

ICS 73.080
Q 69



中华人民共和国国家标准

GB/T 20973—2007

膨 润 土

Bentonite

2007-06-22 发布

2008-01-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准自实施之日起,JC/T 592—1995《膨润土》和 JC/T 593—1995《膨润土试验方法》同时废止。

本标准的附录 A 为资料性附录,附录 B 为规范性附录。

本标准由中国建筑材料工业协会提出。

本标准由咸阳非金属矿研究设计院归口。

本标准负责起草单位:浙江华特实业集团有限公司。

本标准参加起草单位:浙江丰虹粘土化工有限公司、内蒙古宁城天宇化工有限公司、长兴仁恒精制膨润土有限公司、建平慧营化工有限公司、吉林四平刘房子爱思克膨润土有限公司、咸阳非金属矿研究设计院和中国非金属矿工业协会。

本标准主要起草人:王春伟、林鸿福、李树君、童筠、刘天会、陈耀东、覃东萍、袁蔚顺、官相德。

本标准为首次发布。

膨 润 土

1 范围

本标准规定了膨润土的术语和定义、分类、标记、要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于铸造、冶金球团和钻井泥浆用膨润土。

本标准不适用于经无机酸或有机物处理而使膨润土的结构和组分已发生本质改变的加工制成品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1966 多孔陶瓷显气孔率、容重试验方法

GB/T 1967 多孔陶瓷孔道直径试验方法

GB/T 2684 铸造用原砂及混合料试验方法

GB/T 5005 钻井材料规范

JB/T 9224 检定铸造粘结剂用标准砂

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

阳离子交换容量 cation exchange capacity

100 g 膨润土可交换的阳离子的物质的量(mmol)。

3.2

吸蓝量 methylene blue index

100 g 膨润土在水中饱和吸附无水亚甲基蓝的量(g)。

3.3

吸水率 water absorption

膨润土在 20℃ 和 0.1 MPa 下, 2 h 自然吸水的能力。

3.4

膨胀指数 swell index

2 g 膨润土在水中膨胀 24 h 后的体积。

4 分类、标记

4.1 膨润土按属性分类

膨润土按属性分为钠基膨润土和钙基膨润土, 依据阳离子交换量和交换性离子含量, 按下列计算进行划分。阳离子交换容量和交换性离子含量测定方法参见附录 A。

当 $\frac{\sum \text{Na}^+ + \sum \text{K}^+}{\sum \text{Ca}^{2+} + \sum \text{Mg}^{2+}} \geq 1$ 时, 为钠基膨润土, 以 NaB 表示;

当 $\frac{\sum Na^+ + \sum K^+}{\sum Ca^{2+} + \sum Mg^{2+}} < 1$ 时,为钙基膨润土,以 CaB 表示。

钠基膨润土分为天然钠基膨润土和人工钠化膨润土,分别以 NNaB 和 ANaB 表示。

4.2 膨润土按用途分类

膨润土按用途分为三类,铸造用膨润土,以 F 表示;冶金球团用膨润土,以 P 表示;钻井泥浆用膨润土,以 M 表示。

4.3 产品规格

铸造用膨润土分四个等级,分别是一级品、二级品、三级品和四级品,用 I、II、III 和 IV 表示。

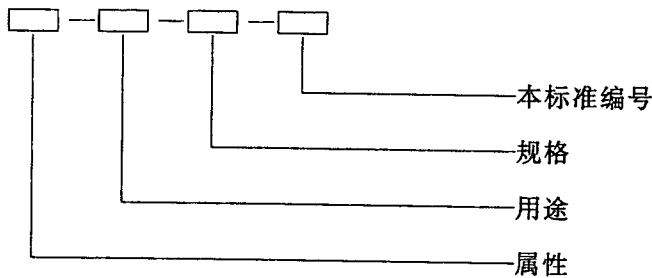
冶金球团用膨润土分钠基膨润土和钙基膨润土,各分三个等级,分别是一级品、二级品和三级品,用 I、II 和 III 表示。

钻井泥浆用膨润土分三个品种:钻井膨润土,未处理膨润土,OCMA 膨润土。

4.4 标记

4.4.1 铸造和冶金球团用膨润土的产品标记

铸造和冶金球团用膨润土的产品标记按属性、用途、规格和标准编号顺序编写。



示例如下:

铸造用人工钠化膨润土一级品,其标记为:ANaB-F-I-GB/T 20973

冶金球团用钙基膨润土二级品,其标记为:CaB-P-II-GB/T 20973

4.4.2 钻井泥浆用膨润土的产品标记

钻井泥浆用膨润土的产品标记按品种和标准编号顺序编写。

示例如下:

钻井泥浆用未处理膨润土,其标记为:未处理膨润土-GB/T 20973

5 要求

5.1 铸造用膨润土的质量指标应符合表 1 规定。

5.2 冶金球团用膨润土的质量指标应符合表 2 规定。

5.3 钻井泥浆用膨润土质量指标应符合表 3 规定。

表 1 铸造用膨润土的质量指标

项 目	一级品	二级品	三级品	四级品
湿压强度/kPa \geq	100	70	50	30
热湿拉强度/kPa \geq	2.5	2.0	1.5	0.5
吸蓝量/(g/100 g) \geq	32	28	25	22
过筛率(75 μ m, 干筛), 质量分数/% \geq	85			
水分(105 $^{\circ}$ C), 质量分数/%	9~13			
注: 铸造用钙基膨润土热湿拉强度不作要求。				

表 2 冶金球团用膨润土的质量指标

项 目	钠基膨润土			钙基膨润土		
	一级品	二级品	三级品	一级品	二级品	三级品
吸水率(2h)/% \geq	400	300	200	200	160	120
吸蓝量/(g/100 g) \geq	30	26	22	30	26	22
膨胀指数/(mL/2 g) \geq	15			5		
过筛率(75 μ m, 干筛), 质量分数/% \geq	98	95	95	98	95	95
水分(105℃), 质量分数/%	9~13			9~13		

表 3 钻井泥浆用膨润土质量指标

项 目	钻井膨润土	未处理膨润土	OCMA 膨润土
粘度计 600 r/min 读数 \geq	30		30
屈服值/塑性粘度 \leq	3	1.5	6
滤失量/cm ³ \leq	15.0		16.0
75 μ m 筛余, 质量分数/% \leq	4.0		2.5
分散后的塑性粘度/(mPa·S) \geq		10	
分散后的滤失量/cm ³ \leq		12.5	
水分(105℃), 质量分数/% \leq			13.0

6 试验方法

6.1 湿压强度

6.1.1 仪器设备

6.1.1.1 天平: 精度 0.1 g;

6.1.1.2 混砂机: SHN 碾轮式混砂机。

6.1.2 强度试验混合料的配制

分别称取已在 105℃ 烘干 2 h 的膨润土试样 100.0 g \pm 0.1 g 和符合 JB/T 9224 要求的标准砂 2 000.0 g \pm 0.1 g, 放入混砂机内, 干混 2 min, 然后加 40 mL \pm 0.1 mL 水再混碾 8 min。按 GB/T 2684 测定紧实率, 若紧实率小于 43% 时, 可在混砂机内加少量水(补加水量按每 mL 水达到 1.5% 紧实率估计), 再混碾 2 min, 检查紧实率; 若紧实率大于 47% 时, 将混合料过筛 1~2 次, 再检查紧实率, 重复上述操作直至紧实率在 43%~47% 的范围内。

6.1.3 湿压强度测定

湿压强度的测定, 按 GB/T 2684 进行。

6.2 热湿拉强度

6.2.1 强度试验混合料的配制

强度试验混合料的配制, 按 6.1.2 的规定进行。

6.2.2 热湿拉强度测定

热湿拉强度的测定, 按 GB/T 2684 进行。

6.3 吸蓝量

6.3.1 仪器设备

6.3.1.1 玻璃容量瓶: 1 000 mL, 棕色;

6.3.1.2 玻璃滴定管:50 mL,棕色;

6.3.1.3 锥形烧瓶:250 mL;

6.3.1.4 中速定量滤纸:φ 9 cm;

6.3.1.5 天平:精度 0.000 1 g;

