

doi : 10.3969/j.issn.1008-6145.2018.04.019

## 火焰原子吸收光谱法测定长石中的钾和钠

刘桂珍<sup>1,2</sup>,丁来中<sup>3</sup>,杨莹雪<sup>1,2</sup>,张燕婕<sup>1</sup>,班俊生<sup>1</sup>

(1. 河南省有色金属地质矿产局第二地质大队,河南平顶山 467021; 2. 河南金铂来矿业有限公司,郑州 450052;  
3. 河南理工大学测绘与国土信息工程学院,河南焦作 454000)

**摘要** 建立火焰原子吸收光谱法测定长石中钾和钠的含量。样品采用硝酸-氢氟酸进行消解,用10 mL 5%的硝酸加热浸取后加水称量试液的质量,用火焰原子吸收分光光度计进行测定。氧化钾和氧化钠的质量浓度在0.00~40.28  $\mu\text{g/g}$ 范围内与吸光度呈良好的线性关系,相关系数为0.9993~0.9994,方法检出限为0.0028~0.0079  $\mu\text{g/g}$ 。测定结果的相对标准偏差为0.78%~3.91%( $n=6$ ),测定值与标准值的相对误差为-1.70%~1.52%。该方法操作简单、快速,结果准确、可靠,满足地质样品的检测要求,适用于长石中钾和钠的测定。

**关键词** 原子吸收分光光度法;长石;钾;钠

中图分类号: O657.7 文献标识码: A 文章编号: 1008-6145(2018)04-0077-04

### Determination of potassium and sodium in feldspar by flame atomic absorption spectrometry

LIU Guizhen<sup>1,2</sup>, DING Laizong<sup>3</sup>, YANG Yingxue<sup>1,2</sup>, ZHANG Yanjie<sup>1</sup>, BAN Junsheng<sup>1</sup>

(1. Henan Province Non-Ferrous Metals Geological Mineral Resources Bureau, Pingdingshan 467021, China;  
2. Henan Jinplatin Mining Co., Ltd, Zhengzhou 450052, China;  
3. School of Surveying and Land Information Engineering, Polytechnic University, Jiaozuo 454000, China)

**Abstract** A method for the determination of K and Na in feldspar by flame atomic absorption spectrometry was established. The samples were digested by nitric acid with hydrofluoric acid. After heating with 10 mL 5% nitric acid, water was added and the test solution was weighted, and then determination by flame atomic absorption spectrophotometer. The mass concentration of  $\text{K}_2\text{O}$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$  had good linear relationships with the absorbance in the range of 0.00~40.28  $\mu\text{g/g}$  with the correlation coefficient of 0.9993~0.9994, and the detection limits were 0.0028~0.0079  $\mu\text{g/g}$ . The relative standard deviation of the results was 0.78%~3.91%( $n=6$ ). The relative error between the measured value and the standard value was -1.70%~1.52%. The method is simple, fast, accurate and reliable. It is suitable for the determination of K, Na and other metallic elements in feldspar.

**Keywords** flame atomic absorption spectrometry; feldspar; potassium; sodium

长石主要分为钾长石和钠长石等,在冶金焦化耐火等方面有广泛的应用<sup>[1]</sup>,主要用于钰制造陶瓷、搪瓷、玻璃原料、磨粒磨具等,此外还可以制造钾肥。长石中钾和钠的含量直接影响产品的质量,因此对长石中钾和钠的测定要求越来越高<sup>[2]</sup>。

目前同时测定地质样品中钾和钠的方法主要为火焰原子吸收光谱法,其样品处理方法主要有硝酸/盐酸-氢氟酸-高氯酸于聚四氟乙烯烧杯消解处理<sup>[3-8]</sup>和氢氟酸-硫酸于铂坩埚进行消解处理<sup>[9-15]</sup>等。这些方法步骤繁杂、时间冗长,工作效率低。笔者建立了火焰原子吸收光谱法测定长石中钾和钠含

量的新方法,该方法尚未有文献公开报道。样品采用硝酸-氢氟酸进行消解,用10 mL 5%的硝酸加热浸取后加水称量试液的质量,用火焰原子吸收光谱法进行测定。该方法减少了传统实验方法中加入高氯酸至白烟冒尽驱赶氢氟酸以及定容于容量瓶的繁琐步骤,操作简单、快速,结果准确、可靠,满足地质样品的检测要求。

### 1 实验部分

#### 1.1 主要仪器与试剂

原子吸收分光光度计:TAS-990型,北京普析通用仪器责任有限公司;

**通讯作者** 刘桂珍,本科,从事岩矿分析工作, E-mail: 410063522@qq.com; 收稿日期 2018-05-27

**引用格式** 刘桂珍,丁来中,杨莹雪,等. 火焰原子吸收光谱法测定长石中的钾和钠[J]. 化学分析计量,2018,27(4): 77-80.

LIU G Z, DING L Z, YANG Y X, et al. Determination of potassium and sodium in feldspar by flame atomic absorption spectrometry [J]. Chemical analysis and meterage, 2018, 27(4): 77-80.

