

水盐体系中有干扰 Li^+ 离子存在下 测定 Mg^{2+} 浓度的掩蔽法研究

李红霞^{1,2}, 姚 燕¹, 曾德文¹

(1. 中国科学院青海盐湖研究所, 青海 西宁 810008; 2. 中国科学院研究生院, 北京 100039)

摘 要: 在水盐体系中, 大量 Li^+ 的存在, 对 EDTA 络合滴定法测镁有严重的干扰, 使滴定结果偏高。采用体积比为 1:9 的正丁醇与无水乙醇作掩蔽剂, 探究其在不同 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比、不同浓度、不同取样量下的适宜加入量, 得出混合醇的加入量与 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比有较大关系, 与溶液浓度、取样量的多少均无明显关系; 同时指出在同一 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下混合醇的加入量有个适宜的范围。该方法的相对误差不大于 0.3%。对提高含 Li^+ 和 Mg^{2+} 的水盐体系相化学实验研究的可靠性和精度具有重要意义。

关键词: 水盐体系; 锂; 镁; 混合醇; 分析方法

中图分类号: O625.1

文献标识码: A

文章编号: 1008-858X(2012)02-0024-07

1 前 言

盐湖卤水中蕴含着丰富的锂资源, 占锂资源总量的 70% ~ 80%。但是, 我国盐湖含锂卤水资源镁锂比高, 比国外高数十倍乃至百倍, 给锂资源的高效利用带来了很大的困难。为有效地分离镁、锂, 获得准确的含锂多组分水盐体系相图, 指导生产实践, 提高锂盐的回收率, 就必须对体系中各成分的含量进行准确的分析测定。

通常情况下, Mg^{2+} 采用 EDTA 络合滴定法测定^[1], 但当水盐体系中有大量 Li^+ 存在时, 滴定终点不明显, 滴定结果偏高。翟宗玺等^[2]提出用 1:10 的正丁醇和无水乙醇混合液抑制 Li^+ 对 Mg^{2+} 的干扰, 但这种方法只适用于锂量二倍于镁量之内, 且锂、镁浓度较低, 相对误差 $\leq 0.5\%$ 。当 Li^+ 量大于 Mg^{2+} 量二倍以上时, 李冰等^[3]提出用 NaOH 二次沉淀的方法分析 Mg^{2+} , 相对误差在 0.5% 以内, 但该方法步骤较为繁琐。王士

强等^[4]提出质量比为 $m(\text{Li}^+)/m(\text{Mg}^{2+}) > 1$ 至 $m(\text{Li}^+)/m(\text{Mg}^{2+}) = 12$ 时, 通过调节混合醇加入量, 可保证 Mg^{2+} 的滴定误差 $\leq 0.3\%$, 且混合醇的最佳比例为 1:7 ~ 1:10, 但没有探究混合醇加入量与溶液浓度、取样量多少的关系, 也没有给出混合醇加入量的适宜范围。本文选用体积比为 1:9 的正丁醇与无水乙醇作掩蔽剂, 探究 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比、溶液浓度、取样量多少对混合醇加入量的影响及混合醇适宜的加入量, 开展了一系列的实验研究, 以获得在广泛 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比和溶液浓度条件下准确分析 Mg^{2+} 的优化方法。

2 实验部分

2.1 主要试剂

实验中使用的 $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 是由分析纯试剂 (AR 级, 国药集团化学试剂有限公司) 经两次 50% 重结晶后得到; $\text{LiCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ 是由高纯碳酸锂

收稿日期: 2011-07-14; 修回日期: 2011-08-04

基金项目: 中国科学院“百人计划”项目资助

作者简介: 李红霞 (1985-), 女, 硕士研究生, 主要研究方向为无机化学。

通信作者: 曾德文。E-mail: dewen_zeng@hotmail.com。

(Li_2CO_3 质量百分数不小于 99.99%, 上海中锂实业有限公司) 与盐酸(GR 级) 按 Alexeyev^[8] 的方法反应制备而来, 反应制得的晶体再经过两次 50% 重结晶; 实验过程中用到的水均为二次蒸馏水(电导率 $\leq 1.2 \times 10^{-4} \text{ S/m}$); 硝酸银(基准) 为上海试剂一厂生产。

