

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2019.06.008

钾盐矿床中含石膏盐样品测定的质量控制方法改进

王洋¹ 张露露² 王艳超¹ 张晶¹

(1 中化地质矿山总局地质研究院, 河北 涿州 072750;

2 山东广信工程试验检测集团有限公司, 济南 250000)

摘要 由于现行标准中没有直接针对含石膏钾盐样品分析的方法,同时没有国家一级有证标准物质进行质量监控,因此在测定含石膏钾盐样品时较为困难。为提高含石膏盐样品分析结果的准确度、精确度,采用不同的溶矿温度、称样量、以及放置时间对含石膏钾盐样品溶解方法进行实验。得出在称样量为0.5000 g、水温80℃、放置时间为24 h时,用电感耦合等离子体发射光谱法测定,通过样品中各组分百分数加和、溶液中元素阴阳离子平衡以及加标回收实验进行数据质量监控。实验结果满足《地质矿产实验室测试质量管理规范》对钾盐样品分析质量的要求。为钾盐勘查提供准确的数据支撑。

关键词 含石膏盐;溶矿温度;称样量;放置时间;质量监控

中图分类号:O65

文献标志码:A

文章编号:2095-1035(2019)06-0035-06

Improvement of Quality Control Method for Determination of Gypsum Salt Samples in Potassium Salt

WANG Yang¹, ZHANG Lulu², WANG Yanchao¹, ZHANG Jing¹

(1. Geological Research Institute, China Chemical Geology and Mine Bureau, Zhuozhou, Hebei 072750, China;

2. Shandong Guangxin Engineering Test and Inspection Group Co. Ltd., Jinan, Shandong 250000, China)

Abstract As there is no direct method for the analysis of gypsum-containing potassium salt samples, and there is no national-level certified reference material for quality monitoring, it is difficult to determine gypsum-containing potassium salt samples. In order to improve the accuracy and precision of sample analysis, different ore melting temperature, sample size and placement times were used to determine on the solution method of gypsum rock salt samples. The results show that the sample size is 0.5000 g, the water temperature is 80℃, and the placement time is 24 hours, the inductively coupled plasma emission spectrometry is used to determine the quality of the samples in the sample, data quality monitoring by adding the percentage of each component in the sample, the elemental anion and cation balance in solution, and the standard addition recovery experiment. The testing results meet the requirements for the quality analysis of potash samples in the quality management standard for geological and mineral laboratories. The accurate data support is provided for potassium salt exploration.

Keywords gypsum rock salt; ore dissolving condition; sample weight; standing time; quality control

收稿日期:2019-04-04 修回日期:2019-08-06

基金项目:中国地质调查局西部地区钾盐矿产远景调查评价项目(121201103000150011)

作者简介:王洋,男,工程师,主要从事岩石矿物分析测试及研究。E-mail:1527077069@qq.com

本文引用格式:王洋,张露露,王艳超,等. 钾盐矿床中含石膏盐样品测定的质量控制方法改进[J]. 中国无机分析化学, 2019,9(6):35-40.

WANG Yang, ZHANG Lulu, WANG Yanchao, et al. Improvement of Quality Control Method for Determination of Gypsum Salt Samples in Potassium Salt[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019,9(6):35-40.

前言

钾盐主要用作农业肥料,且广泛应用于(军事、化工、医药、冶金、电镀、印染、玻璃)等领域,我国94%的钾盐资源都用于钾肥制作。我国钾盐资源缺乏,已探明储量仅占全球总储量的6%,我国又是世界上最大的钾盐消费国,消费量占全球总消费量20%,国内资源供不应求,供需紧张,长期依赖进口。2016年11月,国土资源部将钾盐列入“战略性矿产目录”,钾盐勘查工作决定着我国的资源安全和粮食安全^[1-2]。钾盐也称钾石盐,是卤水蒸发最后阶段的产物,主要成分为氯化钾(KCl)。钾盐矿床在形成过程中常常伴有其他矿物的产生,主要有光卤石、杂卤石、钾镁矾、石盐、石膏等。