电子天平:(1) HZF-A500型,感量为0.01 g,福州华志科学仪器有限公司,(2) FA1104型,感量为0.000 1 g,上海恒平科学仪器有限公司;

钾、钠空心阴极灯:KY-1型,威格拉斯仪器(北京)有限公司;

硝酸:分析纯,洛阳市化学试剂厂;

氢氟酸:优级纯,洛阳市化学试剂厂;

氯化钾:含量为99.95%~100.05%,天津市科密欧化学试剂开发中心;

氯化钠:含量为99.95%~100.05%,天津市光复科技发展有限公司;

长石样品:国家建筑材料测试中心;

实验用水为高纯水。

## 1.2 溶液的配制

氧化钾标准储备溶液:准确称取1.5829 g于500~600℃灼烧2 h的高纯氯化钾,置于250 mL烧杯中,用水溶解,再移入1000 mL容量瓶中,用水稀释并定容至标线,摇匀,配制成标准储备溶液,折算成氧化钾质量浓度为1.0 mg/mL。

氧化钠标准储备溶液:准确称取1.8859 g于500~600℃灼烧2 h的高纯氯化钠,置于250 mL烧杯中,用水溶解,再移入1000 mL容量瓶中,用水稀释并定容至标线,摇匀,配制成标准储备溶液,折算成氧化钠质量浓度为1.0 mg/mL。

## 1.3 仪器工作条件

空气压力:8000 mL/min;燃烧器高度:4.0 mm;光谱通带:0.4 mm;灯电流:2.0 mA;火焰:空气-乙炔;乙炔流量:1200 mL/min;波长:钾为766.5 nm,钠为589.0 nm;光源:钾为钾空心阴极灯,钠为钠空心阴极灯。

## 1.4 样品处理

分别将聚四氟乙烯烧杯进行编号和称重,用电子天平(2)准确称取0.1~0.2 g长石样品于100 mL聚四氟乙烯烧杯中(同时操作空白溶液),用少量水润湿,加入5 mL硝酸和10 mL氢氟酸,置于电热板上低温加热分解至尽干,取下冷却,用水吹洗烧杯内壁,加入5 mL硝酸和5 mL水,加热浸取,再加入90 mL水,用塑料棒混匀,按顺序采用电子天平(1)进行称重。

## 1.5 标准工作曲线的绘制

将聚四氟乙烯烧杯进行编号和称重,分别移取0.00,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00 mL氧化钾、氧化钠标准储备溶液于同1组100 mL聚四氟乙烯烧杯中,

按照1.4方法进行处理并称重。经过计算得到氧化钾、氧化钠的质量浓度均分别为0.00,5.50,9.22,18.00,28.16,40.28  $\mu\text{g/g}$ 的系列混合标准工作溶液。在1.3仪器工作条件下进行测定,以氧化钾和氧化钠的质量浓度( $X$ )为横坐标,吸光度( $Y$ )为纵坐标,绘制标准工作曲线。

## 1.6 计算方法

样品中氧化钾和氧化钠的含量按照公式(1)进行计算:

$$\omega_s = \frac{\omega_c \cdot m_c / m_s}{10000} \quad (1)$$

式中: $\omega_s$ ——样品中氧化钾或氧化钠的质量分数,%;

$\omega_c$ ——试样溶液中氧化钾或氧化钠的质量浓度, $\mu\text{g/g}$ ;

$m_c$ ——试样溶液的质量,g;