2.2 标准溶液

镁标准溶液 1, 称取重结晶后的 $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (AR) 218.6 g 于 500 mL 容量瓶中, 再称取 98.88 g 二次蒸馏水, 充分溶解后溶液共重 317.48 g, 用 AgNO_3 重量法标定, 得到 Mg^{2+} 浓度为 3.216 7 mol/kg 溶液。

镁标准溶液 2, 准确称取 149.346 6 g 镁标准溶液 1 于 500 mL 容量瓶中, 并准确称取 351.097 2 g 二次蒸馏水, 充分溶解摇匀, 稀释后溶液共重 500.443 8 g, 用 AgNO_3 重量法标定, 得到 Mg^{2+} 浓度为 0.959 96 mol/kg 溶液。

锂标准溶液 1, 称取重结晶后的 $\text{LiCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$ 357.1 g 于 1 000 mL 容量瓶中, 再称取 221.88 g 二次蒸馏水, 充分溶解后溶液共重 578.98 g, 用 AgNO_3 重量法标定, 得到 Li^+ 浓度为 9.515 8 mol/kg 溶液。

锂标准溶液 2, 准确称取 98.487 9 g 锂标准溶液 1 于 1 000 mL 容量瓶中, 并准确称取 902.002 6 g 二次蒸馏水, 充分溶解摇匀, 稀释后溶液共重 1 000.490 5 g, 用 AgNO_3 重量法标

定, 得到 Li^+ 浓度为 0.936 73 mol/kg 溶液。

混合醇, 正丁醇与无水乙醇按 1: 9 的体积比配制。

Zn 基准, 准确称取 3.427 3 g 基准 ZnO , 用 1: 1 的稀盐酸充分溶解, 再加水稀释至 450.144 7 g, 其 Zn 基准浓度为 0.093 575 mol/kg 溶液。

EDTA 标准溶液, 称取 167.9 g EDTA (AR 级) 溶于 2 000 g 水中, 充分溶解后加水稀释至 9 000 g, 用 0.093 575 mol/kg 溶液 Zn 基准标定, 其浓度为 0.050 034 mol/kg 溶液。

2.3 不同 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比混合储备液和稀释液的配制

我们用上述锂、镁标准溶液配制了 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比为 1 ~ 40 的混合储备液, 其配制过程如下。1 ~ 4 号准确称取一定量的锂标准溶液 2, 再准确称取一定量的镁标准溶液 2 和一定量的二次蒸馏水于各相应容量瓶中; 5 ~ 8 号准确称取一定量的锂标准溶液 1, 再准确称取一定量的镁标准溶液 2 和一定量的二次蒸馏水于各相应容量瓶中, 混合均匀, 得到各 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下混合储备液, 其摩尔比、标准溶液称重量和 Mg^{2+} 的浓度列于表 1。

为得到同一 Li/Mg^{2+} 摩尔比下不同 Mg^{2+} 浓度的溶液, 我们又将上述混合储备液进行了

表 1 不同 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比混合液的配制

Table 1 Preparation of the mixture solution under different $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ mole ratio

序号	摩尔比	$m(\text{LiCl})/\text{g}$	$m(\text{MgCl}_2)/\text{g}$	$m(\text{H}_2\text{O})/\text{g}$	$m_A/(\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1})$
1	1.307 0	33.529 8	25.031 7	41.740 2	0.239 57
2	2.007 7	51.539 7	25.050 1	23.825 4	0.239 48
3	4.546 8	118.293 6	25.387 3	56.850 6	0.121 53
4	13.854 3	358.773 6	25.269 4	116.333 4	0.048 479
5	20.939 8	53.217 2	25.192 4	22.045 4	0.240 74
6	27.999 3	70.843 0	25.080 7	4.710 0	0.239 25
7	34.044 1	87.113 8	25.365 0	89.144 7	0.120 77
8	40.210 8	103.548 6	25.526 5	71.642 8	0.122 08