当钾盐样品中含有大量石膏时,因硫酸钙在水中溶解度较小,溶解度会受到多方面因素的影响^[3-4]。现行标准《岩石矿物分析规程》(DZG93—2008)中对含石膏钾盐样品的分析没有详尽解释,加之随着《盐湖和盐类矿产地质勘查规范》(DZ/T 0212—2002)的不断修订,对含石膏钾盐分析质量提出了更高的要求。在《地质矿产实验室测试质量管理规范》(DZ/T0130—2006)中,对盐岩样品分析数

表1 电感耦合等离子体发射光谱仪条件

Table 1 The conditions of inductively coupled plasma emission spectrometer

参数	设定条件	参数	设定条件
RF功率/W	1 150	积分时间/s	5
辅助气流量/(L·min ⁻¹)	0.5	蠕动泵转速/(r·min ⁻¹)	50
冷却气流量/(L·min ⁻¹)	12	垂直观测高度/mm	13
雾化器压力/MPa	0.25	冲洗时间/s	15
重复测量次数/次	2	进样速度/(mL·min ⁻¹)	1.2

1.2 溶液和主要试剂

标准物质氯化钠、氯化钾、氯化镁、碳酸钙、硫酸钠(北京化工厂,优级纯,500 g),盐酸、硝酸(天津市科密欧,优级纯,3 000 mL);实验用水为去离子水(电阻率 $\geq 18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$)。

1.3 实验方法

称取0.5 g(精确至0.000 1 g)试样,置于250 mL烧杯中,加入150 mL热水,在温度80 °C的电热板上进行溶矿,时间2 h,期间补加热水保持溶液体积大于150 mL,并不断搅拌,放置24 h。用105 °C恒重后的慢速定量滤纸过滤,用热水洗涤沉淀6~8次,滤液用250 mL容量瓶承接,冷却至室温,加水稀释至刻度,摇匀。分取10 mL上述溶液于100 mL容量瓶中,加入5 mL浓硝酸定容,摇匀,用电感耦合等离子体发射光谱法测定溶液中钾、钙、钠、镁、硫酸

根离子的重量法测定水不溶物,硝酸银滴定法测定氯离子。

据的质量控制有一定的描述,但只对该样品的加工过程和检测数据精密度的控制进行了说明^[5-6]。在实验室实际质量监控过程中仅使用该规范进行控制,远不能保证检测数据的准确性。由于没有国家一级有证标准物质进行质量监控,实验室测试样品内插密码样测试结果重复性不理想,不同人员分析结果对比重现性较差,不同实验室测试数据有较大差异。因此本文采用不同溶矿条件进行实验,观察溶矿温度、称样量、放置时间对含石膏钾盐样品溶解的影响,通过电感耦合等离子体发射光谱法测定溶液中钾、钠、钙、镁、硫酸根等离子,以样品中各组分百分数加和、溶液中元素阴阳离子平衡以及加标回收实验进行数据质量监控,讨论如何提高含石膏钾盐样品测定结果的重现性和准确性,以及在测定过程中如何进行质量监控的问题。以此提高盐类矿产样品测试数据的准确性,为钾盐准确找矿和成矿预测提供重要的技术支持。

1 实验部分

1.1 仪器及工作参数

ICAP 6300型电感耦合等离子体发射光谱仪(美国热电公司),仪器条件见表1。

1.4 样品来源

《×××及×××地区白垩-古近纪钾盐远景调查评价》项目中的钾盐样品。

1.5 钾盐样品的加工与保存

在钾盐样品中,常常还伴生其他盐类矿物,如芒硝、钙芒硝、光卤石、杂卤石矿物,样品极易吸水 and 失水。地质野外采样,送达实验室路途较远,送样时间较长,为避免样品中水分的损失,样品应装袋,密封。样品送达实验室后,需在烘箱中55 °C下烘2 h,为防止水分变化,在粗碎、缩分、细碎过程中应将工作在短时间内连续进行。试样制好后应尽快装袋。由于有石膏的存在,会影响样品的溶解度,因此在含有较多石膏的样品,试样粒度应加工至150 μm 。

2 结果与讨论

2.1 溶矿温度对样品溶解的影响

石膏在水中的溶解度较小,随温度的增加先升高后降低,45℃时,溶解度最大,为0.267 g/100g水^[7]。在石膏盐样品中,常常含有氯化镁、氯化钾、氯化钠等易溶盐,由于盐效应存在,石膏的溶解度大于在纯水中的溶解度。实验采用称样量设定为0.5 g,溶矿时间2 h,放置时间为24 h,溶矿温度设置为20、40、60、80、100℃,其他条件按实验步骤进行,观察溶矿温度对含石膏盐样品溶解的影响。结果见表2。