6.3.1.6 磁力搅拌器。

6.3.2 试剂

6.3.2.1 焦磷酸钠溶液:1%(质量分数)。

6.3.2.2 亚甲基蓝溶液[$c(\text{MB})=0.006 \text{ mol/L}$]:准确称取 2.338 0 g 分析纯亚甲基蓝试剂(三水亚甲基蓝,相对分子质量 373.9,试剂在使用前应一直在干燥器中密封避光储存),使其充分溶解于蒸馏水,在 1 000 mL 棕色容量瓶中用水稀释至刻度。

6.3.3 试验步骤

称取已在 105℃±3℃ 烘干 2 h 的膨润土试样 0.2 g±0.001 g,置于预先盛有 50 mL 水的 250 mL 锥形烧瓶中,使其润湿后,在磁力搅拌器上分散 5 min,加入 1% 焦磷酸钠溶液 20 mL,继续搅拌 2 min~3 min。然后在电炉上加热至微沸 2 min,取下冷却至 25℃±5℃。

在搅拌下用滴定管滴加亚甲基蓝标准溶液。第一次可预滴加约总量 2/3 的亚甲基蓝溶液,搅拌 2 min 使其充分反应,以后每次滴加 1 mL~2 mL,搅拌 30 s 后用玻璃棒沾取一滴试液在中速定量滤纸上,观察蓝色斑点周围是否出现淡蓝色晕环,若未出现,则继续滴加亚甲基蓝溶液。当开始出现蓝色晕环后,继续搅拌 2 min,再用玻璃棒沾取一滴试液在中速定量滤纸上,观察是否还出现淡蓝色晕环,若淡蓝色晕环不再出现,继续仔细滴加亚甲基蓝溶液。如搅拌 2 min 后仍出现淡蓝色晕环,表明已到终点,记录滴定体积。

6.3.4 计算方法

试样的吸蓝量,按公式(1)计算:

$$MBI = \frac{319.85 VC}{1\ 000 m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

MBI——吸蓝量,单位为 g/100 g;

C——亚甲基蓝溶液浓度,单位为 mol/L;

V——亚甲基蓝溶液的滴定量,单位为 mL;

m——试样质量,单位为 g;

319.85——无水亚甲基蓝的摩尔质量的数值,单位为 g/mol;

100——每克膨润土吸蓝量换算成 100 克膨润土吸蓝量的系数。

6.3.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定的相对偏差不大于 2%。

6.4 过筛率(75 μm,干筛)

6.4.1 仪器设备

6.4.1.1 试验筛:φ 200×50-0.075/0.05(GB/T 6003.1);

6.4.1.2 羊毛刷:毛长约 3 cm,刷宽约 5 cm;

6.4.1.3 黑纸:40 cm×40 cm;

6.4.1.4 天平:精度 0.001 g。

6.4.2 试验步骤

称取在 105℃±3℃ 烘干 2 h 的试样约 10 g,精确至 0.001 g。移入装有底盘的试验筛中,用羊毛刷轻刷试料,使粉末通过筛孔收集在底盘,直至达到筛分终点。筛分终点的判定是在筛子下垫一张黑纸,

轻刷试料,刷筛至没有在黑纸上留下痕迹,即为筛分终点。将筛余物移到已知质量的表面皿中称量,精确至 0.001 g。

6.4.3 计算方法

按公式(2)计算过筛率(75 μm,干筛):

$$S = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

S ——过筛率(75 μm,干筛),质量分数,数值以%表示;

m_1 ——试料质量,单位为 g;

m_2 ——筛余物质量,单位为 g。

6.4.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定的相对偏差不大于 2%。

6.5 水分

6.5.1 仪器设备

6.5.1.1 温度计:量程 $0^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$;

6.5.1.2 天平:精度为 0.01 g;

6.5.1.3 烘箱:可控制在 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$;

6.5.1.4 称量瓶: $\phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

6.5.2 试验步骤

将称量瓶在 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 下烘干至恒重并称量,加入约 10 g 膨润土试样,将称量瓶和试样再次称量后在 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干 2 h,取出在干燥器中冷却 30 min,称量。

6.5.3 计算方法

按公式(3)计算水分的质量分数:

$$W = \frac{m_3 - m_4}{m_3 - m_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

W ——水分质量分数,数值以%表示;

m_3 ——烘干前称量瓶和膨润土试样质量,单位为 g;

m_4 ——烘干后称量瓶和膨润土的质量,单位为 g;

m_5 ——称量瓶的质量,单位为 g。

6.5.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定的相对偏差不大于 2%。

6.6 吸水率

吸水率的测定,按附录 B 进行。

6.7 膨胀指数

6.7.1 仪器设备

6.7.1.1 具塞刻度量筒:100 mL,内侧底部至 100 mL 刻度值处高 $180 \text{ mm} \pm 5 \text{ mm}$;

6.7.1.2 温度计:量程 $0^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C} \sim 105^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$;

6.7.1.3 天平:精度为 0.01 g。

6.7.2 试验步骤

准确称取 $2 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 已在 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h 的膨润土样品,将该样品分多次加入已有 90 mL 蒸馏水的 100 mL 刻度量筒内。每次加入量不超过 0.1 g,用 30 s 左右时间缓慢加入,待前次加入的膨

润土沉至量筒底部后再次添加,相邻两次加入的时间间隔不少于 10 min,直至试样完全加入到量筒中。

全部添加完毕后,用蒸馏水仔细冲洗粘附在量筒内侧的粉粒使其落入水中,最后将量筒内的水位增加到 100 mL 的标线处,用玻璃塞盖紧(2 h 后,如果发现量筒底部沉淀物中有夹杂的空气或水的分隔层,应将量筒 45 度角倾斜并缓慢旋转,直至沉淀物均匀)。静置 24 h 后,记录沉淀物界面的量筒刻度值(沉淀物不包括低密度的胶溶或絮凝状物质),精确至 0.5 mL。

记录试验开始时和结束时试验室的温度,精确到 0.5℃。

6.7.3 允许差

对同一试样的两次平行测量,平均值大于 10 时,其绝对误差不得大于 2 mL,平均值小于或等于 10 时,其绝对误差不得大于 1 mL。

6.8 粘度计 600 r/min 读数

粘度计 600 r/min 读数的测定,按 GB/T 5005 进行。

6.9 屈服值/塑性粘度

屈服值/塑性粘度的测定和计算,按 GB/T 5005 进行。

6.10 滤失量

滤失量的测定,按 GB/T 5005 进行。

6.11 75 μm 筛余

75 μm 筛余的测定,按 GB/T 5005 进行。

6.12 分散后的塑性粘度

分散后的塑性粘度的测定,按 GB/T 5005 进行。

6.13 分散后的滤失量

分散后的滤失量的测定,按 GB/T 5005 进行。

7 检验规则

7.1 检验分类

7.1.1 出厂检验

铸造用膨润土的出厂检验项目:湿压强度、吸蓝量、过筛率(75 μm,干筛)、水分;

冶金球团用膨润土的出厂检验项目:吸水率(2 h)、过筛率(75 μm,干筛)、水分;

钻井泥浆用膨润土的出厂检验项目:粘度计 600 r/min 读数、屈服值/塑性粘度、滤失量、75 μm 筛余、分散后的塑性粘度、分散后的滤失量、水分。

7.1.2 型式检验

型式检验项目包括第 5 章的全部要求。有下列情况之一时,应进行型式检验:

- 新产品投产或产品定型鉴定时;
- 正常生产时,每 1 年进行一次;
- 原材料、工艺等发生较大变化,可能影响产品质量时;
- 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;
- 产品停产 6 个月以上恢复生产时;
- 国家质量监督机构提出型式检验要求时。

7.2 组批

同一标记的袋装膨润土以 60 t 为一批,不足 60 t 按一批计;散装膨润土以每一罐车或储仓为一批。

7.3 取样

7.3.1 袋装产品取样

以袋为取样单元。采用等距离抽样,每隔 $n-1$ ($n=N/20$, N 为本批产品总袋数, n 取整数)袋抽取一袋,用可封闭的采样探子在该袋中抽取约 100 g 试样,将每袋所取试样混合,组成混合试样。批量在

200 袋以下时,适当增加每袋的取样量,使总试样量不少于 1 kg。

7.3.2 散装产品取样

散装膨润土批量小于 12 t 时,采样点为 7 个,每点取样品量约 150 g;批量为 12 t~60 t 时,采样点数为 $\sqrt{\text{批量}(t)} \times 20$,每点取样品量约 100 g;批量大于 60 t 时,采样点为 40 个,每点取样品量约 50 g。从卡车或储仓的不同开口点及顶部到底部的不同部位布置采样点,采用气动或真空探针等合适取样器取样。将各点所取试样混合,组成混合试样。

7.4 样品保存

采集的试样经充分混合后用堆锥四分法缩分为两份,分别装入洁净、干燥的广口瓶中,盖好瓶盖,贴上标签(标签上应注明取样日期、取样人、生产厂名称、出厂批号及批量),一瓶送交检测,一瓶保留六个月以备仲裁。

7.5 判定规则

产品的各项质量指标全部符合第 5 章的要求时,判定该批产品合格。当产品的某项质量指标不符合第 5 章的要求时,应重新抽样复验不合格项,若复验结果全部符合第 5 章的要求时,仍判定该批产品合格;若复验结果至少有一项不符合第 5 章的要求时,则判定该批产品不合格。

8 标志

膨润土产品外包装上应标明产品名称、净重、生产厂名、厂址、商标、本标准编号和防雨防潮标识。OCMA 膨润土还应在产品名称下方以最小 6 mm 黑体字给出恰当的标示,即用聚合物、苏打或其他材料对膨润土的处理类型。

每批产品应附有产品合格证。产品合格证应包括产品名称、标记、生产日期、检验日期、生产厂名称和批号,并加盖制造企业检验部门的公章及检验人员印记。

散装运输的膨润土应在货运单上填明产品名称、运输方式、运载量、生产厂名及出厂批号,同时附产品合格证。

9 包装、运输和贮存

9.1 包装

膨润土产品可采用袋装或散装。散装容器应密封。袋装可采用塑料编织袋或纸袋,每袋净重 $25 \text{ kg} \pm 0.25 \text{ kg}$ 或 $50 \text{ kg} \pm 0.5 \text{ kg}$ 。

9.2 运输和贮存

搬运、运输包装件时禁用手钩,禁止翻滚。运输和贮存应注意防雨、防潮。

附录 A

(资料性附录)

阳离子交换量及交换性阳离子含量试验方法

A.1 原理

用氯化钡溶液处理膨润土,钡离子与膨润土中交换性阳离子发生等量交换,交换出的阳离子用原子吸收分光光度计测定钠、钾、钙和镁含量。膨润土中交换性钡与硫酸镁反应,生成硫酸钡沉淀,以消耗加入的标准硫酸镁溶液测定出膨润土的阳离子交换量。

A.2 仪器设备

- A.2.1 原子吸收分光光度计:波长范围 190 nm~900 nm,火焰原子化器;
 A.2.2 天平:0.000 1 g;
 A.2.3 电动离心机:相对离心力 3 000 g;
 A.2.4 电动振荡机:往返式,震荡频率为 120 次/min,振幅 20 mm。

A.3 样品处理

A.3.1 试剂

A.3.1.1 氯化钡溶液 [$c(\text{BaCl}_2)=0.1 \text{ mol/L}$]:

称取 24.43 g 二水氯化钡,溶解并稀释在 1 000 mL 容量瓶内。

A.3.1.2 氯化钡溶液 [$c(\text{BaCl}_2)=0.002 5 \text{ mol/L}$]:

量取 25 mL 0.1 mol/L 氯化钡溶液稀释在 1 000 mL 容量瓶内。

A.3.1.3 硫酸镁溶液 [$c(\text{MgSO}_4)=0.020 0 \text{ mol/L}$]:

称取 4.93 g 七水硫酸镁,溶解并稀释在 1 000 mL 容量瓶内。

注:七水硫酸镁结晶有时会失去部分结晶水,可在 pH=10 的条件下以铬黑 T 为指示剂用 EDTA 标准溶液标定其含量。

A.3.2 处理步骤

称取 1.00 g 已烘干的膨润土样品,放入 50 mL 离心管中,加盖称重(m_1)。加入 30 mL 氯化钡溶液(A.3.1.1),机械振荡 1 h,在相对离心力 3 000 g 条件下离心 10 min,倒出悬浮液到 100 mL 容量瓶;再重复上述过程两次以上,悬浮液都加入到 100 mL 容量瓶内并用氯化钡溶液(A.3.1.1)调整到 100 mL 刻度。此为滤液 A。

用 30 mL 氯化钡溶液(A.3.1.2)分散沉淀膨润土,机械振荡 1 h,静置 5 h 以上,在相对离心力 3 000 g 条件下离心 10 min,倒出上层清液。

称量离心试管、沉淀膨润土和盖(m_2),然后加入 30 mL 硫酸镁溶液(A.3.1.3)分散沉淀膨润土,机械振荡 1 h,静置 5 h 以上,在相对离心力 3 000 g 条件下离心 10 min,倒出上层清液并经 7 cm 直径的滤纸过滤到锥形烧瓶中。此为滤液 B。

按上述步骤不加膨润土进行试验作为空白对照样。

注 1:当膨润土阳离子交换量 $\leq 40 \text{ mmol}/100 \text{ g}$ 时,试样称量宜用 2.5 g。

注 2:在具备相应标准溶液和原子吸收测定条件下,用本方法滤液 A 能够定量测定铁、锰、铝和其他交换性阳离子。

A.4 阳离子交换量测定

A.4.1 试剂

A.4.1.1 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=12 \text{ mol/L}$

A. 4. 1. 2 镁标准溶液 [$c(\text{Mg})=0.0010\text{ mol/L}$]:

移取 50.0 mL 硫酸镁溶液(A. 3. 1. 3)到 1 000 mL 容量瓶,用水稀释到 1000 mL 刻度。

A. 4. 1. 3 硝酸镧溶液 [$c(\text{La})=10\text{ mg/L}$]:

称取 15.6 mg 六水硝酸镧(相对分子质量 432.9),加 42 mL 盐酸溶液(A. 4. 1. 1)和水溶解,稀释到 1 000 mL 容量瓶中。

A. 4. 1. 4 镁标准溶液系列

分别移取 0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL 和 5 mL 硫酸镁溶液(A. 4. 1. 2)到相应的 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸镧溶液(A. 4. 1. 3),用水调整至刻度,分别制备 0 mmol/L、0.01 mmol/L、0.02 mmol/L、0.03 mmol/L、0.04 mmol/L 和 0.05 mmol/L 镁标准溶液。在波长 285.2 nm 处,用空气乙炔火焰在原子吸收分光光度计上分别测定吸光度,并以镁的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制标准工作曲线。

A. 4. 2 分析步骤

分别移取锥形瓶中的滤液 B 和对照空白试液 0.200 mL 到 100 mL 容量瓶,加入 0.3 mL 氯化钡溶液(A. 3. 1. 1)和 10 mL 硝酸镧溶液(A. 4. 1. 3),用水稀释到刻度。在波长 285.2 nm 处,用空气乙炔火焰在原子吸收分光光度计上分别测定吸光度,并从标准曲线中对照计算出滤液 B 的镁浓度(c_1)和空白试液的镁浓度(c_{b1})

A. 4. 3 计算方法

阳离子交换量(CEC)按公式(A. 1)计算:

$$CEC = (c_{b1} - c_2)3\ 000/m \quad \dots\dots\dots(A. 1)$$

$$c_2 = \frac{c_1(30 + m_2 - m_1)}{30} \quad \dots\dots\dots(A. 2)$$

式中:

CEC——试样的阳离子交换量,单位为 mmol/100 g;

c_{b1} ——空白试液的镁浓度,单位为 mmol/L;

c_2 ——修正后的滤液 B 中的镁浓度,单位为 mmol/L;

m ——试样的质量,单位为 g;

c_1 ——滤液 B 中的镁浓度,单位为 mmol/L;

m_1 ——离心试管与干试样质量,单位为 g;

m_2 ——离心试管与湿试样质量,单位为 g。

A. 5 交换性钠和钾离子含量的测定

A. 5. 1 试剂

A. 5. 1. 1 氯化铯溶液

称取 10 g 氯化铯(相对分子质量 168.4),溶解在少量水里,加入 83 mL 盐酸溶液(A. 4. 1. 1),用水稀释到 1 000 mL。

A. 5. 1. 2 钾钠储备溶液 [$\rho(\text{K})=1\ 000\text{ mg/L}$, $\rho(\text{Na})=400\text{ mg/L}$]:

研磨氯化钾和氯化钠,在 400℃~500℃烘 8 h 或在 200℃烘 24 h,在干燥器中冷却至室温。称取 1.906 8 g 氯化钾和 1.016 8 g 氯化钠,一起溶解在少量水里,用水稀释到 1 000 mL。

A. 5. 1. 3 稀钾钠储备溶液 [$\rho(\text{K})=100\text{ mg/L}$, $\rho(\text{Na})=40\text{ mg/L}$]:

移取 25.0 mL 钾钠储备溶液(A. 5. 1. 2),用水稀释到 250 mL。

A. 5. 1. 4 钾钠标准溶液系列

移取 0 mL、5 mL、10 mL、15 mL、20 mL 和 25 mL 稀钾钠储备溶液(A. 5. 1. 3)至 50 mL 容量瓶,加入 10.0 mL 氯化钡溶液(A. 3. 1. 1)和 5.0 mL 氯化铯溶液(A. 5. 1. 1),用水调整至刻度,制备分别含有

0 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、30 mg/L、40 mg/L 和 50 mg/L 钾及含有 0 mg/L、4 mg/L、8 mg/L、12 mg/L、16 mg/L 和 20 mg/L 钠的标准溶液。在波长 589.0 nm 和 766.0 nm 处,用空气乙炔火焰在原子吸收分光光度计上分别测定吸光度,并以钠钾的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制标准工作曲线。

A. 5.2 分析步骤

分别移取滤液 A 和对照空白试液 2.0 mL 到试管,加入 1.0 mL 氯化铯溶液(A. 5.1.1),随后加入 7.0 mL 水,在波长 589.0 nm 和 766.0 nm 处,用空气乙炔火焰通过原子吸收分光光度计分别测定滤液 A 和对照空白试液的吸光度,并从标准曲线中对照计算出滤液 A 的钠含量(ρ_3)和钾含量(ρ_4)及空白试液中的钠含量(ρ_{b3})和钾含量(ρ_{b4})。

A. 5.3 计算方法

交换性钠和钾离子含量按公式(A. 3)和(A. 4)计算:

$$b(\text{Na}) = 2.174\ 9 (\rho_3 - \rho_{b3})/m \quad \dots\dots\dots(\text{A. 3})$$

$$b(\text{K}) = 1.278\ 8 (\rho_4 - \rho_{b4})/m \quad \dots\dots\dots(\text{A. 4})$$

式中:

$b(\text{Na})$ ——试样的交换性钠含量,单位为 mmol/100 g;

$b(\text{K})$ ——试样的交换性钾含量,单位为 mmol/100 g;

ρ_3 ——滤液 A 的钠含量,单位为 mg/L;

ρ_4 ——滤液 A 的钾含量,单位为 mg/L;

ρ_{b3} ——空白试液中的钠含量,单位为 mg/L;

ρ_{b4} ——空白试液中的钾含量,单位为 mg/L;

m ——试样的质量,单位为 g。

A. 6 交换性钙和镁离子含量的测定

A. 6.1 试剂

A. 6.1.1 盐酸溶液[$c(\text{HCl})=4\text{ mol/L}$]:

移取 330 mL 盐酸溶液(A. 4.1.1)用水稀释到 1 000 mL。

A. 6.1.2 氯化镁溶液[$\rho(\text{Mg})=100\text{ mg/L}$]:

称取 0.836 g 六水氯化镁,溶解在少量水里,稀释到 1 000 mL。

A. 6.1.3 氯化钙溶液[$\rho(\text{Ca})=1\ 000\text{ mg/L}$]:

称取已在 400℃烘 2 h 处理的碳酸钙 2.497 g 到 1 000 mL 烧杯,用 12.5 mL 盐酸溶液(A. 6.1.1)溶解,煮沸去除二氧化碳,冷却到室温,稀释至 1 000 mL。

A. 6.1.4 混合钙镁溶液[$\rho(\text{Mg})=5\text{ mg/L}$, $\rho(\text{Ca})=50\text{ mg/L}$]:

分别移取 5.0 mL 氯化镁溶液(A. 6.1.2)和 5.0 mL 氯化钙溶液(A. 6.1.3),一起放在 100 mL 容量瓶中并用水稀释至刻度。

A. 6.1.5 钙镁标准溶液系列

分别移取 0 mL、2 mL、4 mL、6 mL、8 mL 和 10 mL 混合钙镁溶液(A. 6.1.4)至 100 mL 容量瓶,加入 10.0 mL 氯化钡溶液(A. 3.1.1)和 10 mL 硝酸镧溶液(A. 4.1.3),用水稀释至刻度,制备分别含有 0 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.3 mg/L、0.4 mg/L 和 0.5 mg/L 镁及含有 0 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、3 mg/L、4 mg/L 和 5 mg/L 钙的标准溶液。在波长 285.2 nm 和 422.7 nm 处,用空气乙炔火焰在原子吸收分光光度计上分别测定吸光度,并以钙镁的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制标准工作曲线。

