

文章编号: 0254 - 5357(2013)02 - 0244 - 05

# 电感耦合等离子体发射光谱法测定膨润土中的交换性阳离子钙镁钾钠

段九存, 和振云, 李瑞仙, 巨力佩, 张旺强\*, 毛振才  
(国土资源部兰州矿产资源监督检验中心, 甘肃 兰州 730050)

**摘要:** 对膨润土交换性阳离子和阳离子交换容量的测试是评价膨润土矿的主要指标之一, 传统的测定膨润土交换性阳离子通常采用原子吸收光谱法或容量法, 操作手续复杂繁琐。本文用氯化铵 - 乙醇交换液交换出试样中的可交换性阳离子钙、镁、钾、钠, 分取蒸至湿盐状, 制备成盐酸介质的溶液, 电感耦合等离子体发射光谱法测定。通过正交试验确定了最佳实验条件为交换 1 次, 加入 25 mL 交换液, 搅拌 30 min, 沉淀洗涤 2 次。分别选择 315.887 nm、279.079 nm、766.490 nm、589.592 nm 作为钙、镁、钾、钠的分析谱线, 绘制的标准曲线中钾、钠的浓度在 0 ~ 0.6 mmol/L, 钙、镁的浓度在 0 ~ 3.0 mmol/L 呈良好的线性关系。方法检出限为 0.012 ~ 0.048 mmol/100 g。经国家标准物质验证, 测定值与标准值吻合, 精密密度为 0.5% ~ 2.5% (RSD,  $n = 11$ ), 准确度为 -6.1% ~ 10%, 加标回收率为 97.0% ~ 100.0%。本方法样品处理方法程序简单快速, 分析重现性好, 克服了传统分析方法测定手续繁琐、时间冗长且成本高等缺点, 适用于批量样品的分析。

**关键词:** 膨润土; 交换性阳离子; 钙; 镁; 钾; 钠; 电感耦合等离子体发射光谱法

**中图分类号:** O657.31      **文献标识码:** B

膨润土是一种重要的黏土矿资源。进行膨润土交换性阳离子和阳离子交换容量的测试, 是判断膨润土矿品位(蒙脱石含量)和划分膨润土矿属型的主要依据, 是评价膨润土矿的主要指标之一。

膨润土中交换性阳离子主要有 Ca、Mg、K、Na, 这些交换性阳离子及交换容量的测定方法较多。常预先采用氯化铵 - 乙醇或氯化铵 - 氨水交换液来交换膨润土中可交换阳离子<sup>[1-3]</sup>。其中 Ca、Mg 的测定方法通常采用原子吸收光谱法或 EDTA 滴定法(根据含量的高低而定), K、Na 常采用原子吸收分光光度计测定<sup>[4-9]</sup>。EDTA 滴定法测定 Ca、Mg, 操作复杂, 时间冗长; 原子吸收光谱法为单元素测定, 且线性范围窄, 操作手续复杂繁琐。而且由于各种膨润土的性质不同, 不同方法测定结果差异较大, 建立一种简单、快速测定膨润土中交换性阳离子的分析方法是必要的。电感耦合等离子体发射光谱法(ICP - AES)具有操作简单、线性范围宽、灵敏度高、重现性好等诸多优点, 而且一次性制备样品, 可以同时测定多种元素<sup>[10-13]</sup>。张文捷等<sup>[10]</sup>用钡离子交换

膨润土中交换性阳离子, ICP - AES 法测定, 取得满意的结果。张旺强等<sup>[11]</sup>用 ICP - AES 法测定富镁岩石矿物中的镁等, 取得较好结果。