注: m_A 表示 Mg^{2+} 的浓度, 即 1 kg 溶液中含 Mg^{2+} 的摩尔数, 单位为 mol/kg(溶液), 其他表中 m_A 含义均同此。

稀释。准确称取不同 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下一定量的浓混合储备液,再称取一定量的二次蒸馏水于各相应容量瓶中,混合均匀,得到各

$\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下稀释混合液,其摩尔比、混合储备液称重量和 Mg^{2+} 的浓度列于表 2。

表 2 不同 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比混合液的稀释结果

Table 2 The dilution results of the mixture solution under different $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ mole ratio

序号	摩尔比	$m(\text{混合液})/\text{g}$	$m(\text{H}_2\text{O})/\text{g}$	$m_A/(\text{mol}\cdot\text{kg}^{-1})$
1	1.307 0	30.966 8	171.840 0	0.036 580
2	2.007 7	27.505 1	172.604 1	0.032 917
3	4.546 8	53.826 8	159.266 1	0.030 698
4	13.854 3	148.419 0	200.377 8	0.020 629
5	20.939 8	29.524 7	370.333 0	0.017 776
6	27.999 3	57.504 7	938.901 1	0.013 808
7	34.044 1	68.065 2	333.635 4	0.020 464
8	40.210 8	60.320 1	340.512 0	0.018 371

2.4 实验方法

取一定量不同配比的锂、镁混合液于锥形瓶中,用水稀释至 50 ~ 60 mL,加入 10 mL $\text{NH}_4\text{Cl}-\text{NH}_3\cdot\text{H}_2\text{O}$ 缓冲溶液,加入一定量的混合醇溶液,滴加 10 滴铬黑 T 指示剂,采用质量滴定法^[8]用 EDTA 标准溶液滴定至酒石红色突变为天青色。通过调节混合醇的加入量,使 Mg^{2+} 浓度的测定值与已知值的分析误差 $\leq \pm 0.3\%$ 。

$$E_r = \frac{m_{A2} - m_{A1}}{m_{A1}} \times 100\% \quad (1)$$

式中, m_{A2} 为测定的 Mg^{2+} 的质量摩尔浓度,单位

为 mol/kg ; m_{A1} 为已知锂、镁混合液中 Mg^{2+} 的质量摩尔浓度,单位为 mol/kg 。

3 结果与讨论

3.1 不同 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下不加混合醇时 Mg^{2+} 浓度的测定结果

为了进一步了解在不同 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比、不同浓度下, Li^+ 对 Mg^{2+} 含量测定的影响。我们取已知配比和 Mg^{2+} 浓度的稀释混合液在不加混合醇时测定了 Mg^{2+} 的含量,测定结果见表 3。

表 3 不同 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下不加混合醇时 Mg^{2+} 浓度的测定结果

Table 3 The measurement results of the concentrations of Mg^{2+} under different $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ mole ratio without the mixed alcohol

