

ICS 73.080
Q 69
备案号:34404—2012

JC

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 2062—2011

膨润土铅、砷吸附量试验方法

Test methods of absorptive capacity of lead and arsenic in bentonite

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准由全国非金属矿产品及制品标准化技术委员会(SAC/TC 406)归口。

本标准主要起草单位：咸阳非金属矿研究设计院有限公司。

本标准主要起草人：陈媛媛、王新江、马亮、侯立兵、覃东萍。

本标准为首次发布。

膨润土铅、砷吸附量试验方法

1 范围

本标准规定了膨润土铅、砷吸附量试验方法的方法提要、试剂和仪器、环境条件、试验溶液的制备、试验步骤、结果计算等。

2 膨润土铅吸附量的测定

2.1 方法提要

警告：本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时须小心谨慎，如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

将单位质量膨润土加入一定体积已知浓度的铅标准溶液中，使其充分吸附饱和后，测试上层清液中的铅含量，根据吸附前后溶液中铅离子含量的减小值，计算膨润土铅吸附量。

2.2 试剂和仪器

2.2.1 试剂

- 2.2.1.1 盐酸：优级纯。
- 2.2.1.2 硼氢化钾：优级纯。
- 2.2.1.3 氢氧化钠：优级纯。
- 2.2.1.4 铁氰化钾：优级纯。
- 2.2.1.5 铅国标溶液：1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

2.2.2 仪器

- 2.2.2.1 干燥箱。
- 2.2.2.2 超声波振荡机。
- 2.2.2.3 氢化物原子荧光光度计。
- 2.2.2.4 铅空心阴极灯。
- 2.2.2.5 天平：感量为1 mg。
- 2.2.2.6 比色管：50 mL。
- 2.2.2.7 容量瓶：100 mL。
- 2.2.2.8 移液管：1 mL、2 mL、10 mL。

2.3 环境条件

在温度 $25^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度 45%~70% 的室内进行试验。

2.4 试验溶液的制备

2.4.1 铅一级标准储备液的配制

在 100 mL 容量瓶中加入少量超纯水，然后加入 10 mL 盐酸，摇匀，量取 1.00 mL 铅国标溶液加入容量瓶中，用超纯水定容至刻度，摇匀，放置 10 min 后备用。此溶液浓度为 10 μg/mL。

2.4.2 铅二级标准储备液的配制

在 100 mL 容量瓶中加入少量超纯水，然后加入 10 mL 盐酸，摇匀，量取 1.00 mL 铅一级标准储备液加入容量瓶中，用超纯水定容至刻度，摇匀，放置 10 min 后备用。此溶液浓度为 100 ng/mL。

2.4.3 铅标准系列的配制

2.4.3.1 铅标准(2%盐酸溶液)介质的配制

在 100 mL 超纯水中加入 2.00 mL 盐酸，搅拌均匀。

2.4.3.2 铅标准系列的配制

在 5 个 50 mL 的比色管中加入少量标准介质，分别加入 0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铅二级标准储备液，用标准介质加至刻度线附近，然后用 2% 盐酸溶液定容，摇匀，放置 10 min。此标准系列的浓度为：1.00 ng/mL、2.00 ng/mL、4.00 ng/mL、8.00 ng/mL、10.00 ng/mL。

2.4.4 还原剂(1.5%硼氢化钾-1.0%氢氧化钠-1.5%铁氰化钾)的配制

在 100 mL 超纯水中加入 1.0 g 氢氧化钠、1.5 g 硼氢化钾和 1.5 g 铁氰化钾，搅拌至固体完全溶解。

2.4.5 载流的配制

2% 盐酸溶液。

2.5 试验步骤

2.5.1 铅离子吸附

将通过 200 目的膨润土在 105℃ ± 3℃ 干燥箱中干燥 2 h，取出放入干燥器中冷却至室温，准确称取 1.000 g 试样置于 50 mL 锥形瓶中，向锥形瓶中加入 1 mL 铅国标母液(1 000 μg/mL)以及 30 mL 超纯水，摇匀后将锥形瓶放入超声波振荡机中振荡 3 min，使膨润土充分分散在溶液中，将锥形瓶中溶液全部转移至 50 mL 比色管中，用少量超纯水冲洗锥形瓶中残液，冲洗液也转移到比色管中，待锥形瓶中所有溶液转移到比色管后，用超纯水定容。

将比色管静置 2 h，上机测试上层清液，然后继续静置比色管，每隔 0.5 h 上机测试一次上层清液，直至前后两次测试的绝对差值不大于 0.02 μg/g 为终点，记录吸附量。

2.5.2 上机测定

开机后设定好工作条件，并预热 15 min ~ 20 min，按照仪器的要求设定输入待测试样质量、稀释体积、结果的浓度单位等参数，依次对标准系列及待测试样进行测定，通过工作曲线可读出试样中铅含量。

2.6 结果计算

铅离子吸附量 ω_1 按公式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{A_0 - A_1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_0 ——膨润土吸附前，溶液中铅含量数值，单位为微克(μg)；

A_1 ——膨润土吸附后, 溶液中铅含量数值, 单位为微克(μg);

m ——膨润土的质量, 单位为克(g)。

计算结果为膨润土试样铅离子吸附量, 单位为微克每克($\mu\text{g/g}$), 计算结果保留三位有效数字。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果; 两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%, 否则, 应重新测定。

3 砷吸附量的测定

3.1 方法提要

警告: 本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性, 操作时须小心谨慎, 如溅到皮肤上应立即用水冲洗, 严重者应立即治疗。