$m_s$ ——试验样品的质量,g。

当样品含量超出标准工作曲线时,加入合适的试样溶液于聚四氟乙烯烧杯中,称取质量,加入4 mL硝酸,用水定容至100 mL,再次称取试样溶液质量,计算稀释倍数。

## 2 结果与讨论

### 2.1 氢氟酸对雾化器的影响

分别吸取30 mL氧化钾标准溶液2份,编号分别为1<sup>#</sup>和2<sup>#</sup>样品,置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中,加入5 mL硝酸、10 mL氢氟酸,在电热板上低温加热分解至尽干。取下1<sup>#</sup>样品,冷却,用水吹洗烧杯内壁,加入5 mL硝酸和5 mL水,加热浸取,再加入45 mL硝酸进行稀释,用硝酸定容于1000 mL容量瓶中,混匀,转移至无污染的塑料杯中;2<sup>#</sup>样品加入3 mL高氯酸继续加热升温至白烟冒尽,取下稍冷,剩余步骤与1<sup>#</sup>样品操作相同。

在1.3仪器工作条件下,分别对1<sup>#</sup>和2<sup>#</sup>样品每隔5 min进行1次吸光度测定,连续采样1 h。采用相同方法吸取氧化钠标准溶液(编号分别为3<sup>#</sup>和4<sup>#</sup>)进行处理与测定。氧化钾和氧化钠吸光度的测定结果见表1。由表1可知,氢氟酸是否赶尽对吸光度的影响不大,表明氢氟酸是否赶尽对雾化器的影响并不大,同时说明所使用的TAS-990雾化器适用于本实验的操作,可避免使用高昂的耐氢氟酸雾化器。

### 2.2 氢氟酸对仪器测定的影响

称量聚四氟乙烯烧杯的质量,分别移取2 mL氧



表1 吸光度测定结果

时间/ min	氧化钾吸光度		氧化钠吸光度	
	1 <sup>#</sup>	2 <sup>#</sup>	3 <sup>#</sup>	4 <sup>#</sup>
5	0.513	0.509	0.488	0.484
10	0.515	0.511	0.489	0.485
15	0.516	0.512	0.491	0.485
20	0.518	0.513	0.492	0.486
25	0.519	0.515	0.493	0.487
30	0.520	0.516	0.494	0.489
35	0.521	0.518	0.496	0.490
40	0.523	0.519	0.496	0.491
45	0.524	0.520	0.497	0.492
50	0.523	0.521	0.498	0.493
55	0.525	0.523	0.499	0.495
60	0.526	0.524	0.500	0.496

化钾、氧化钠的标准储备溶液于8只聚四氟乙烯烧杯中,加入5 mL硝酸、10 mL氢氟酸,置于电热板上,低温加热分解至尽干,取下4只聚四氟乙烯烧杯(编号分别为5<sup>#</sup>,6<sup>#</sup>,7<sup>#</sup>,8<sup>#</sup>),冷却,用水吹洗烧杯内壁,加入5 mL硝酸和5 mL水,加热浸取,再加入90 mL水,用塑料棒混匀后,按顺序称重。在电热板上剩余4只聚四氟乙烯烧杯(编号分别为9<sup>#</sup>,10<sup>#</sup>,11<sup>#</sup>,12<sup>#</sup>)中加入3 mL高氯酸,升温至白烟冒尽,取下稍冷,剩余步骤与无高氯酸加入的处理方法相同。测定结果见表2。由表2可知,氢氟酸是否赶尽对仪器测定结果无显著差异,为了节省时间,减少试剂能源的消耗,提高工作效率,本实验省去加入高氯酸的步骤。

表2 不同高氯酸用量时的测定结果 mg

高氯酸 用量/mL	样品 编号	氧化钾		氧化钠	
		测定值	平均值	测定值	平均值
0	5 <sup>#</sup>	2.02		2.03	
	6 <sup>#</sup>	1.99	2.00	2.02	2.01
	7 <sup>#</sup>	1.99		2.00	
	8 <sup>#</sup>	2.02		2.01	
9 <sup>#</sup>	2.00	1.99			
3	10 <sup>#</sup>	2.02	2.00	2.01	2.00
	11 <sup>#</sup>	2.01		2.02	
	12 <sup>#</sup>	1.98		1.99	

### 2.3 消解用酸的选择

分别吸入2 mL氧化钾、氧化钠标准储备溶液于12只100 mL容量瓶中,平均分为2组样品。其中1组样品中分别加入1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00 mL硝酸,另1组分别加入1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00 mL盐酸,定容后在1.3仪器工作条件下进行测定,测定结果见表3。由表3可知,不同浓度的硝酸对测定结果无显著影响,稳定性较好;不同浓度的盐酸对测定结果影响较大<sup>[16]</sup>,吸光度随盐酸浓度的增大而不断降低,因此实验中应用硝酸溶解