本文在借鉴前人先进经验的基础上, 用氯化铵 - 乙醇作为交换液来交换膨润土蒙脱石层间的 Ca、Mg、K、Na, 采用 ICP - AES 测定, 对浸取条件、溶液酸度进行了实验, 确定了分析谱线及干扰情况, 建立了 ICP - AES 测定膨润土中交换性阳离子的快速方法。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器及工作参数

iCAP 6300 全谱直读等离子体光谱仪(美国 Thermo Scientific 公司), iTEVA 操作软件, 仪器工作参数见表 1。

### 1.2 标准溶液及主要试剂

混合标准溶液: 称取 0.5005 g 碳酸钙、0.2015 g 氧化镁、0.1169 g 氯化钠和 0.1491 g 氯化钾, 置于 250 mL 烧杯中。用少量盐酸溶解后, 加热煮沸赶走二氧化碳, 冷却。将溶液移入 1000 mL 容量瓶中, 用

收稿日期: 2011 - 10 - 13; 接受日期: 2012 - 05 - 14

作者简介: 段九存, 工程师, 主要从事岩石矿物化学分析及方法研究工作。E-mail: duanjiucun1234@163.com。

通讯作者: 张旺强, 高级工程师, 主要从事岩石矿物化学分析及方法研究工作。E-mail: zwq - 71@sohu.com。

表1 ICP-AES 工作参数

Table 1 Operating conditions of ICP-AES

| 工作参数    | 技术参数      | 分析元素 | 分析波长<br>$\lambda/\text{nm}$ | 背景校正   |
|---------|-----------|------|-----------------------------|--------|
| 射频功率    | 1150 W    | Ca   | 315.887                     | 左,右,自动 |
| 雾化气流量   | 0.7 L/min | Mg   | 279.079                     | 左,右,自动 |
| 辅助气流量   | 0.5 L/min | K    | 766.490                     | 左,右,自动 |
| 观测方向和高度 | 垂直,12 mm  | Na   | 589.592                     | 左,右,自动 |
| 蠕动泵流速   | 50 r/min  |      |                             |        |

蒸馏水稀释至刻度,摇匀。此溶液  $c(\frac{1}{2}\text{Ca}^{2+}) =$

$0.0100 \text{ mol/L}$ ,  $c(\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+}) = 0.0100 \text{ mol/L}$ ,  $c(\text{Na}^+) =$

$0.00200 \text{ mol/L}$ ,  $c(\text{K}^+) = 0.00200 \text{ mol/L}$ 。

25 g/L 氯化铵-80%乙醇交换液:称取 25 g 氯化铵溶解于 1000 mL 的 80%乙醇中,用 50%氨水调节至  $\text{pH} = 8.0$ 。

氯化铵、盐酸、硝酸、乙醇:均为分析纯。

实验用水:去离子水(电阻率  $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ )。

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 试样制备

称取 1.0000 g 样品置于 100 mL 离心管中,放入磁力棒,加入 20 mL 80%乙醇,在磁力搅拌器上搅拌 20 min,使可溶盐溶解。取下离心并弃去清液。加入 20 mL 95%乙醇洗涤残渣和离心管壁一次,搅拌并离心,洗液弃去。然后加入 25 mL 交换液,在磁力搅拌器上搅拌 30 min。取下离心,清液收集于 100 mL 容量瓶中。再用 95%乙醇洗涤残渣和离心管内壁两次,每次约 20 mL,合并于已收集交换液的 100 mL 容量瓶中,用蒸水定容至刻度,摇匀。分取上述溶液 5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,加入 50 mL 50%盐酸,用水定容至刻度,摇匀。

#### 1.3.2 标准曲线

移取 0.00、1.00、5.00、10.00、15.00 mL 混合标准溶液,分别置于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 50%盐酸,加水稀释至刻度。标准曲线系列  $\frac{1}{2}\text{Ca}^{2+}$ 、 $\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+}$  的浓度分别为 0.0000、0.0400、0.2000、0.4000、0.6000 mmol/L,  $\text{Na}^+$ 、 $\text{K}^+$  的浓度分别为 0.0000、0.0200、0.1000、0.2000、0.3000 mmol/L,在仪器最佳工作条件下,用 ICP-AES 测定,绘制标准曲线。