序号	摩尔比	$m(\text{混合液})/\text{g}$	$m(\text{EDTA})/\text{g}$	$V(\text{混合醇})/\text{mL}$	$m_A(\text{混合液})/(\text{mol}\cdot\text{kg}^{-1})$	$m_A(\text{测定值})/(\text{mol}\cdot\text{kg}^{-1})$	$E_r/\%$
1	1.307 0	20.236 9	14.894 2	0	0.036 580	0.036 825	0.669 76
2	2.007 7	22.544 1	14.983 1	0	0.032 917	0.033 253	1.020 7
3	4.546 8	20.295 1	12.585 4	0	0.030 698	0.031 027	1.071 7
4	13.854 3	35.873 5	15.214 3	0	0.020 629	0.021 220	2.864 0
5	20.939 8	43.358 8	16.157 8	0	0.017 776	0.018 645	4.888 6
6	27.999 3	53.676 7	15.856 9	0	0.013 808	0.014 781	7.046 6
7	34.044 1	36.255 6	16.311 4	0	0.020 464	0.022 510	9.998 0
8	40.210 8	40.291 3	16.760 2	0	0.018 371	0.020 813	13.293

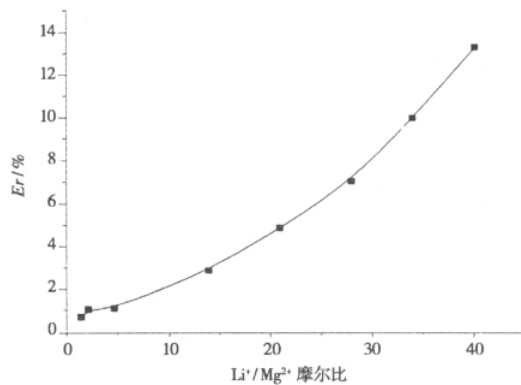


图 1 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比与分析误差的关系

Fig. 1 The relationship between $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ mole ratio and the analytical error

由图 1 知,当不加混合醇时,随着 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比的增大,分析误差也越来越大,且超过了相化学要求的实验精度 ($\leq \pm 0.3\%$)。

3.2 不同 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下加混合醇时 Mg^{2+} 浓度的测定结果

针对上述测定结果,我们通过调节混合醇的加入量,再次对不同 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下各混合液中 Mg^{2+} 浓度进行了测定,其测定结果及 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比与混合醇加入量的关系见表 4 和图 2。

由图 2 知,随着 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比的增大,混合醇的加入量应相应增大,通过调节混合醇

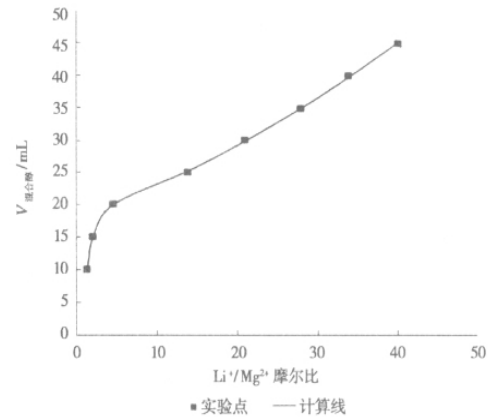


图 2 不同 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比与混合醇加入量的关系

Fig. 2 The relationship between the different $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ mole ratio and the added quantity of the mixed alcohol

的加入量,可使分析误差 $\leq \pm 0.3\%$ 。

由上述实验数据点拟合的方程如下:

$$y_1 = -3.511 + 12.422x - 1.5947x^2 \quad (R^2 = 0.9997); \quad (2)$$

$$y_2 = 17.619 + 0.4797x + 0.0051x^2 \quad (R^2 = 1). \quad (3)$$

方程 (2) 适用于 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比为 1.30 ~ 4.55 范围,方程 (3) 适用于 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比为 4.55 ~ 40.2 范围。由拟合的方程计算上述各 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下混合醇加入量与实验中混合醇加入量的相对偏差的平均值为 0.095×10^{-3} ,说明该方程能很好的描述上述关系。

表 4 不同 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下加混合醇时 Mg^{2+} 浓度的测定结果

Table 4 The measurement results of the concentrations of Mg^{2+} under different $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ mole ratio with the mixed alcohol

