

王力强, 王家松, 徐铁民, 等. 敞口酸溶 – 电感耦合等离子体发射光谱法测定海泡石中的氧化铝等主量成分[J]. 岩矿测试, 2020, 39(3): 391 – 397.

WANG Li – qiang, WANG Jia – song, XU Tie – min, et al. Determination of Major Elements in Sepiolite by Inductively Coupled Plasma – Optical Emission Spectrometry with Opening Acid Dissolution[J]. Rock and Mineral Analysis, 2020, 39(3): 391 – 397.

【DOI: 10.15898/j.cnki.11 – 2131/td.201906030079】

# 敞口酸溶 – 电感耦合等离子体发射光谱法测定海泡石中的氧化铝等主量成分

王力强<sup>1,2</sup>, 王家松<sup>1,2\*</sup>, 徐铁民<sup>1,2</sup>, 吴良英<sup>1,2</sup>, 曾江萍<sup>1,2,3</sup>, 郑智慷<sup>1,2</sup>, 魏双<sup>1,2</sup>

(1. 中国地质调查局天津地质调查中心, 天津 300170;  
2. 华北地质科技创新中心, 天津 300170;  
3. 中国地质调查局泥质海岸带地质环境重点实验室, 天津 300170)

**摘要:** 海泡石是一种应用广泛的纤维状富镁硅酸盐黏土矿物, 主要成分为硅和镁, 伴有铝钾钠等杂质, 测定海泡石主量成分含量对于矿物性能的综合评价具有重要意义。海泡石主量元素分析通常采用经典化学法, 样品碱熔处理后使用容量法、光度法、原子吸收光谱法测定, 操作繁琐, 耗时长, 且无法同时测定钾钠。本文建立了一种氢氟酸 – 硝酸 – 高氯酸敞口酸溶样品, ICP – OES 测定海泡石中氧化铝等主量成分的方法。对氢氟酸的用量进行了优化, 选择 Al 396.153nm、Ti 334.940nm、K 766.490nm、Na 589.592nm、Ca 422.673nm、Mg 285.213nm、Fe 238.204nm 作为分析谱线, 采用轴向观测方式进行测量。由于海泡石中的镁含量较高, 用 ICP – OES 测定时存在基体效应, 通过配制系列高镁混合标准溶液以匹配基体。ICP – OES 法同时测定铝钛钾钠钙镁铁各元素标准曲线线性相关系数均大于 0.9990, 方法检出限为 0.53 ~ 3.25 μg/g, 测定结果的相对标准偏差 (RSD, n = 10) 为 0.66% ~ 5.65%, 各元素回收率为 95.3% ~ 108.5%。本方法采用的酸溶前处理方式较碱熔操作更加简单, 测定结果与经典化学方法所得结果吻合较好, 能够满足海泡石样品的分析需求。

**关键词:** 海泡石; 氢氟酸 – 硝酸 – 高氯酸敞口酸溶; 铝; 主量元素; 电感耦合等离子体发射光谱法

**要点:**

- (1) 采用敞口酸溶方式, ICP – OES 法测定海泡石中的 7 种主量成分。
- (2) 优化了氢氟酸用量。
- (3) 配制系列高镁混合标准溶液以匹配基体, 降低干扰。

中图分类号: O657.63      文献标识码: A

海泡石是一种天然多孔纤维状富镁含水硅酸盐斜方晶系黏土矿物, 按其形态, 分为由大束纤维状晶体聚集而成的 α – 海泡石和由细短的纤维状晶体聚集而成的 β – 海泡石。海泡石的孔道结构由块和沿纤维晶轴方向延伸的孔道交替形成, 且每一个块都

由两个四面体 SiO<sub>2</sub> 薄片包裹着一个八面体 MgO 中心薄片构成。海泡石因其特殊的孔道结构而具有较高的比表面积, 外比表面积为 350m<sup>2</sup>/g, 内比表面积为 500m<sup>2</sup>/g, 故拥有良好的吸附性、流变性和催化性<sup>[1-2]</sup>, 被广泛应用于化工、建筑、环保、制药等行