按照下列公式计算各交换性阳离子的量:

$$E = \frac{n_1 - n_0}{m \times \frac{V}{100}} \times 100$$

式中: $E$ —可交换阳离子量(mmol/100 g);

$n_1$ —样品的  $\frac{1}{2}\text{Ca}^{2+}$ 、 $\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Na}^+$ 、 $\text{K}^+$  摩尔量(mmol);

$n_0$ —空白样品的  $\frac{1}{2}\text{Ca}^{2+}$ 、 $\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+}$ 、 $\text{Na}^+$ 、 $\text{K}^+$  摩尔量(mmol);

$V$ —分取样品溶液体积(mL);

$m$ —取样质量(g)。

## 2 结果与讨论

### 2.1 浸取条件

交换性阳离子种类及其在蒙脱石层间的排列方式和膨润土的物理状态决定交换活性,对交换反应的进行程度有影响,用不同交换液进行交换测得的阳离子交换量的数值有所差异。本文采用正交设计法,选定交换次数、搅拌时间、交换剂加入量、沉淀洗涤次数共 4 个因素,其中洗涤次数为 4 个水平,其余因素为两个水平,对样品 1 进行实验。选择混合型正交设计表  $L_8(2^3 \times 4)$ ,此表的 4 列中,3 列为 2 水平,1 列为 4 水平。设计正交实验见表 2。

根据实验方案,进行了 8 组实验,每个条件至少进行两次实验,结果见表 3。实验发现:①沉淀洗涤次数和搅拌时间对结果影响不大;②影响实验结果的主要因素是交换液的加入量;③交换次数对实验结果的影响不大;④条件 6 的重现性最好,条件 4 和条件 5 次之。本文确定交换的最佳条件为 6,即交换 1 次,加入 25 mL 交换液,搅拌 30 min,沉淀洗涤 2 次。

表2 膨润土中交换性阳离子正交实验

Table 2 Orthogonal experiment of exchangeable cation in bentonite

| 条件 | 交换次数 | 搅拌时间<br>$t/\text{min}$ | 交换液加入量<br>$V/\text{mL}$ | 沉淀洗涤次数 |
|----|------|------------------------|-------------------------|--------|
| 1  | 2    | 30                     | 10                      | 1      |
| 2  | 2    | 50                     | 10                      | 2      |
| 3  | 2    | 30                     | 25                      | 3      |
| 4  | 2    | 50                     | 25                      | 4      |
| 5  | 1    | 50                     | 25                      | 1      |
| 6  | 1    | 30                     | 25                      | 2      |
| 7  | 1    | 50                     | 10                      | 3      |
| 8  | 1    | 30                     | 10                      | 4      |

### 2.2 测定酸度的选择

取混合标准溶液 2.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,分别加入不同量的 50%盐酸或 50%硝酸,用蒸馏水稀释至刻度。选择仪器最佳工作条件进行测定,

考察不同酸度对测定结果的影响。表4测定结果,当溶液中盐酸和硝酸的浓度在2%~20%时,对测定结果无明显影响。说明测定酸度范围较宽,但考虑到Ca、Mg、K、Na的测定常用盐酸介质等因素,本文选择5%盐酸作为溶液酸度。