盐类浸取比较合适。

表3 不同浓度的盐酸与硝酸时的测定结果

硝酸/ mL	吸光度		盐酸/ mL	吸光度	
	氧化钾	氧化钠		氧化钾	氧化钠
1.00	0.659	0.697	1.00	0.577	0.664
2.00	0.654	0.701	2.00	0.522	0.638
3.00	0.648	0.699	3.00	0.471	0.606
4.00	0.643	0.692	4.00	0.431	0.561
5.00	0.640	0.694	5.00	0.397	0.522
6.00	0.640	0.696	6.00	0.373	0.515

### 2.4 聚四氟乙烯烧杯多次使用的影响

由于每次称量聚四氟乙烯烧杯重量,过于繁琐,选取6只空聚四氟乙烯烧杯(保持空杯干净)进行编号后测定,考察各烧杯被多次使用后的重量变化,结果见表4。由表4可知,聚四氟乙烯烧杯使用多次后,质量变化并不大,对测定结果无显著影响,因此可以对聚四氟乙烯烧杯进行编号称重,减少每次使用均要称重的步骤,缩短工作时间,提高工作效率。长时间使用可以不定期抽查称重,检查杯子质量变化以及更新杯子变化数据。

表4 聚四氟乙烯烧杯多次使用后质量结果

编号	首次空杯 重量/g	使用10次后 空杯重量/g	差值
1 <sup>#</sup>	46.08	46.06	-0.02
2 <sup>#</sup>	45.78	45.78	0.00
3 <sup>#</sup>	45.06	45.07	0.01
4 <sup>#</sup>	45.72	45.71	-0.01
5 <sup>#</sup>	45.51	45.52	0.01
6 <sup>#</sup>	45.66	45.68	0.02

### 2.5 试液放置时间的影响

由于该方法的测定结果与待测试液的质量浓度息息相关,而试液放置时间对质量浓度有一定的影响,对6杯待测试液进行比较,结果见表5。由表5可知,长时间放置时试液质量有所变化,从而影响待测样品的质量浓度,测定结果有一定的偏差。因此测定前需称量待测样品的质量。

表5 不同放置时间下试液的质量

编号	试液 质量/g	放置0.5 h		放置12 h	
		质量/ g	相对误差/ %	质量/ g	相对误差/ %
1 <sup>#</sup>	94.61	94.56	0.05	93.03	1.67
2 <sup>#</sup>	91.66	91.60	0.07	90.30	1.48
3 <sup>#</sup>	85.04	85.01	0.04	83.82	1.43
4 <sup>#</sup>	92.47	92.43	0.04	91.09	1.49
5 <sup>#</sup>	94.44	94.41	0.03	93.05	1.47
6 <sup>#</sup>	95.53	95.49	0.04	94.11	1.49

### 2.6 共存元素的影响

长石中硅含量一般较高,在处理样品时硅已用氢氟酸除去<sup>[17]</sup>,因此测定时主要考虑铁、铝、钙、镁对待测元素的影响,经试验验证,当铝含量不高于

30%,铁含量不高于3.5%,钙、镁、钛含量不高于1%时对待测元素的测定结果无影响。

### 2.7 线性方程及检出限

按照1.5方法绘制标准工作曲线。取不含待测样品的基体空白样品12份,在1.3仪器工作条件下平行测定,按公式 $CL=(X_L - \bar{X}_0)/r=KS_0^{[18]}$ 计算方法检出限。各氧化物的线性范围、线性方程、相关系数及检出限见表6。由表6可知,氧化钾和氧化钠的质量浓度在0.00~40.28  $\mu\text{g/g}$ 范围内与吸光度呈良好的线性关系,相关系数为0.9993~0.9994,方

法检出限为0.0028~0.0079  $\mu\text{g/g}$ ,表明该方法的灵敏度较高。

表6 线性范围、线性方程、相关系数及检出限

氧化物	线性范围/ ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )	线性方程	相关系数	检出限/ ( $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ )
氧化钾	0.00~40.28	$Y=0.019X+0.001$	0.9993	0.0028
氧化钠	0.00~40.28	$Y=0.017X+0.003$	0.9994	0.0079