单位质量膨润土加入一定体积已知浓度的砷标准溶液中, 使其充分的吸附后, 离心取上层清液, 测试清液中的砷含量, 根据吸附前后溶液中砷离子含量的减小值计算膨润土砷离子吸附量。

3.2 试剂和仪器

3.2.1 试剂

- 3.2.1.1 盐酸: 优级纯。
- 3.2.1.2 硫脲: 分析纯。
- 3.2.1.3 抗坏血酸: 分析纯。
- 3.2.1.4 氢氧化钠: 优级纯。
- 3.2.1.5 硼氢化钾: 优级纯。
- 3.2.1.6 砷国标溶液。

3.2.2 仪器

- 3.2.2.1 干燥箱。
- 3.2.2.2 超声波振荡机。
- 3.2.2.3 氢化物原子荧光光度计。
- 3.2.2.4 砷空心阴极灯。
- 3.2.2.5 天平: 感量为1 mg。
- 3.2.2.6 比色管: 50 mL。
- 3.2.2.7 容量瓶: 100 mL。
- 3.2.2.8 移液管: 1 mL、2 mL、10 mL。

3.3 环境条件

在温度 $25^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, 相对湿度 45%~70% 的室内进行试验。

3.4 试验溶液的制备

3.4.1 砷一级标准储备液的配制

在 100 mL 容量瓶中加入少量超纯水, 然后加入 10 mL 盐酸, 摇匀, 量取 1.00 mL 国标溶液加入容量瓶中, 用超纯水定容至刻度, 摇匀, 放置 10 min 后备用。此溶液浓度为: 10 $\mu\text{g/mL}$ 。

3.4.2 砷二级标准储备液的配制

在 100 mL 容量瓶中加入少量超纯水，然后加入 10 mL 盐酸，摇匀，量取 1.00 mL 砷一级标准储备液加入容量瓶中，用超纯水定容至刻度，摇匀，放置 10 min 后备用。此溶液浓度为：100 ng/mL。

3.4.3 砷标准系列的配制

3.4.3.1 砷标准介质(5%盐酸-1%硫脲-1%抗坏血酸溶液)的配制

在 100 mL 超纯水中加入 5.00 mL 盐酸、1 g 硫脲和 1 g 抗坏血酸，搅拌至固体完全溶解。

3.4.3.2 砷标准系列的配制

在 5 个 50 mL 的比色管中加入少量标准介质，分别加入 0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 砷二级标准储备液，用标准介质加至刻度线附近，然后用超纯水定容，摇匀，放置 10 min 即可使用。此标准系列的浓度为：1.00 ng/mL、2.00 ng/mL、4.00 ng/mL、8.00 ng/mL、10.00 ng/mL。

3.4.4 还原剂(2%硼氢化钾-0.5%氢氧化钠溶液)的配制

在 100 mL 超纯水中加入 0.5 g 氢氧化钠和 2 g 硼氢化钾，搅拌至固体完全溶解。

3.4.5 载流的配制

5% 盐酸溶液。

3.5 试验步骤

3.5.1 砷离子吸附

将通过 200 目的膨润土在 105℃±3℃ 干燥箱中干燥 2h，取出放入干燥器中冷却至室温，准确称取 1.000 g 试样置于 50 mL 锥形瓶中，向锥形瓶中加入 25 mL 砷二级标准储备液(100 ng/mL)，摇匀后将锥形瓶放入超声波振荡机中振荡 3 min，使膨润土充分分散在溶液中，将锥形瓶中溶液全部转移至 50 mL 比色管中，并用少量超纯水清洗锥形瓶，锥形瓶中残液，冲洗液也转移到比色管中，待锥形瓶中所有溶液转移到比色管后，用超纯水定容。

将比色管静置 2h，上机测试上层清液，然后继续静置比色管，每隔 0.5h 上机测试一次上层清液，直至前后两次测试的绝对差值不大于 0.02 μg/g 为终点，记录吸附量。

3.5.2 上机测定

开机后设定好工作条件，并预热 15 min~20 min，按照仪器的要求设定输入待测试样的质量、稀释体积、结果的浓度单位等参数，依次对标准溶液及待测试样进行测定，通过工作曲线可读出试样中砷含量。

3.6 结果计算

砷离子吸附量 ω_2 按公式(2)计算：

$$\omega_2 = \frac{B_0 - B_1}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

B_0 ——膨润土吸附前，溶液中砷含量数值，单位为微克(μg)；

B_1 ——膨润土吸附后，溶液中砷含量数值，单位为微克(μg)；

m ——膨润土质量，单位为克(g)。

计算结果为膨润土砷离子吸附量，单位为微克每克($\mu\text{g/g}$)，计算结果保留三位有效数字。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果；两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%，否则，应重新测定。

中华人民共和国
建材行业标准
膨润土铅、砷吸附量试验方法
JC/T 2062—2011

*

中国建材工业出版社出版
建筑材料工业技术监督研究中心
(原国家建筑材料工业局标准化研究所)发行
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
地矿研究院印刷厂印刷
版权所有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2012 年 5 月第一版 2012 年 5 月第一次印刷
印数 1—300 定价 13.00 元
书号:155160·046

*

编号:0735



JC/T 2062—2011

网址: www.standardenjc.com 电话: (010)51164708
地址: 北京朝阳区管庄东里建材大院北楼 邮编: 100024
本标准如出现印装质量问题, 由发行部负责调换。