表3 交换性阳离子测定条件实验

Table 3 Optimization experiment of exchangeable cations

| 条件 | $E/(\text{mol} \cdot 100 \text{g}^{-1})$ |       |                             |       |               |       |              |       |
|----|--|-------|-----------------------------|-------|---------------|-------|--------------|-------|
|    | $\frac{1}{2}\text{Ca}^{2+}$              |       | $\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+}$ |       | $\text{Na}^+$ |       | $\text{K}^+$ |       |
|    | 测定<br>均值                                 | RSD/% | 测定<br>均值                    | RSD/% | 测定<br>均值      | RSD/% | 测定<br>均值     | RSD/% |
| 1  | 2.48                                     | 5.3   | 3.07                        | 4.3   | 7.24          | 4.2   | 0.93         | 3.4   |
| 2  | 2.50                                     | 4.2   | 2.58                        | 6.4   | 6.46          | 4.8   | 1.18         | 3.6   |
| 3  | 3.34                                     | 6.5   | 3.70                        | 5.5   | 7.89          | 3.8   | 1.57         | 2.6   |
| 4  | 3.53                                     | 2.2   | 3.95                        | 1.2   | 8.57          | 1.0   | 1.63         | 2.2   |
| 5  | 3.35                                     | 2.3   | 4.29                        | 0.9   | 9.30          | 0.8   | 1.71         | 2.4   |
| 6  | 3.77                                     | 1.8   | 4.37                        | 0.6   | 9.38          | 0.4   | 1.71         | 0.8   |
| 7  | 2.27                                     | 4.5   | 3.46                        | 3.2   | 2.16          | 2.4   | 1.11         | 3.0   |
| 8  | 2.63                                     | 7.1   | 2.83                        | 4.1   | 6.47          | 3.0   | 1.11         | 3.8   |

表4 酸度对测定结果的影响

Table 4 Effect of acidity on determination

| 酸度/% | $E/(\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1})$ |                  |                             |                  |               |                  |              |                  |
|------|---------------------------------------|------------------|-----------------------------|------------------|---------------|------------------|--------------|------------------|
|      | $\frac{1}{2}\text{Ca}^{2+}$           |                  | $\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+}$ |                  | $\text{Na}^+$ |                  | $\text{K}^+$ |                  |
|      | HCl                                   | HNO <sub>3</sub> | HCl                         | HNO <sub>3</sub> | HCl           | HNO <sub>3</sub> | HCl          | HNO <sub>3</sub> |
| 0    | 0.342                                 | 0.345            | 0.338                       | 0.345            | 0.055         | 0.059            | 0.078        | 0.081            |
| 0.5  | 0.364                                 | 0.368            | 0.357                       | 0.349            | 0.061         | 0.065            | 0.076        | 0.074            |
| 1    | 0.367                                 | 0.371            | 0.384                       | 0.394            | 0.064         | 0.061            | 0.085        | 0.081            |
| 2    | 0.397                                 | 0.401            | 0.405                       | 0.408            | 0.079         | 0.084            | 0.084        | 0.080            |
| 5    | 0.403                                 | 0.405            | 0.408                       | 0.397            | 0.078         | 0.076            | 0.082        | 0.084            |
| 10   | 0.391                                 | 0.394            | 0.389                       | 0.401            | 0.080         | 0.078            | 0.080        | 0.084            |
| 15   | 0.397                                 | 0.389            | 0.402                       | 0.406            | 0.082         | 0.080            | 0.084        | 0.079            |
| 20   | 0.396                                 | 0.399            | 0.405                       | 0.402            | 0.078         | 0.080            | 0.076        | 0.078            |

### 2.3 分析谱线的选择及干扰消除

通过对实际样品中被测元素分析线做谱峰扫描,考察各分析线背景和干扰情况。ICP-AES法测定膨润土交换液中交换性阳离子Ca、Mg、K、Na,主要存在光谱干扰和非光谱干扰。选择适宜的波长会避免或减少谱线重叠的干扰和其他光谱干扰,利用炬管垂直观察方式,基体效应小,仪器自带软件校正光谱干扰。非光谱干扰因样品经氯化铵-乙醇交换液进行交换后,交换液中主要元素为Ca、Mg、K、Na,其他元素均因未被交换而分离,不产生干扰。本文经过对样品溶液多次扫描,选择的最佳分析线分别为:Ca 315.887 nm(级次107),Mg 279.079 nm(级次121),K 766.490 nm(级次44),Na 589.592 nm(级次57)。