收稿日期: 2019 – 06 – 03; 修回日期: 2019 – 08 – 20; 接受日期: 2019 – 10 – 21  
基金项目: 中国地质调查局地质调查项目“标准化与标准制修订 (2019—2021)” (DD20190472)  
作者简介: 王力强, 工程师, 主要从事地质样品分析。E – mail: 1046360046@qq.com。  
通讯作者: 王家松, 硕士, 高级工程师, 主要从事地质样品分析。E – mail: 372516720@qq.com。

业<sup>[3-6]</sup>。海泡石的理论化学式为  $\text{Mg}_8\text{Si}_{12}\text{O}_{30}(\text{OH})_4(\text{OH}_2)_4 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ,其主要成分为二氧化硅和氧化镁,氧化镁含量一般在 20% 左右,此外常伴有类质同象混入物铜、铁、铝和少量的钙、锰、钾、钠等杂质。对海泡石中铝钛钾钠钙镁铁锰等主量元素进行分析,对于综合评价海泡石的吸附性、流变性和催化性具有重要意义。

海泡石分析多采用 GB/T 14506—2010 中的硅酸盐分析方法:光度法测定  $\text{TiO}_2$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ,原子吸收光度法测定  $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ ,容量法测定  $\text{CaO}$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$ ,电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定微量与稀土元素,X 射线荧光光谱法(XRF)测定主次量元素。经典化学分析方法无法进行多元素同时测定,耗时长且操作复杂,效率低。ICP-MS 主要应用于测定痕量元素和低含量主量元素<sup>[7-9]</sup>,对高含量的主量元素测定结果不理想。XRF 可进行主次量元素的同时测定<sup>[10]</sup>,但制样技术有较大难度,不易操作。电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)的样品处理过程相对简单,其精密度、检出限、线性范围等技术指标较好<sup>[11-13]</sup>,已被广泛应用于多个行业多种样品的元素分析<sup>[14-16]</sup>。但目前还没有建立 ICP-OES 分析海泡石主量元素的国家标准方法。

在 ICP-OES 方法中,样品前处理方式主要有碱熔和酸溶,碱熔方式操作繁琐且无法测定钾、钠元素。本文尝试使用氢氟酸-硝酸-高氯酸敞口溶样方式处理样品,配制系列高镁标准溶液以匹配基体干扰,采用 ICP-OES 法测定海泡石中的 7 种主量元素,探讨了实验流程和仪器条件的优化选择。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

Optima 8300 全谱直读电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES,美国 PerkinElmer 公司),SCD 检测器,宝石喷嘴十字交叉雾化器,Winlab32 操作软件。

ICP-OES 仪器工作条件:RF 发生器功率 1.3kW,冷却气(Ar)流量 12L/min,雾化气(Ar)流量 0.7L/min,辅助气(Ar)流量 0.2L/min,进样速度 1.0L/min,进样时间 30s。

1.2 标准溶液和主要试剂

铝、钛、钾、钠、钙、镁、铁单元素标准储备液:浓度 1000μg/mL,购自中国计量科学研究院。

硝酸、氢氟酸、高氯酸:均为优级纯,购自国药集团化学试剂有限公司。

去离子水,电阻率≥18MΩ·cm。

高纯氩气,质量分数大于 99.99%。

1.3 样品前处理

海泡石样品采于湖南省海泡石矿,经过碎样工序制成粒度≤74μm 的样品。海泡石样品于 105℃ 烘干后,称取 0.2g(精确到 0.0001g)样品于 50mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入少量水润湿,先后加入 5mL 氢氟酸、5mL 硝酸、2mL 高氯酸,置于电热板上升温至 150℃ 加热溶解,待试样完全溶解后升温至 200℃ 继续加热至高氯酸白烟冒尽,加入 5mL 50% 硝酸,加热待盐类溶解后取下,用去离子水转移至 100mL 容量瓶中,定容摇匀后待测,随同样品做空白试验。

1.4 标准曲线

海泡石样品中的镁含量较高,使用各单元素标准储备液逐级稀释,配制镁含量较高的系列混合标准溶液,可有效降低干扰,加入一定量的硝酸,保持标准溶液系列的酸度和试样基本一致。标准系列各元素浓度(以氧化物计)见表 1。