表2 溶矿温度对样品溶解的影响

Table 2 Influence of dissolution temperature on sample dissolution

样品	温度/℃	测定值 $\omega/\%$						
		水不溶物	Cl ⁻	K ⁺	Na ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	SO ₄ ²⁻
Y1	20	70.03	11.8	0.28	8.66	1.96	0.02	5.71
	40	69.15	11.85	0.35	8.79	2.35	0.023	6.68
	60	66.05	11.91	0.36	8.82	3.01	0.021	8.94
	80	64.02	11.95	0.39	8.88	3.43	0.025	9.92
	100	64.54	11.94	0.39	8.90	3.20	0.022	9.43
Y2	20	78.42	1.95	0.27	1.71	4.22	0.028	11.21
	40	75.54	1.99	0.29	1.85	5.32	0.029	13.57
	60	71.61	2.06	0.31	1.84	6.42	0.031	15.59
	80	69.49	2.17	0.30	1.86	7.10	0.033	17.50
	100	70.12	2.16	0.31	1.87	6.80	0.032	17.32
Y3	20	59.24	6.19	0.039	4.15	5.89	0.057	15.06
	40	56.12	6.45	0.041	4.20	6.71	0.06	17.31
	60	50.64	6.50	0.04	4.30	8.51	0.061	21.42
	80	46.92	6.48	0.041	4.32	9.96	0.062	23.29
	100	47.25	6.47	0.042	4.31	9.56	0.064	22.35

表3 称样量对样品溶解的影响

Table 3 The effect of the sample size on the sample dissolution

样品	称样量/g	测定值 $\omega/\%$						
		水不溶物	Cl ⁻	K ⁺	Na ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	SO ₄ ²⁻
Y1	0.2	64.37	11.58	0.33	8.82	3.5	0.019	9.91
	0.5	64.02	11.95	0.39	8.88	3.43	0.025	9.92
	1.0	67.30	11.12	0.30	8.41	2.98	0.021	8.61
	1.5	68.86	10.96	0.25	8.38	2.54	0.019	7.11
	2.0	71.72	10.00	0.20	8.21	2.15	0.015	6.41
Y2	0.2	69.45	2.03	0.29	1.85	7.11	0.032	17.65
	0.5	69.49	2.17	0.30	1.86	7.10	0.033	17.50
	1.0	70.54	2.01	0.32	1.81	6.84	0.031	16.50
	1.5	73.33	1.98	0.20	1.52	6.13	0.028	15.40
	2.0	75.19	1.89	0.19	1.31	5.64	0.019	14.32
Y3	0.2	46.72	6.15	0.049	4.26	10.04	0.045	23.19
	0.5	46.92	6.48	0.041	4.32	9.96	0.062	23.29
	1.0	49.31	6.20	0.04	4.01	9.51	0.058	21.91
	1.5	52.24	5.96	0.023	3.86	8.12	0.046	20.26
	2.0	54.76	5.25	0.015	3.50	7.61	0.039	19.23