序号	摩尔比	$m(\text{混合液}) / \text{g}$	$m(\text{EDTA}) / \text{g}$	$V(\text{混合醇}) / \text{mL}$	$m_A(\text{混合液}) / (\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1})$	$m_A(\text{测定值}) / (\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1})$	$Er/\%$
1	1.307 0	20.214 7	14.788 8	10	0.036 580	0.036 604	0.065 61
2	2.007 7	22.488 8	14.794 5	15	0.032 917	0.032 915	-0.006 075 9
3	4.546 8	24.093 1	14.798 6	20	0.030 698	0.030 732	0.110 76
4	13.854 3	35.899 0	14.844 9	25	0.020 629	0.020 690	0.295 70
5	20.939 8	41.665 4	14.806 5	30	0.017 776	0.017 780	0.022 502
6	27.999 3	53.596 9	14.781 1	35	0.013 808	0.013 799	-0.065 180
7	34.044 1	36.172 3	14.775 7	40	0.024 64	0.020 438	-0.127 05
8	40.210 8	40.276 6	14.755 7	45	0.018 371	0.018 330	-0.223 18

3.3 同一 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下混合醇的适宜加入量

选取 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比为 27.999 3, Mg^{2+} 浓度为 0.013 808 mol/kg 溶液的混合稀释液, 准

确称取一定量的此混合液, 加入不同量的混合醇, 用 EDTA 标准溶液滴定, Mg^{2+} 浓度的测定结果、混合醇的加入量与绝对分析误差的关系及混合醇的加入量与部分分析误差的关系见表 5、图 3 和图 4。

表 5 同一 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下混合醇适宜加入量的测定结果

Table 5 The measurement results of the suitable added quantity of the mixed alcohol in the same $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ mole ratio

序号	$m(\text{混合液}) / \text{g}$	$m(\text{EDTA}) / \text{g}$	$V(\text{混合醇}) / \text{mL}$	$m_A(\text{测定值}) / (\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1})$	$Er/\%$
1	53.676 7	15.856 9	0	0.014 781	7.046 6
2	53.586 5	15.164 1	10	0.014 159	2.542 0
3	53.590 3	14.930 6	20	0.013 940	0.955 97
4	53.579 2	14.876 3	25	0.013 892	0.608 34
5	53.643 4	14.812 4	30	0.013 816	0.057 937
6	53.596 9	14.781 1	35	0.013 799	-0.065 180
7	53.569 2	14.738 6	40	0.013 766	-0.304 17
8	53.568 2	14.723 2	45	0.013 752	-0.405 56
9	53.623 3	14.736 1	50	0.013 750	-0.420 05
10	53.624 1	14.717 7	60	0.013 732	-0.550 41

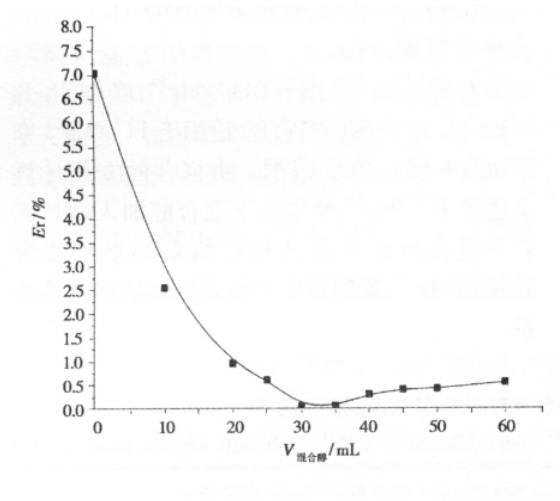


图 3 混合醇加入量与绝对分析误差的关系
Fig.3 The relationship between the added quantity of mixed alcohol and the absolute analytical error

由图 3 可知, 对 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比为 27.999 3 的混合液, 混合醇的加入量有个适宜的范围。由图 4 的放大图看出, 由于分析误差为 0.3% 时没有实验数据, 所以由混合醇的加入量 25 mL 和 30 mL 所对应的实验点作内差法得分析误差为 0.3% 时, 混合醇的加入量为

