

# 粘土阳离子交换容量的测定

东南大学材料学院

# 主要内容

- 概述
- 基本原理
- 实验目的
- 试验设备
- 试验步骤
- 结果计算与评定
- 思考

# 概述

- 粘土是一种或多种呈疏松或胶状密实的含水铝硅酸盐矿物的混合物。
- 按主要粘土矿物的不同可分为三大类
  - 高岭石类
  - 蒙脱石类
  - 伊利石类
- 高岭石 ( $\text{Al}_2 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) : 最常见
  - 吸附能力小, 可塑性较差, 杂质少白度高、耐火度高, 是优质的陶瓷原料。

# 概述

- 蒙脱石 ( $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ,  $n > 2$ ) 遇水体积膨胀形成胶状物，**吸附力和阳离子交换能力很强**
  - 可做粘结剂、悬浮剂、触变剂、稳定剂、净化脱色剂、充填料、饲料、催化剂等
  - 广泛用于冶金、石油、铸造、食品、化工、环保及其他工业部门。
- 伊利石 ( $\text{K}_2\text{O} \cdot 3\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 6\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) : **良好制瓷原料**。
  - 可塑性低，层状晶胞间结合很牢固，遇水不易膨胀，结构中 $\text{K}^+$ 位于破裂面时，才成为可交换阳离子的一部分。

# 概述

高岭石：中同晶置换极少，只有破键是吸附交换阳离子的主要原因，故其交换容量最小

伊利石：层状晶胞间结合很牢固，遇水不易膨胀，晶格中同晶置换数量较少，结构中 $K^+$ 位于破裂面时，才成为可交换阳离子的一部分，故其交换量比蒙脱石小

蒙脱石：阳离子交换能力较强

# 实验原理

- 由于分散在水溶液中的粘土胶粒带有电荷，不仅可以吸附反电荷离子，而且可以在不破坏粘土本身结构的情况下，同溶液中的其它离子进行交换
- **交换容量**：粘土进行离子交换的能力，以“mmol/每100克干粘土”表示。随着矿物不同而异，测得离子交换容量，可作为鉴定粘土矿物组成的辅助方法
- 测定方法很多：EDTA-铵盐快速法、草酸铵-氯化铵法、钡粘土法等

# 实验原理

- 当环境条件相同时，**离子价数愈高，与粘土之间吸力愈强**，粘土对不同价阳离子的吸附能力次序为  $M^{3+} > M^{2+} > M^{+}$ （M为阳离子）
- $H^{+}$  由于离子半径小，电荷密度大，占据交换吸附序首位，在离子浓度相等的水溶液里，位于序列前面的离子能交换出序列后面的离子
- 根据**离子价效应和离子水化半径**，可将粘土的阳离子交换序排列如下：  
 $H^{+} > Al^{3+} > Ba^{2+} > Sr^{2+} > Ca^{2+} > Mg^{2+} > NH_4^{+} > K^{+} > Na^{+} > Li^{+}$

# 方法简述

## ➤ 采用钡粘土法。

- 一. 以 $\text{BaCl}_2$ 溶液冲洗粘土，使粘土变成钡-土。
- 二. 用已知浓度的稀 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 置换出被粘土吸附的 $\text{Ba}^{2+}$ ，生成 $\text{BaSO}_4$ 沉淀。
- 三. 用已知浓度 $\text{NaOH}$ 溶液滴定过剩的稀硫酸。
- 四. 用已知浓度 $\text{NaOH}$ 溶液滴定相同体积稀 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 中 $\text{SO}_4$ 含量
- 五. 以 $\text{NaOH}$ 消耗量计算粘土的交换容量。



## 常用层状结构硅酸盐矿物的离子交换能力

矿物	高岭石	蒙脱石	伊利石
阳离子交换量 mmol/100克	3~15	40~150	10~40



# 实验目的

- 测定粘土阳离子交换容量；
- 根据粘土阳离子交换容量，确定粘土的主要矿物成分；
- 掌握确定粘土主要矿物成分的基本方法。

# 试剂与仪器

1. 粘土矿试样
2.  $\text{BaCl}_2$ 溶液 (0.5mol/l)
3.  $\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液  
(0.025mol/l)
4.  $\text{NaOH}$ 溶液 (0.05mol/l)
5. 酚酞溶液
6. 离心试管
7. 离心分离机
8. 滴定管
9. 锥形瓶
10. 烧杯
11. 分析天平
12. 移液管



# 实验步骤

- **称样 (0.3~0.2克) 三份:** 分别置于已称重的3个干燥离心试管中, 称重 $g_1$
- **离心分离:**
  - **Ba<sup>2+</sup>交换:** 加5ml BaCl<sub>2</sub>溶液搅动约1min, 然后离心分离, 吸出上面澄清液。如此重复操作两次
  - **洗涤:** 加蒸馏水, 离心洗涤二次, 最后小心吸净上层清液, 步骤同上
  - **湿度校正:** 称量离心管与湿土样总重 $g_2$ , 算出湿度校正项L。
  - **中和Ba<sup>2+</sup>:** 在称量后之粘土矿物试样中准确加7ml (分两次加) H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>充分搅拌, 放置数分钟, 然后离心。

# 实验步骤

- **滴定 $\text{SO}_4^{2-}$ 剩余量：**离心后将上层酸液分别吸入三个干烧杯中，用移液管准确吸出5ml置于三个锥形瓶中，分别滴加酚酞指示剂三滴，用NaOH进行滴定，滴定至摇动30s红色不退为止。记下消耗NaOH溶液量 $V_2$ 。
- **滴定 $\text{SO}_4^{2-}$ 总量：**吸取5ml未经交换的 $\text{H}_2\text{SO}_4$ 溶液，用相同的NaOH溶液进行滴定，记下所消耗的NaOH溶液的量 $V_1$ 。
- 计算，取三次平均。

# 实验结果与处理

- 计算粘土的交换容量，判断属于哪类粘土。

$$W = \frac{7 \times N \times V_1 - (7 + L) \times N \times V_2}{5 \times m} \times 100$$

式中：W——粘土的交换容量 (mmol/100克)

N——NaOH浓度

$V_1$ ——滴定10ml 未经交换的 $H_2SO_4$ 所需的NaOH毫升数

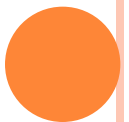
$V_2$ ——滴定10ml 交换后的 $H_2SO_4$ 所需的NaOH毫升数

m——土样重量 (克)

L——湿度校正项 ( $L = g_2 - g_1$ )

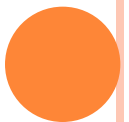
$g_1$ ——湿土加离心管重 (克)

$g_2$ ——干土加离心管重 (克)



# 实验结果与处理表

序号	干燥离心试管质量 (g)	干燥离心试管与干土总质量 (g)	粘土干质量 (g)	离子交换并洗涤后离心试管与粘土纵质量 (g)	湿度校正体积 (ml)	用NaOH滴定未交换的H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 所消耗的体积 (ml)	用NaOH滴定经交换的H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 所消耗的体积 (ml)	单次离子交换容量 (mmol/100g干粘土)	离子交换容量代表值 (mmol/100g干粘土)
1									
2									
3									



# 实验思考题

- 粘土产生阳离子交换的原因
  - 离子价，离子水化半径
- 湿度校正的原因
  - 土前后湿度
- 制成Ba-土后用水洗涤过多的 $\text{BaCl}_2$ ，试问冲洗次数是否受限制？
  - 洗涤过程的破坏
- $\text{H}^+$ 为阳离子交换序首位，为什么不直接用 $\text{H}_2\text{SO}_4$ ，制成H-土？
  - H交换能力太强，区分度