### 2.4 方法线性范围和检出限

在仪器的最佳工作条件下测定,绘制各元素的标准曲线。 $\frac{1}{2}\text{Ca}^{2+}$ 、 $\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+}$ 的浓度分别为0.0000、0.0400、0.2000、0.4000、0.6000 mmol/L,Na<sup>+</sup>、K<sup>+</sup>的浓度分别为0.0000、0.0200、0.1000、0.2000、0.3000 mmol/L,并确定其线性范围。对空白溶液平行测定11次,计算标准偏差,以3倍标准偏差计算 $\frac{1}{2}\text{Ca}^{2+}$ 、 $\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+}$ 、K<sup>+</sup>、Na<sup>+</sup>的检出限。表5结果表明,各元素相关系数均大于0.9998,线性范围宽,测定结果可靠。

表5 线性范围、相关系数和检出限

Table 5 Linear range, correlative coefficients and detection limits

| 离子                          | 线性范围<br>$c_B/(\text{mmol} \cdot \text{L}^{-1})$ | 相关系数    | 检出限/<br>$(\text{mmol} \cdot 100 \text{g}^{-1})$ |
|-----------------------------|---|---------|---|
| $\frac{1}{2}\text{Ca}^{2+}$ | 0.0~3.0   | 0.99998 | 0.036   |
| $\frac{1}{2}\text{Mg}^{2+}$ | 0.0~3.0   | 0.99997 | 0.048   |
| K <sup>+</sup>              | 0.0~0.6   | 0.99991 | 0.012   |
| Na <sup>+</sup>             | 0.0~0.6   | 0.99986 | 0.024   |

### 2.5 方法精密度和准确度

采用国家级标准物质GBW(E)070049、GBW(E)070050、GBW(E)070052和膨润土样品,按1.3节方法独立处理样品并测定11次,用实际样品的测定结果与采用相同的交换方法、不同的样品制备方法、原子吸收光谱(AAS)的测定结果进行比对。表6的结果表明,该方法的精密度(RSD,  $n=11$ )为0.5%~2.5%,准确度(RE)为-6.1%~10%,实际样品的测定值与标准值或AAS法的测定值基本吻合。

采用标准加入法对交换液进行加标试验,分取交换液20.00 mL置于50 mL容量瓶中,分别加入1.00 mL混合标准溶液,以下同标准曲线的绘制。表7的结果表明,实际样品按本方法处理ICP-AES测定,方法回收率为97.0%~100.0%。

### 3 结语

本文从膨润土的浸取出发,开辟了用ICP-AES测定膨润土样品中交换性阳离子Ca<sup>2+</sup>、Mg<sup>2+</sup>、K<sup>+</sup>、Na<sup>+</sup>的方法,与原子吸收光谱法和容量法相比,简便快捷,结果准确可靠,同时也为其他黏土矿物中交换阳离子和阳离子交换总量的测定提供了新的思路。

表6 方法精密度和准确度

Table 6 Precision and accuracy tests of the method

| 样品               | 测定元素 | E/(mmol · 100 g <sup>-1</sup> ) |            | RSD/% | RE/% |
|------------------|------|---------------------------------|------------|-------|------|
|                  |      | 本法测定值                           | 标准值或AAS测定值 |       |      |
| GBW(E)<br>070049 | Ca   | 1.76                            | 1.80       | 2.3   | -2.2 |
|                  | Mg   | 0.43                            | 0.40       | 1.5   | 7.5  |
|                  | Na   | 0.11                            | 0.10       | 0.6   | 10.0 |
|                  | K    | 0.11                            | 0.10       | 0.9   | 10.0 |
| GBW(E)<br>070050 | Ca   | 46.9                            | 47.1       | 2.2   | -0.4 |
|                  | Mg   | 7.28                            | 7.34       | 1.3   | -0.8 |
|                  | Na   | 0.79                            | 0.80       | 1.0   | -1.3 |
|                  | K    | 0.42                            | 0.40       | 0.8   | 5.0  |
| GBW(E)<br>070052 | Ca   | 24.0                            | 24.4       | 2.5   | -1.7 |
|                  | Mg   | 0.83                            | 0.79       | 1.2   | 5.1  |
|                  | Na   | 48.5                            | 48.5       | 2.0   | 0    |
|                  | K    | 1.15                            | 1.12       | 1.8   | 2.7  |
| 样品1              | Ca   | 3.70                            | 3.94*      | 1.8   | -6.1 |
|                  | Mg   | 4.40                            | 4.50*      | 1.2   | -2.2 |
|                  | Na   | 9.40                            | 9.65*      | 1.0   | -2.6 |
|                  | K    | 1.90                            | 1.90*      | 1.6   | 0    |
| 样品2              | Ca   | 1.76                            | 1.80*      | 1.4   | -2.2 |
|                  | Mg   | 0.45                            | 0.47*      | 0.8   | -4.2 |
|                  | Na   | 0.12                            | 0.12*      | 0.5   | 0    |
|                  | K    | 0.11                            | 0.11*      | 0.7   | 0    |