表 1 系列混合标准溶液中元素的浓度  
Table 1 Concentrations of elements in mixed standard solution series

标准溶液 编号	各元素浓度(μg/mL)						
	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	TiO <sub>2</sub>	K <sub>2</sub> O	Na <sub>2</sub> O	CaO	MgO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
标准 1	10	0.5	1	0.5	5	20	5
标准 2	20	1	2	1	10	40	10
标准 3	50	2.5	5	2.5	20	100	20
标准 4	100	5	10	5	50	200	50
标准 5	200	10	20	10	100	400	100

2 结果与讨论

2.1 溶样方式的选择

海泡石样品亦可采取碱熔方式<sup>[17-18]</sup>进行处理,ICP-OES测定元素的含量。碱熔方法过程繁琐,无法测定样品中的钾钠含量,大量盐的引入使样品溶液中盐度和黏度较高,影响雾化效率且会缩短矩管的使用寿命。

张楠等<sup>[19]</sup>报道了利用微波消解在氢氟酸-硝酸溶样体系下溶解海泡石样品取得了较好的效果,说明氢氟酸-硝酸可有效溶解海泡石样品。本文采用氢氟酸-硝酸-高氯酸敞口溶样方式。海泡石中 SiO<sub>2</sub> 的含量大于 50%,氢氟酸的加入是为了去除其中的 SiO<sub>2</sub>,氢氟酸与 SiO<sub>2</sub> 在加热溶解过程中反应生成 SiF<sub>4</sub> 逸出,破坏了样品的晶格结构,有利于其他盐类的溶出同时降低了溶液的盐度;硝酸黏度小,对待

测元素的谱线强度影响较小<sup>[20]</sup>,可有效溶解样品中的盐类;高氯酸是一种高沸点酸,不仅能够提高溶样体系的温度,促使样品溶解完全,而且起到赶走残余氢氟酸避免腐蚀 ICP-OES 进样系统和矩管的作用。所得样品溶液澄清,溶解完全,相较碱熔方式操作更加简单。

2.2 氢氟酸的用量

姜云军等<sup>[21]</sup>报道了以四酸敞口溶样方式测定土壤中的硫和钾钠钙镁等元素,提出四酸敞口溶样效果明显优于王水溶解方式,说明氢氟酸参与溶解可使样品消解更加完全。氢氟酸的加入量对样品的溶解效果影响明显,加入量过少会使 SiO<sub>2</sub> 不能除尽,无法完全溶解样品,导致测定结果偏低;加入量过大会使溶样时间变长且造成试剂的浪费。在进行样品前处理时分别加入 2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0 mL 氢氟酸,对比测试结果可知氢氟酸加入量为 4mL 时测定结果趋于稳定(表 2)。为确保样品溶解完全,选择氢氟酸用量为略过量的 5.0mL。

表 2 不同氢氟酸用量下各组分的测定结果(氧化物)

Table 2 Analytical results of components under different HF dosages

组分	不同氢氟酸用量各组分的测定值(%)					
	2.0mL	3.0mL	4.0mL	5.0mL	6.0mL	7.0mL
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	3.76	4.15	4.55	4.57	4.58	4.54
TiO <sub>2</sub>	0.13	0.16	0.18	0.18	0.18	0.18
K <sub>2</sub> O	0.19	0.22	0.27	0.27	0.28	0.27
Na <sub>2</sub> O	0.06	0.09	0.10	0.11	0.10	0.11
CaO	2.05	2.29	2.50	2.51	2.48	2.53
MgO	14.73	17.56	18.09	18.06	18.04	18.08
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.18	1.35	1.48	1.45	1.43	1.47

2.3 ICP-OES 分析中观测方式和分析谱线的选择

ICP-OES 常用观测方式有径向和轴向,径向观测方式基体干扰小但灵敏度低,轴向观测方式灵敏度高但受基体干扰明显<sup>[22]</sup>。曹磊等<sup>[23]</sup>讨论了基体干扰对 ICP-OES 分析土壤中主、次量元素的影响,提出基体干扰对高含量元素测试结果影响较大。本文采用的氢氟酸-硝酸-高氯酸敞口溶样方式除去了 SiO<sub>2</sub>,样品溶液基体相对简单,以系列高镁混合标准溶液匹配基体,采用高灵敏的轴向观测方式。