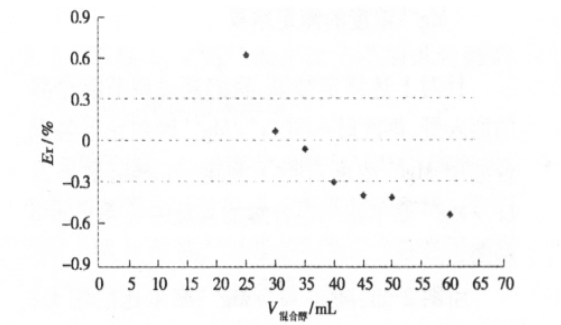


图 4 混合醇加入量与部分分析误差的关系
Fig.4 The relationship between the added quantity of mixed alcohol and the part analytical error

27.8 mL; 当分析误差为 -0.3% 时, 由实验数据得 40 mL, 所以在该 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下, 混合醇的适宜加入量的范围应为 $27.8 \text{ mL} < V < 40 \text{ mL}$, 在此范围内, 分析误差在 $\pm 0.3\%$ 以内, 超越此范围, 分析误差会增大。

3.4 溶液浓度与混合醇加入量的关系

选取 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比为 20.939 8、34.044 1、40.210 8 的混合储备液及其稀释液, 根据表 4 在相应 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下加入适宜

表 6 不同溶液浓度下混合醇加入量的测定结果

Table 6 The measurement results of added quantity of the mixed alcohol under different solution concentrations

序号	摩尔比	$m(\text{混合液}) /$ g	$m(\text{EDTA}) /$ g	$V(\text{混合醇}) /$ mL	$m_A(\text{混合液}) /$ ($\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$)	$m_A(\text{测定值}) /$ ($\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$)	$Er / \%$
1	20.939 8	3.071 1	14.757 2	30	0.240 74	0.240 42	-0.132 92
		41.665 4	14.806 5	30	0.017 776	0.017 780	0.022 502
2	34.044 1	5.999 5	14.507 6	40	0.120 77	0.120 99	0.182 16
		36.172 3	14.775 7	40	0.020 464	0.020 438	-0.127 05
3	40.210 8	6.019 8	14.708 6	45	0.122 08	0.122 25	0.139 25
		40.276 6	14.755 7	45	0.018 371	0.018 330	-0.223 18

量的混合醇,用 EDTA 标准溶液滴定, Mg^{2+} 浓度的测定结果见表 6。

由表 6 对比知,在 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比固定,且加入相应比例下适宜的混合醇量时,当改变溶液浓度时, Mg^{2+} 浓度的测定值仍在分析误差范围内,说明溶液浓度与混合醇的加入量无明显关系。

3.5 同一 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下混合液取样量多少与混合醇加入量的关系

选取 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比为 34.044 1, Mg^{2+} 浓度为 0.120 77 mol/kg 溶液的混合储备液,准确称取不同量的此混合液,加入该比例下混合醇的适宜加入量 40 mL,用 EDTA 标准溶液滴定, Mg^{2+} 浓度的测定结果见表 7。

表 7 混合液不同取样量下混合醇加入量的测定结果

Table 7 Measurement results of the added quantity of the mixed alcohol under different added quantities of the mixed liquor

序号	$m(\text{混合液}) /$ g	$m(\text{EDTA}) /$ g	$V(\text{混合醇}) /$ mL	$m_A(\text{测定值}) /$ ($\text{mol} \cdot \text{kg}^{-1}$)	$Er / \%$
1	5.999 5	14.507 16	40	0.120 99	0.182 16
2	6.068 0	14.678 2	40	0.121 03	0.215 29
3	9.048 4	21.888 7	40	0.121 04	0.223 57
4	12.020 4	29.083 6	40	0.121 06	0.240 13
5	18.015 9	43.575 6	40	0.121 02	0.207 01
6	24.084 2	58.153 4	40	0.120 81	0.033 121