由表3发现随着称样量的增加,水不溶物明显

增多,溶液中离子的含量降低,样品的溶解度降低。

当称样量为 0.2 g 和 0.5 g 时样品的溶解度最好,但样品中钾离子、镁离子含量较低,不易测定,故应加大称样量。综合考虑样品的最佳称样量为 0.5 g。

2.3 放置时间对样品溶解的影响

准确称取 0.500 0 g 样品,溶矿温度 80 °C,溶矿

时间 2 h,放置时间分别设置为 3、6、12、24、48 h 其他条件按操作步骤进行实验。观察放置时间对含石膏盐样品溶解的影响(表 4)。

表 4 放置时间对样品溶解的影响

Table 4 The effect of placement time on the sample dissolution

样品	时间/h	测定值 $\omega/\%$						
		水不溶物	Cl ⁻	K ⁺	Na ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	SO ₄ ²⁻
Y1	3	69.01	11.91	0.39	8.88	2.36	0.023	6.71
	6	66.89	11.92	0.38	8.87	2.66	0.023	7.58
	12	65.05	11.90	0.37	8.86	3.15	0.021	8.94
	24	64.02	11.95	0.39	8.88	3.43	0.025	9.92
	48	64.00	11.93	0.38	8.87	3.60	0.022	10.01
Y2	3	77.32	2.17	0.29	1.51	4.98	0.028	12.45
	6	74.04	2.16	0.29	1.81	5.84	0.029	14.57
	12	71.01	2.15	0.28	1.80	6.65	0.031	16.54
	24	69.49	2.17	0.30	1.86	7.10	0.033	17.50
	48	69.51	2.16	0.31	1.87	7.00	0.032	17.40
Y3	3	55.01	6.48	0.039	4.32	7.15	0.057	17.04
	6	52.01	6.49	0.041	4.21	8.34	0.060	19.64
	12	48.57	6.46	0.04	4.33	9.24	0.061	21.97
	24	46.92	6.48	0.041	4.32	9.96	0.062	23.29
	48	46.84	6.40	0.042	4.31	9.56	0.064	23.25

由表 4 发现随放置时间的增加,样品中水不溶物在减少,溶液中钙离子和硫酸根离子在增加,钾离子、镁离子、氯离子、钠离子没有变化。24 和 48 h 小时溶液中离子基本没有变化,说明放置时间在 24 h 时,样品已达到溶解平衡。由此可以看出样品的最佳放置时间为 24 h。

2.4 钾、钠、钙、镁、硫酸根离子测定方法的选择

溶液中钾、钠、钙、镁、硫酸根离子测定方法有很多,比如 EDTA 滴定法测定钙镁离子^[8]、硫酸钡重量法测定硫酸根离子^[9];火焰原子吸收光谱法^[10]、电感耦合等离子体发射光谱法^[11-12]、X 射线荧光光谱法^[13]。传统化学方法存在步骤繁琐,分析速度慢,效率低,试验药品用量大,污染严重,环保性差。火焰原子吸收光谱法测定溶液中钾钠钙镁离子时,由于需要添加电离抑制剂、释放剂,存在操作复杂,步骤繁琐,不能同时测定四种元素离子,用时较长,不适合大批量地质样品分析。近年来随着仪器分析

的发展,电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-AES)以具有精密度高、检出限低、检测范围广、耐高盐、分析速度快,干扰少,操作简单,能同时测定多种元素,节约环保等优点被广泛应用于地质勘查大批量钾盐样品的测定。因此,用电感耦合等离子体发射光谱法能解决大批量地质勘查项目中含石膏盐样品的测定分析。

2.5 样品中各组分的百分数加和实验

根据样品在溶解前后,质量不变的原则,岩石、矿物的全分析结果按二级检查,第二级为 99.0%~101%^[14]。由于样品易吸水,其中的各类化合物都含有结晶水,试样应在 550~570 °C 灼烧测定总水分。样品加和计算时应加上总水分。

表 5 看出各项离子百分含量加和在 99.54%~100.2%,满足钾盐勘查对钾盐样品分析的质量要求。

表 5 样品中成分的加和

Table 5 Addition of components in the sample

样品	总水分	水不溶物	Cl ⁻	K ⁺	Na ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	SO ₄ ²⁻	Br ⁻	加和
Y1	0.92	64.02	11.95	0.39	8.88	3.43	0.025	9.92	0.002 0	99.54
Y2	1.35	69.49	2.17	0.3	1.86	7.1	0.033	17.50	0.005 6	99.81
Y3	9.16	46.92	6.48	0.041	4.32	9.96	0.062	23.29	0.003 0	100.24

2.6 溶液中阴阳离子平衡实验

根据溶液的电中性原则,在理论上每升水中阴、阳离子的电荷总数应彼此相等。阴离子物质的量浓度之和(Σca mmol/L)与阳离子物质的量浓度之和

(Σcc mmol/L)相接近^[15]。因此样品用去离子水溶解后,其水溶液是平衡体系,可以通过阴阳离子平衡原理来判断样品分析质量。按实验方法,用电感耦合等离子体发射光谱法测定溶液中离子含量见表6。