分析谱线的选择直接关系到测定元素受共存元素激发引起的光谱干扰程度。在背景校正模式下测定,结合海泡石样品中的元素含量,综合考虑各分析谱线的信号强度、背景干扰、线性范围、检出限、共存

元素干扰等,优选出高信噪比、背景简单、灵敏度高的谱线作为本方法的分析谱线。

海泡石的主要成分为 SiO<sub>2</sub> 和 MgO。SiO<sub>2</sub> 在样品消解过程中已经去除。Mg 279.553nm 和 Mg 280.271nm 谱线信号强度大、信噪比高,因样品 Mg 含量较高在测定过程中易产生强度信号溢出的问题,Mg 279.077nm 谱线信噪比低、受干扰明显,选取 Mg 285.213nm 作为本方法分析谱线,光谱图未见有明显干扰。Ti 含量较低,选取信号强度大、信噪比高、受干扰小的 Ti 334.940nm,Ti 334.940 波峰左侧为 Ti 334.903 波峰,对测定结果无影响。Fe 谱线较多,但多数谱线受干扰严重,选取中等信号强度、受干扰小的 Fe 238.204nm 作为分析谱线。其他元素经多次扫描比对选择 Al 396.153nm、K 766.490nm、Na 589.592nm、Ca 422.673nm 作为分析谱线。

2.4 分析方法评价

2.4.1 方法检出限和准确度

相同测试条件下连续测定样品空白溶液 11 次,以 3 倍标准偏差计算出方法检出限为 0.53~3.25 μg/g(表 3),因实验中使用高纯试剂以及高纯水空白控制较好,检出限水平低。王小强<sup>[24]</sup>报道了采用盐酸-硝酸-氢氟酸-高氯酸溶样,盐酸提取,ICP-OES 法测定长石中的主量元素,方法检出限为 0.53~3.25μg/g,本方法检出限与前人实验结果基本一致。海泡石中各主量元素氧化物含量基本都大于 0.1%,本方法完全满足测定检出限要求。

称取海泡石样品按上述溶样方法处理,加入一定量的标准溶液进行加标回收试验,加标回收率在 95.3%~108.5% 之间(表 3)。郭中宝等<sup>[25]</sup>应用 ICP-OES 法测定硼硅酸盐玻璃中的硼钙镁铝铁等常见元素,加标回收率在 96.0%~105.6% 之间,略优于本方法回收率,但基本处于同一水平,说明本方法具有良好的准确度,满足样品分析要求。

表 3 方法检出限和准确度

Table 3 Detection limit and accuracy tests of the method

组分	样品含量 (%)	加标量 (%)	测得总量 (%)	回收率 (%)	检出限 (μg/g)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.57	5	9.45	98.8	0.53
TiO <sub>2</sub>	0.18	0.2	0.39	103.4	1.43
K <sub>2</sub> O	0.27	0.2	0.45	95.3	3.25
Na <sub>2</sub> O	0.11	0.1	0.23	108.5	1.18
CaO	2.51	2.5	4.89	97.5	1.69
MgO	18.06	10	28.45	101.4	2.46
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.45	1.5	3.02	102.3	1.36

2.4.2 方法精密度

称取 10 份海泡石样品按照上述实验方法测定  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  各 10 次, 计算各元素测定结果的相对标准偏差 (RSD) 为 0.66% ~ 5.65% (表 4)。王小强<sup>[24]</sup> 采用 ICP-OES 法测定长石中的主量元素, RSD 在 0.55% ~ 7.2%, 郭中宝等<sup>[25]</sup> 采用 ICP-OES 法测定硼硅酸盐玻璃中的硼钙镁铝铁等常见元素, RSD 在 0.7% ~ 2.0%。本方法的 RSD 略差于郭中宝等<sup>[25]</sup> 的实验结果, 是因为海泡石样品较硼硅酸盐玻璃样品待测溶液中的主量元素含量更高, 且有高镁的特点, 基体影响大, 故可能产生精密度不及的问题; 而与王小强<sup>[24]</sup> 基本处于同一水平, 精密度较好, 满足分析要求。