注:带\*的数据为原子吸收光谱的测定值。

表7 加标回收试验

Table 7 Recovery tests of the method

| 样品               | 测定元素 | n/mmol |       |        | 回收率/% |
|------------------|------|--------|-------|--------|-------|
|                  |      | 加标前测定值 | 加标量   | 加标后测定值 |       |
| GBW(E)<br>070049 | Ca   | 0.0035 | 0.02  | 0.0232 | 98.5  |
|                  | Mg   | 0.0009 | 0.02  | 0.0206 | 98.5  |
|                  | Na   | 0.0002 | 0.001 | 0.0012 | 100.0 |
|                  | K    | 0.0002 | 0.001 | 0.0012 | 100.0 |
| GBW(E)<br>070050 | Ca   | 0.0938 | 0.02  | 0.1133 | 97.5  |
|                  | Mg   | 0.0146 | 0.02  | 0.0342 | 98.0  |
|                  | Na   | 0.0016 | 0.001 | 0.0026 | 100.0 |
|                  | K    | 0.0008 | 0.001 | 0.0018 | 100.0 |
| GBW(E)<br>070052 | Ca   | 0.048  | 0.02  | 0.0677 | 98.5  |
|                  | Mg   | 0.0017 | 0.02  | 0.0211 | 97.0  |
|                  | Na   | 0.097  | 0.001 | 0.098  | 100.0 |
|                  | K    | 0.0023 | 0.001 | 0.0033 | 100.0 |
| 样品1              | Ca   | 0.0024 | 0.02  | 0.0222 | 99.0  |
|                  | Mg   | 0.0088 | 0.02  | 0.0284 | 98.0  |
|                  | Na   | 0.0188 | 0.001 | 0.0198 | 100.0 |
|                  | K    | 0.038  | 0.001 | 0.039  | 100.0 |
| 样品2              | Ca   | 0.0036 | 0.02  | 0.0235 | 99.5  |
|                  | Mg   | 0.0009 | 0.02  | 0.0203 | 97.0  |
|                  | Na   | 0.0002 | 0.001 | 0.0012 | 100.0 |
|                  | K    | 0.0002 | 0.001 | 0.0012 | 100.0 |

#### 4 参考文献

- [1] 陈济美, 龚关, 赵连强, 孙效成. 膨润土阳离子交换容量的测定[J]. 岩矿测试, 2000, 19(2): 152-154.
- [2] 戚淑芳, 张杰, 王莹. 膨润土阳离子交换容量和交换性阳离子的测定方法研究[J]. 硅酸盐学报, 2009, 28(1): 208-212.
- [3] 张杨珠. 高度风化土壤交换性阳离子和阳离子交换容量测定[J]. 土壤学进展, 1991, 19(5): 47-50.
- [4] 岩石矿物分析编委会. 岩石矿物分析(第四版 第二分册)[M]. 北京: 地质出版社, 2011: 545-551.
- [5] 金永铎, 董高翔. 非金属矿石物化性能测试和成分分析方法手册[M]. 北京: 科学技术出版社, 2004: 3-11.
- [6] 万朴, 周玉林, 彭同江. 非金属矿石物化性能测试及研究[M]. 武汉: 武汉工业大学出版社, 1992: 100-297.
- [7] 地质矿产部科学技术司实验管理处. 岩石和矿物分析分析规程(第二分册)[M]. 西安: 陕西科学技术出版社, 1994: 480-488.