### 2.8 准确度试验和精密度试验

选取具有代表性的标准物质样品,按1.4方法进行处理,在1.3仪器工作条件下分别平行测定6次,测定结果见表7。

表7 准确度试验和精密度试验结果

标准物质 编号	氧化钠					氧化钾					%
	标准值	测定值	平均值	RSD	相对误差	标准值	测定值	平均值	RSD	相对误差	
GBW 03115	1.54	1.48, 1.52, 1.55, 1.63, 1.58, 1.62	1.56	3.72	1.52	1.74	1.81, 1.75, 1.67, 1.85, 1.72, 1.70	1.75	3.91	0.57	
GBW 03116	9.60	9.45, 9.59, 9.69, 9.76, 9.52, 9.63	9.61	1.17	0.07	3.69	3.52, 3.50, 3.68, 3.81, 3.76, 3.62	3.65	3.44	-1.13	
GBW 07113	5.43	5.28, 5.36, 5.49, 5.55, 5.60, 5.32	5.43	2.42	0.06	2.57	2.64, 2.69, 2.48, 2.56, 2.45, 2.55	2.56	3.57	-0.32	
GBW 03134	0.098	0.099, 0.095, 0.097, 0.094, 0.098, 0.095	0.10	2.04	-1.70	11.26	11.2, 11.35, 11.25, 11.15, 11.13, 11.31	11.23	0.78	-0.25	

由表7可知,氧化钾和氧化钠测定结果的相对标准偏差为0.78%~3.91%,测定值与标准值基本一致,相对误差为-1.70%~1.52%,小于DZ/T 0130-2006《地质矿产实验室测试质量管理规范》中所规定的相对误差允许限值,说明该方法准确、可靠,精密度较高。

### 3 结语

建立了火焰原子吸收光谱同时测定长石中钾和钠含量的方法。该方法测定结果准确、可靠,满足地质样品检验检测要求,与传统实验方法相比,节省了时间和能源,减少了试剂耗材量,提高了工作效率,同时降低了样品消解时对环境污染和对人体的危害。

#### 参考文献

[1] 王伟,王赫男,马旭红.火焰原子吸收光谱法测定长石中钾钠[J].冶金分析,2007(11):72-74.  
[2] 王渭清,潘磊,李龙涛,等.钾长石资源综合利用研究现状及建议[J].中国矿业,2012(10):53-57.  
[3] 韩洁.钾长石中氧化钾和氧化钠测定探析[J].华北国土资源,2015(5):64-65.  
[4] 付冉冉,廖海平,贺存君,等.三种方法测定铁矿石中氧化钠和氧化钾的含量及比较[J].金属矿山,2007(11):76-78.  
[5] 韩晋园,马增敏,刘亚莉,等.火焰原子吸收分光光度法测定五氧化二钒中铁及氧化钾、氧化钠含量[J].化学分析计量,2014,23(4):67-69.

[6] 周宗明.煤灰中氧化钠和氧化钾的测定[J].低碳世界,2017(19):41-42.  
[7] 霍红英.微波消解-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钒钛铁精矿中钾和钠[J].冶金分析,2017,37(6):75-79.  
[8] 梁丽虹.ICP-AES法测定铁矿石中微量氧化钾、氧化钠[J].冶金丛刊,2004(2):14-15.  
[9] 岩石矿物分析编委会.岩石矿物分析[M].2版.北京:地质出版社,2011:189-190.  
[10] 张黎黎,韦克桥,史旭峰,等.原子吸收光谱法测定铁矿石中的钾和钠[J].化工管理,2017(3):78-79.  
[11] 陈立华,陆小娟,王敏蕾,等.火焰原子发射光谱法测定矿石中的钾和钠[J].有色矿冶,2012,28(5):45-47.  
[12] 周利红.原子吸收分光光度法测定钾长石中的氧化钾、氧化钠[J].山西冶金,2004,27(1):40-41.  
[13] 白晓华,杨旗凤,代丽萍,等.火焰原子吸收法测定霞石中的氧化钾和氧化钠[J].光谱实验室,2003,20(5):710-712.  
[14] 李琳俐.NaOH亚溶盐法分解钾长石过程的研究[D].上海:华东理工大学,2014.  
[15] 李琳俐,刘资文,罗孟杰,等.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钾长石矿中的多种元素[J].理化检验(化学分册),2015,51(7):917-920.  
[16] 周俊,王维清,张钊,等.影响火焰光度法测定长石钾钠含量的因素研究[J].现代仪器与医疗,2013,19(1):15-17,11.  
[17] 文双辉.火焰原子吸收法测定白云石中的氧化钾、氧化钠、氧化镁[J].安阳工学院学报,2014,13(4):40-41.  
[18] DZ/T 0130-2006 地质矿产实验室测试质量管理规范[S].