表4 方法精密度

Table 4 Precision tests of the method

组分	分次测定值 (%)					平均值 (%)	RSD (%)
$\text{Al}_2\text{O}_3$	4.62	4.52	4.59	4.60	4.57	4.57	0.94
	4.60	4.56	4.59	4.52	4.49		
$\text{TiO}_2$	0.17	0.18	0.18	0.18	0.18	0.18	2.73
	0.17	0.18	0.18	0.18	0.17		
$\text{K}_2\text{O}$	0.27	0.27	0.27	0.27	0.28	0.27	1.55
	0.28	0.27	0.27	0.27	0.27		
$\text{Na}_2\text{O}$	0.10	0.11	0.11	0.12	0.11	0.11	5.65
	0.11	0.12	0.11	0.11	0.12		
$\text{CaO}$	2.51	2.56	2.45	2.47	2.49	2.51	2.88
	2.65	2.42	2.61	2.51	2.47		
$\text{MgO}$	17.98	18.21	18.05	17.96	17.93	18.06	0.66
	18.13	17.85	18.13	18.19	18.14		
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	1.45	1.46	1.45	1.45	1.42	1.45	1.65
	1.43	1.46	1.45	1.44	1.51		

2.5 本方法与化学分析法的对比

采用经典化学分析方法对海泡石样品中的  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  进行测定 (表 5), 测定结果  $\text{TiO}_2$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  与本文方法结果几无差异,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MgO}$  有微小差异但亦满足分析测试的需求。

3 结论

本研究建立了一种氢氟酸-硝酸-高氯酸敞口溶解海泡石, 以硝酸为溶液介质, ICP-OES 同时测定样品中  $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{TiO}_2$ 、 $\text{K}_2\text{O}$ 、 $\text{Na}_2\text{O}$ 、 $\text{CaO}$ 、 $\text{MgO}$ 、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$

表5 分析结果对比

Table 5 Comparison of different methods

组分	对比方法	测定值 (%)	本文方法 测定值(%)
$\text{Al}_2\text{O}_3$	容量法	4.65	4.57
$\text{TiO}_2$	分光光度法	0.18	0.18
$\text{K}_2\text{O}$	原子吸收光度法	0.27	0.27
$\text{Na}_2\text{O}$	原子吸收光度法	0.12	0.11
$\text{CaO}$	容量法	2.49	2.51
$\text{MgO}$	容量法	18.15	18.06
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	分光光度法	1.48	1.45

的方法。相较碱熔方式, 敞口酸溶体系作为前处理方式更加简便且不引入钾、钠。讨论了氢氟酸用量对溶样结果的影响, 选择氢氟酸用量为 5.0mL。基于信号强度、谱线干扰等多方面因素选择适合的谱线和观测方式。针对海泡石镁含量高在 ICP-OES 测试过程中产生一定基体效应, 实验中呈比例配制系列高镁标准溶液以匹配基体, 降低干扰。

本方法测定结果与经典化学方法相吻合, 精密度与准确度均较好, 检出限水平理想, 能够满足海泡石样品成分的分析需求。相较经典化学方法, 可完成对目标元素的同时测定, 效率更高。

4 参考文献

[1] 张巍. 海泡石吸附混合污染物和 气态污染物的研究进展[J]. 中国矿业, 2019, 28(2): 126-132.  
Zhang W. Research progress on sepiolite adsorption of mixed pollutants and gaseous pollutants [J]. China Mining Magazine, 2019, 28(2): 126-132.

[2] 王长远, 王功勋, 陶涛, 等. 海泡石功能化绿色建材研究进展与应用现状[J]. 硅酸盐通报, 2017, 36(10): 3285-3291.  
Wang C Y, Wang G X, Tao T, et al. Research progress and application status of sepiolite functional green building materials [J]. Bulletin of the Chinese Ceramic Society, 2017, 36(10): 3285-3291.

[3] Shao M L, Ding L Z, Jing L Z, et al. Preparation of Ag@AgCl-doped TiO<sub>2</sub>/sepiolite and its photocatalytic mechanism under visible light [J]. Journal of Environmental Sciences, 2017, 60: 43-52.

[4] Zhang A, Mu B, Li H, et al. Cobalt blue hybrid pigment doped with magnesium derived from sepiolite [J]. Applied Clay Science, 2018, 157(1): 111-120.

[5] 方至萍, 廖敏, 张楠, 等. 施用海泡石对铅、镉在土壤-水稻系统中迁移与再分配的影响[J]. 环境科学, 2017, 38(7): 3028-3035.

- Fang Z P, Liao M, Zhang N, et al. Effect of sepiolite application on the migration and redistribution of Pb and Cd in soil rice system in soil with Pb and Cd combined contamination[J]. Environmental Science, 2017, 38(7): 3028–3035.
- [6] 谭建杰,程琪林,吴婷,等.海泡石提纯改性及在内墙涂覆材料中的应用研究[J].非金属矿,2017,40(3): 89–92.
- Tan J J, Cheng Q L, Wu T, et al. Study on purification and modification of sepiolite and its application in interior wall coating materials[J]. Non-Metallic Mines, 2017, 40(3): 89–92.
- [7] 刘立平,董学林,何海洋,等.高氯酸-氟化氢铵-硝酸密闭消解电感耦合等离子体质谱法测定页岩中稀土元素[J].冶金分析,2018,38(12):13–18.
- Liu L P, Dong X L, He H Y, et al. Determination of rare earth elements in shale by inductively coupled plasmamass spectrometry with perchloric acid-ammonium bifluoride-nitric acid closed digestion[J]. Metallurgical Analysis, 2018, 38(12): 13–18.
- [8] 成学海,夏传波,郑建业,等.封闭压力酸溶-电感耦合等离子体质谱法同时测定电气石中29种元素[J].岩矿测试,2017,36(3):231–238.
- Cheng X H, Xia C B, Zheng J Y, et al. Simultaneous determination of 29 trace elements in tourmaline by inductively coupled plasma-mass spectrometry with sealed press acid decomposition[J]. Rock and Mineral Analysis, 2017, 36(3): 231–238.
- [9] 刘宇,魏双.高压消解-电感耦合等离子体质谱法测定钽铌矿石中钽铌含量[J].地质调查与研究,2018, 41(3):74–76.
- Liu Y, Wei S. Determination of niobium and tantalum content in Nb-Ta ore by high pressure digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Geological Survey and Research, 2018, 41(3): 74–76.
- [10] 周存款,潘炜燕,乔小芳,等.熔融制样-X射线荧光光谱法测定硅酸盐样品中主量元素[J].矿产与地质, 2017, 31(5):1004–1008.
- Zhou C K, Pan W Y, Qiao X F, et al. Determination of major elements in silicate by X-ray fluorescence spectrometry with fusion sample preparation[J]. Mineral Resources and Geology, 2017, 31(5): 1004–1008.
- [11] 阮桂色.电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)技术的应用进展[J].中国无机分析化学,2011, 1(4):15–18.
- Ruan G S. Development and application of inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2011, 1(4): 15–18.
- [12] 孙爽.电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)技术的应用进展[J].世界有色金属,2017(23): 233–235.
- Sun S. Progress in application of inductively coupled plasma atomic emission spectroscopy[J]. World Nonferrous Metals, 2017(23): 233–235.
- [13] Aydin I, Temel Z, Gunduz B, et al. Comparative determination of phosphorus fractions in coastal surface sediment (NE Mediterranean Sea) by ICP-OES and UV/Vis spectrometry[J]. Atomic Spectroscopy, 2018, 39(5): 193–197.
- [14] 王树英,左文家,郭雅尘,等.电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定石灰石中5种氧化物含量[J].中国无机分析化学,2019,9(3):17–22.
- Wang S Y, Zuo W J, Guo Y C, et al. Determination of five oxides in limestone by inductively coupled plasma optical emission spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(3): 17–22.
- [15] 李存根,关漫漫,郑建道,等.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铝镁环中硅锰铁钛铜磷[J].冶金分析,2016,36(3):59–63.
- Li C G, Guan M M, Zheng J D, et al. Determination of silicon, manganese, iron, titanium, copper and phosphorus in aluminum-magnesium ring by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Metallurgical Analysis, 2016, 36(3): 59–63.
- [16] Khaleel A I, Raoof A, Tuzen M. Solid phase extraction containing multi-walled carbon nanotubes and eggshell membrane as adsorbent for ICP-OES determination of Pb(II) and Cd(II) in various water and orange fruit (peel and pulp) samples[J]. Atomic Spectroscopy, 2018, 39(6): 235–241.
- [17] 胡璇,石磊,张炜华.碱熔融-电感耦合等离子体发射光谱法测定高硫铝土矿中的硫[J].岩矿测试, 2017, 36(2):124–129.
- Hu X, Shi L, Zhang W H. Determination of sulfur in high-sulfur bauxite by alkali fusion-inductively coupled plasma-optical emission spectrometry[J]. Rock and Mineral Analysis, 2017, 36(2): 124–129.
- [18] 谢健梅,王振新,陈育人,等.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定萤石中硅铝铁钾镁钛[J].冶金分析, 2017, 37(2):30–35.
- Xie J M, Wang Z X, Chen Y R, et al. Determination of silicon, aluminum, iron, potassium, magnesium and titanium in fluor spar by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Metallurgical Analysis, 2017, 37(2): 30–35.