- [8] 彭同江, 刘福生, Huang J. 含蛭石晶间层矿物的可交换阳离子及阳离子交换容量的测定[J]. 岩石矿物学杂志, 2003, 22(4): 391-396.
- [9] SY/T 5395—1991, 粘土阳离子交换容量及盐基分量测定法[S].
- [10] 张文捷, 阳国运. ICP-AES法测定膨润土的阳离子交换量[J]. 广西科学院学报, 2010, 26(3): 300-302.
- [11] 张旺强, 王春研, 李瑞仙, 巨力佩, 陈月源, 余志峰, 毛振才. 电感耦合等离子体发射光谱法测定富镁、铁橄榄岩类矿石中铜镍铁和氧化镁[J]. 岩矿测试, 2011, 30(2): 195-199.
- [12] 赵庆令, 李清彩, 蒲军, 武殿喜. 电感耦合等离子体发射光谱法同时测定土壤样品中砷硼铈碘铈硫钨铋锆等31种元素[J]. 岩矿测试, 2010, 29(4): 455-457.
- [13] 王龙山, 郝辉, 王光照, 胡建平. 偏硼酸锂-超声提取-电感耦合等离子体发射光谱法测定岩石水系沉积物土壤样品中硅铝铁等10种元素[J]. 岩矿测试, 2008, 27(4): 287-290.

## Determination of Exchangeable Cations of Ca, Mg, K and Na in Bentonite by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry

DUAN Jiu-cun, HE Zhen-yun, LI Rui-xian, JU Li-pei, ZHANG Wang-qiang\*, MAO Zhen-cai

(Lanzhou Testing and Quality Supervision Center for Geological and Mineral Products,  
Ministry of Land and Resources, Lanzhou 730050, China)

**Abstract:** Bentonite exchangeable cations and cation exchange capacity is one of the main indicators of the evaluation of bentonite mineral. The traditional measurement method of bentonite exchangeable cations was made by using either atomic absorption spectrometry or the volumetric method and involved complicated operating procedures and took a long time. In this paper, a description of how the exchangeable cations of Ca, Mg, K and Na were extracted by  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -ethanol exchange liquid is given. The obtained solution was evaporated to wet salt and dissolved by 5% (by volume) of HCl acid solution, which was ready to be determined by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry (ICP-AES) for exchangeable cations of Ca, Mg, K and Na. The optimal conditions for the exchange were achieved by adding 25 mL exchange liquid, stirring for 30 min and washing the precipitate twice, then studied by orthogonal experiment. The analysis spectral lines of 315.887 nm, 279.079 nm, 766.490 nm and 589.592 nm were selected for Ca, Mg, K and Na, respectively. Based on the working curves, K and Na have a good linear relationship from 0 to 0.6 mmol/L, Ca and Mg from 0 to 3.0 mmol/L. The method detection limit was 0.012 – 0.048 mmol/100 g. Verified with national standard materials, the measured values and the certified values were in good agreement. Precision (RSD,  $n = 11$ ) ranged from 0.5% to 2.5%, and accuracies (RE) ranged from -6.1% to 10%. The recoveries with spike were from 97.0% to 100.0%. The proposed method overcame the disadvantages of the traditional analysis, as mentioned above. This simple and fast sample handling method before measurement with good reproducibility is applicable to the analysis of bulk samples.

**Key words:** bentonite; exchangeable cation; calcium; magnesium; potassium; sodium; Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry