法测定	0.64	0.64	0.6	0.64	0.59	0.6	0.64	0.64	0.61	0.63	0.021

三组样品的标准偏差比较,说明原子吸收法测定钾元素比容量法测定钾元素方法精密度高。

3.2 讨 论

通过对以上样品用两种方法测定结果表明,原子吸收法和容量法都适用于老挝钾盐项目中钾元素的测定。测定过程中原子吸收法比容量法优点多;原子吸收法需要排除元素的干扰少,且节省试剂、时间、人力,同时还可以通过此法进行钠、镁等元素的连测;而容量法的优点即是能给野外分析带来方便。

参 考 文 献

- [1] 宴华中. 四苯硼酸钠滴定法快速测钾 [J]. 理化检验: 2001. 1. 1, VOL 37: 39;
- [2] 王苏健、于凌志. 溴化十六烷吡啶改善二甲酚橙指示剂性能的研究 [J]. 福建分析测试. 1997, 6 (2): 663;
- [3] 武汉大学编. 分析化学 [M]. 北京: 高等教育出版社. 1982. 310 ~ 311;

THE TESTING OF K ELEMENT OF KALI SALT DEPOSIT IN LAOS

LIU Jun BI Gui-hua

Abstract: According to the comparison of 2 testing methods of K element, the testing method of K element in Laos Kali Salt Orefield is used. And the ideal result has been obtained.

Key Words: K Element; Atomic Absorption Method; Vientiane Kali Salt Deposit; Laos