- [19] 张楠,徐铁民,吴良英,等.微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定海泡石中的稀土元素[J].岩矿测试,2018,37(6):47-52.  
Zhang N,Xu T M,Wu L Y,et al. Determination of rare earth elements in sepiolite by ICP-MS using microwave digestion[J]. Rock and Mineral Analysis,2018,37(6):47-52.
- [20] 聂西度,谢华林.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定金属镁中的杂质元素[J].冶金分析,2012,32(7):79-82.  
Nie X D,Xie H L. Determination of the impurity elements in magnesium by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Metallurgical Analysis,2012,32(7):79-82.
- [21] 姜云军,李星,姜海伦,等.四酸敞口溶解-电感耦合等离子体发射光谱法测定土壤中的硫[J].岩矿测试,2018,37(2):152-158.  
Jiang Y J,Li X,Jiang H L,et al. Determination of sulfur in soil by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry with four acids open dissolution[J]. Rock and Mineral Analysis,2018,37(2):152-158.
- [22] 龙光花,梅毅,杨加强,等.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定湿法磷酸中8种元素[J].冶金分析,2017,37(6):55-60.  
Long G H,Mei Y,Yang J Q,et al. Determination of eight elements in wet-process phosphoric acid by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [J]. Metallurgical Analysis,2017,37(6):55-60.
- [23] 曹磊,陈微微,高孝礼,等.基体干扰对 ICP-AES 分析土壤样品中主、微量元素的影响研究[J].光谱学与光谱分析,2016,36(7):2260-2265.  
Cao L,Chen W W,Gao X L,et al. Research on the matrix interference on major and minor elements in soil samples with ICP-AES[J]. Spectroscopy and Spectral Analysis,2016,36(7):2260-2265.
- [24] 王小强.电感耦合等离子体发射光谱法同时测定长石矿物中钾钠钙镁铝钛铁[J].岩矿测试,2012,31(3):442-445.  
Wang X Q. Simultaneous quantification of K, Na, Ca, Mg, Al, Ti and Fe in feldspar samples by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry[J]. Rock and Mineral Analysis,2012,31(3):442-445.
- [25] 郭中宝,张艳妮,代铮,等.电感耦合等离子体发射光谱法测定硼硅酸盐玻璃中的硼等常见元素[J].岩矿测试,2015,34(1):55-59.  
Guo Z B,Zhang Y N,Dai Z,et al. Determination of boron and other common elements in borosilicate glass by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry [J]. Rock and Mineral Analysis,2015,34(1):55-59.