表6 阴阳离子平衡

Table 6 The balance of anion and cation

样品	$\omega / (\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1})$								R/%	
	Cl ⁻	K ⁺	Na ⁺	Ca ²⁺	Mg ²⁺	SO ₄ ²⁻	Br ⁻	阴离子和		阳离子和
Y1	0.337 1	0.010 0	0.386 3	0.171 2	0.002 1	0.206 6	0.000 0	0.543 8	0.569 5	-2.31
Y2	0.061 2	0.007 7	0.080 9	0.354 3	0.002 7	0.364 5	0.000 1	0.425 8	0.445 6	-2.27
Y3	0.182 8	0.001 0	0.187 9	0.497 0	0.005 1	0.485 1	0.000 0	0.668 0	0.691 1	-1.70

通过溶液中阴阳离子平衡来进行质量监控,根据公式 $R = [(\Sigma ca - \Sigma cc) / (\Sigma ca + \Sigma cc)] \times 100\%$ 。由表6可见实验测试样品的绝对误差在-1.70%~-2.31%,阴阳离子的绝对误差能控制在 $R \leq \pm 3\%$ 以内,测试数据满足钾盐勘查对钾盐样品分析的质量要求。

2.7 加标回收实验

盐类样品的测定由于没有国家标准物质,测定结果难以进行质量监控。因此加标回收实验是检验盐类样品测定质量的重要手段。盐样分析为水溶盐,在样品称量时加入合适量的盐类基准与样品一起分析,即可计算加标回收率(表7)。

表7 加标回收实验结果

Table 7 Recovery rate of standard addition /%

项目	Y1	Y2	Y3	
K ⁺	本底值	0.39	0.30	0.041
	加标量	0.5	0.5	0.5
	测定值	0.88	0.78	0.54
	回收率	98	96	101
Na ⁺	本底值	8.88	1.86	4.32
	加标量	4.0	4.0	4.0
	测定值	12.8	5.80	8.35
	回收率	99	99	101
Ca ²⁺	本底值	3.43	7.10	9.96
	加标量	5.0	5.0	5.0
	测定值	8.4	12.11	15.12
	回收率	99	100	103
Mg ²⁺	本底值	0.025	0.033	0.062
	加标量	0.05	0.05	0.05
	测定值	0.076	0.082	0.114
	回收率	102	98	104

由表7可以看出样品的加标回收率在96%~104%,能控制在95%~105%以内,实验数据满足钾盐勘查对钾盐样品分析的质量要求。

3 结论

讨论了溶矿温度、称样量、以及放置时间对含石膏盐样品分析测定的影响,对比了滴定法、原子吸收光谱法、电感耦合等离子体发射光谱(ICP-AES)法测定溶液中离子含量的测定方法。得出在称样量为0.500 0 g,水温80℃,放置时间为24 h,用电感耦合等离子体发射光谱法测定溶液中的离子,通过溶液中阴阳离子平衡、样品各成分的加和以及加标回收实验进行数据质量监控。测试数据满足地质矿产实验室测试质量管理规范对盐类样品实验数据的要求。能够快速准确测定含石膏钾盐样品各成分的含量,提高了钾盐矿床中含石膏盐测定结果的重现性以及准确性,为钾盐勘查工作提供了更可靠的实验数据。本文章不足之处只讨论了含石膏钾盐样品水溶体系的分析方法,接下来将进一步进行酸溶体系实验的研究工作,为全面了解钾盐矿床各成分含量提供准确可靠的数据支撑。

参考文献

- [1]王石军,王兴富,王罗海,等. 浅议我国钾肥工业可持续发展与境外钾肥基地建设[J]. 化工矿物与加工, 2019, 48(1):66-69.
WANG Shijun, WANG xingfu, WANG Luohai, et al. Sustainable development of potassium fertilizer industry in China and construction of potassium fertilizer bases abroad [J]. Industrial Minerals and Processing, 2019, 48(1):66-69.
- [2]王晓磊,崔彬. 全球钾盐资源需求及供需格局分析[J]. 中国矿业, 2015, 24(增刊):1-4.
WANG Xiaolei, CUI Bin. Analysis of global potassium resource demand and supply-demand patterns [J]. China Mining Magazine, 2015, 24(S1):1-4.
- [3]林耀庭,何金权. 论盐矿化学分析项目的合理选择[J], 盐

- 湖研究,2003,11(3):18-23.
- LIN Yaoting, HE Jinquan. On reasonable selection of chemical analysis projects for salt mines[J]. Saline Lake Research, 2003,11(3):18-23.
- [4]江洁,刘红军,王秀海,等.中溶盐渍土硫酸钙溶解度影响因素研究[J].科技通报,2017,33(5):224-227.
- JIANG Jie, LIU Hongjun, WANG Xiuhai, et al. Study on influencing factors of calcium sulfate solubility in medium soluble saline soil[J]. Bulletin of Science and Technology, 2017, 33(5):224-227.
- [5]全国地质矿产标准化技术委员会.盐湖和盐类矿产地质勘查规范:DZ/T 0212—2002[S].北京:中国标准出版社,2003.
- National Technical Committee for Standardization of Geology and Mineral Resources. Standard for geological survey of salt lakes and salt minerals;DZ/T 0212—2002[S]. Published by the Ministry of Land and Resources of the People's Republic of China, 2003.
- [6]全国地质矿产标准化技术委员会.地质矿产实验室测试质量管理规范:DZ/T 0130—2006[S].北京:中国标准出版社,2006:22-23.
- National Technical Committee for Standardization of Geology and Mineral Resources. Standard for quality management of geological and mineral laboratory testing: DZ/T 0130—2006 [S]. China Standards Press, 2006.
- [7]国家地质试验测试中心.岩石矿物分析[M].第4版.北京:地质出版社,2011:400-401.
- National Geological Test and Testing Center. Rock and mineral analysis [M]. 4th Edition. Beijing: Geological Publishing House, 2011: 400-401.
- [8]刘少华.EDTA滴定法测定自来水中钙镁离子含量[J].科技导向,2015(14):238-242.
- LIU Shaohua. Determination of calcium and magnesium ions in tap water by EDTA titration[J]. Science and Technology Orientation, 2015(14):238-242.
- [9]王雪莹,陈怀燕,王冰莹.硫酸钡重量法测定硫精矿与硫铁矿中全硫[J].冶金分析,2010,30(9):758-760.
- WANG Xiuying, CHEN Huaiyan, WANG Bingying. Determination of total sulphur in pyrite concentrate and pyrite by barium sulfate gravimetric method [J]. Metallurgical Analysis . 2010, 9(30):758-760.
- [10]樊颖果,徐国津.原子吸收光谱和原子发射光谱测定酸雨中钾钠钙镁离子的比较[J].中国无机分析化学,2016,6(2):28-31.
- FAN Yingguo, XU Guojin. Comparison of determination of potassium, sodium, calcium and magnesium ions in acid rain by atomic absorption spectrometry and atomic emission spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2016, 6(2):28-31.
- [11]王小强.电感耦合等离子体发射光谱法测定长石中钾钠钙镁钛铁[J].岩矿测试,2012,20(3):442-445.
- WANG Xiaoqiang. Determination of potassium, sodium, calcium, magnesium, titanium and iron in feldspar by inductively coupled plasma emission spectrometry [J]. Rock and Mineral Analysis, 2012, 20(3):442-445.
- [12]蒲雪萍.复合熔剂熔融-ICP-AES法测定萤石中钾钠硅铁磷[J].中国无机分析化学,2019,9(3):28-32.
- PU Xueping. Determination of K, Na, Si, Fe and P in fluorite by ICP-AES with compound flux fusion sample preparation[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019,9(3):28-32.
- [13]王曼娟,嵇龙,蔡璐.X射线荧光光谱法测定含铁原料中钾、钠、锌含量[J].中国无机分析化学,2018,8(2):28-31.
- WANG Manjuan, JI Long, CAI Lu. Determination of potassium, sodium and zinc in ferrous materials by X-ray fluorescence Spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2018,8(2):28-31.
- [14]李海明.固体化学盐样检测数据的质量控制[J].岩矿测试,2011(8):505-509.
- LI Haiming. Quality control of detection data of solid chemical salt samples [J]. Rock and Mineral Analysis , 2011(08):505-509.
- [15]靳芳,李吉生,王慧.盐湖固体盐样及卤水样的质量控制方法[J].分析试验室,2010,29(21):164-166.
- JIN Fang, LI Jisheng, WANG Hui. Quality control method of salt lake solid salt sample and brine sample [J]. Analytical Laboratory , 2010,29(21):164-166.