由上述表 7 可看出,在 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比固定,且加入相应比例下适宜的混合醇量时,当改变取样量时, Mg^{2+} 浓度的测定值仍在分析误差范围内,说明样品取样量多少与混合醇的加入量无明显关系。

4 结 论

当不加混合醇时,分析误差随着 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比增大而增大,且超过了相化学要求的实验精度($\leq \pm 0.3\%$);随着 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比增大时,混合醇的加入量应相应增大,可以控制分

析误差在 $\pm 0.3\%$ 以内。对 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比为 1~40 的范围内拟合了方程,该方程能精确地求算在 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比为 1~40 的范围内对应的混合醇加入量。对同一 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比下的混合液,混合醇的加入量有个适宜的范围,在此范围内,分析误差在 $\pm 0.3\%$ 以内,超越此范围,分析误差会增大。对不同 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比的混合液,当改变混合液的浓度,加入其相应比例下混合醇的适宜加入量,均能达分析允许误差范围,说明混合醇的加入量与溶液浓度无明显关系。对同一 $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ 摩尔比的混合液,在其混合醇的适宜加入量下,当增大混合液的

取样量时,均能达分析允许误差范围,说明混合醇的加入量与溶液取样量多少无明显关系。本文的研究结果对提高含 Li^+ 和 Mg^{2+} 的水盐体系相化学实验研究精度具有重要意义。

参考文献:

- [1] 中国科学院青海盐湖研究所. 卤水和盐的分析方法 [M]. 北京: 科学出版社, 1988: 47-52.
- [2] 翟宗玺, 王建国, 张惠玲. 盐湖饱和氯化镁卤水综合利用 [J]. 盐湖研究, 1977(1-2): 15-17.
- [3] 李冰, 宋彭生. 饱和卤水中大量 Li^+ 存在对 K^+ 和 Mg^{2+} 分析结果的影响 [J]. 盐湖研究, 1995, 3(1): 73-76.
- [4] 王士强, 高洁, 余学, 等. 大量 Li^+ 存在对 Mg^{2+} 分析测定的影响研究 [J]. 盐湖研究, 2007, 15(1): 44-47.
- [5] Alexeyev V. Quantitative Analysis [M]. Moscow: MIR Publishers, 1969: 162-167.
- [6] 李红霞, 董欧阳, 姚燕, 等. 质量滴定分析方法及其应用 [J]. 盐湖研究, 2011, 19(3): 31-36.

Measurement of Concentrations of Magnesium Ion by Masking Method in Presence of the Interference Lithium Ion in Salt Water System

LI Hong-xia^{1,2}, YAO Yan¹, ZENG De-wen¹

(1. Qinghai Institute of Salt Lakes, Chinese Academy of Sciences, Xining, 810008, China;
2. Graduate University of Chinese Academy of Sciences, Beijing, 100039, China)

Abstract: There are abundant lithium ions in salt water system, which lead to serious interference in magnesium measurement by the complexometric titration method with EDTA, making titration results on the high side. In this paper, the authors choose n-butanol and absolute ethylalcohol with the volume ratio of 1:9 as masking agent. What's more, we discuss the suitable quantity of the mixed alcohol added to the sample under the different $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ mole ratio, concentrations and sampling volumes. Eventually, this paper indicates that the added quantity of the mixed alcohol has a bigger connection with $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ mole ratios, but has no obvious connection with the concentrations and the sampling volumes, under the same $\text{Li}^+/\text{Mg}^{2+}$ mole ratio, the added quantity of the mixed alcohol has a suitable range. The measurement errors for this analytical method could be within 0.3%. This paper is important to improve reliability and accuracy of the phase chemistry experiment containing lithium ion and magnesium ion in salt water system.

Key words: Salt water system; Lithium; Magnesium; Mixed alcohol; Analytical method