## Determination of Major Elements in Sepiolite by Inductively Coupled Plasma-Optical Emission Spectrometry with Opening Acid Dissolution

WANG Li-qiang<sup>1,2</sup>, WANG Jia-song<sup>1,2\*</sup>, XU Tie-min<sup>1,2</sup>, WU Liang-ying<sup>1,2</sup>,  
ZENG Jiang-ping<sup>1,2,3</sup>, ZHENG Zhi-kang<sup>1,2</sup>, WEI Shuang<sup>1,2</sup>

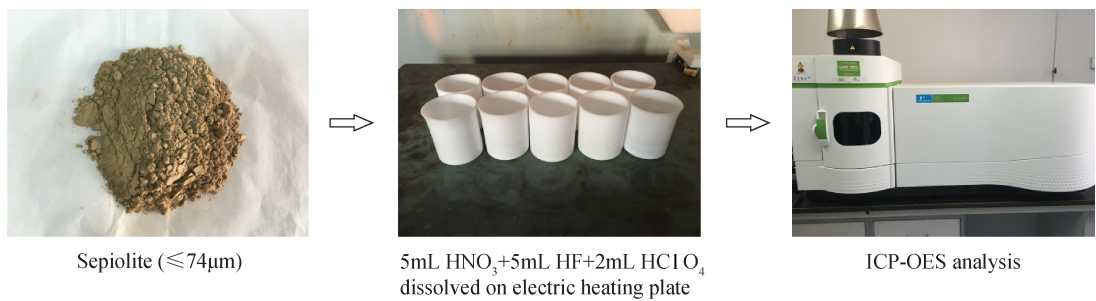
(1. Tianjin Center of Geological Survey, China Geological Survey, Tianjin 300170, China;

2. North China Center for Geoscience Innovation, Tianjin 300170, China;

3. Key Laboratory of Geological Environment of Muddy Coastal Zone, China Geological Survey, Tianjin 300170, China)

### HIGHLIGHTS

- (1) The contents of seven major elements in sepiolite were determined by inductively coupled plasma-optical emission spectrometry with acid digestion.
- (2) The dosage of hydrofluoric acid was optimized.
- (3) A series of high-magnesium mixed standard solutions were prepared to match the matrix and reduce interference.



ABSTRACT

**BACKGROUND:** Sepiolite is a widely used fibrous magnesium – rich silicate clay mineral. Sepiolite is mainly composed of silicon and magnesium, with minor aluminum, potassium, sodium and other impurities. Determination of the major element of sepiolite usually adopts the classical chemical analytical method. After the alkali melting treatment, the sample is determined by volumetric method, photometry and atomic absorption spectrometry, which is inefficient and time – consuming. Moreover, potassium and sodium cannot be simultaneously determined.

**OBJECTIVES:** To find an efficient method for the determination of seven major elements in sepiolite.

**METHODS:** The samples were digested by hydrofluoric acid, nitric acid, and perchloric acid. Contents of major elements such as  $\text{Al}_2\text{O}_3$  were determined by inductively coupled plasma – optical emission spectrometry (ICP – OES). The dosage of hydrofluoric acid was optimized. The analytical spectral lines were Al 396.153nm, Ti 334.940nm, K 766.490nm, Na 589.592nm, Ca 422.673nm, Mg 285.213nm and Fe 238.204nm, and elements were determined by axial observation. The content of magnesium in sepiolite was high, and there was a certain matrix effect during ICP – OES analysis. A series of high magnesium mixed standard solutions were prepared to match the matrix.

**RESULTS:** The linear correlation coefficient of the standard curve of each element was greater than 0.9990, the detection limits of the method were 0.53 – 3.25 $\mu\text{g/g}$ , the relative standard deviations (RSD,  $n = 10$ ) of the measured results were 0.66% – 5.65%, and the recoveries of each element were 95.3% – 108.5%.

**CONCLUSIONS:** Acid dissolution is easy to operate compared with the alkali fusion method. The results are consistent with those obtained by classical chemical analytical methods and thus meet the analytical requirements of sepiolite samples.

**KEY WORDS:** sepiolite; hydrofluoric acid – nitric acid – perchloric acid opening acid dissolution; aluminum; major elements; inductively coupled plasma – optical emission spectrometry