A. 6.2 分析步骤

分别移取容量瓶中的滤液 A 和对照空白试液各 1.0 mL 放入试管,加入 1.0 mL 硝酸镧溶液(A. 4.1.3),随后加入 8.0 mL 水,在波长 285.2 nm 和 422.7 nm 处,用空气乙炔火焰通过原子吸收分

光光度计分别测定滤液 A 和对照空白试液的吸光度,并从标准曲线中求得稀释滤液 A 的钙含量(ρ_5)和镁含量(ρ_6)及稀释空白试液中的钙含量(ρ_{b5})和镁含量(ρ_{b6})。

A.6.3 计算方法

交换性钙和镁离子含量按公式(A.5)和(A.6)计算:

$$b(\text{Ca}) = 8.2288 (\rho_5 - \rho_{b5})/m \quad \dots\dots\dots (\text{A.5})$$

$$b(\text{Mg}) = 4.9903 (\rho_6 - \rho_{b6})/m \quad \dots\dots\dots (\text{A.6})$$

式中:

$b(\text{Ca})$ ——试样的交换性钙含量,单位为 mmol/100 g;

$b(\text{Mg})$ ——试样的交换性镁含量,单位为 mmol/100 g;

ρ_5 ——滤液 A 的中的钙含量,单位为 mg/L;

ρ_{b5} ——空白试液中的钙含量,单位为 mg/L;

ρ_6 ——滤液 A 的中的镁含量,单位为 mg/L;

ρ_{b6} ——空白试液中的镁含量,单位为 mg/L;

m ——试样的质量,单位为 g。

附录 B
(规范性附录)
吸水率测定 多孔板法

B.1 原理

膨润土通过多孔毛细管吸水膨胀,质量随吸水程度提高而增加,测量一定时间段的吸水增重而计算出该时间段的吸水率。

B.2 仪器设备

B.2.1 多孔陶瓷板:250 mm×250 mm×60 mm,孔径 150 μm~170 μm(按 GB/T 1967 测定),显气孔率 30%~43%(按 GB/T 1966 测定)。

B.2.2 玻璃容器:350 mm×350 mm×100 mm。

B.2.3 天平:精度 0.01 g。

B.2.4 中速定量滤纸:φ 125 mm。

B.2.5 温度计:0℃±0.5℃~150℃±0.5℃。

B.3 试验准备

把多孔陶瓷板放入玻璃容器中,用蒸馏水浸没,使多孔陶瓷板浸透。试验时始终保持使多孔陶瓷板上表面高出水面 6 mm±1 mm,并使玻璃容器和水温度稳定在 20℃±2℃。

B.4 试验步骤

将滤纸两张放在蒸馏水中浸渍 30 s,使其吸水饱和,然后放在多孔陶瓷板上平衡水分 60 min 后,分别称量该滤纸。

称取两份 2 g±0.01 g 已在 105℃±3℃ 温度下烘干恒重的膨润土,分别均匀地撒在两张湿滤纸上,膨润土的散布直径约 9 cm。

将滤纸和膨润土对称放置在多孔陶瓷板上(注意不要重叠),盖上玻璃容器盖。静置 2 h 后,用镊子和铲刀仔细取出湿滤纸和湿膨润土,在天平上称量。

B.5 计算方法

膨润土的吸水率按式(B.1)计算:

$$W_a = \frac{W - W_0 - m}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(B.1)$$

式中:

W_a ——吸水率,%;

W ——湿滤纸和湿膨润土质量,单位为 g;

W_0 ——湿滤纸质量,单位为 g;

m ——干膨润土试样质量,单位为 g。

B.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定的相对偏差不大于 3%。

参 考 文 献

GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛
