



江 苏 省 地 方 标 准

DB32/T 1220—2008

凹凸棒石粘土测试方法

Test methods for attapulgite clay

2008-12-18 发布

2009-02-18 实施

江苏省质量技术监督局 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 样品制备	1
5 试验方法	3
附录 A 化学成分分析	4
A.1 吸附水的测定	4
A.2 氧化钙和氧化镁的测定	4
A.3 氧化铝的测定	4
A.4 铅的测定	5
A.5 氟的测定	5
A.6 砷的测定	5
A.7 汞的测定	6
A.8 镉的测定	6
附录 B 凹凸棒石和蒙脱石含量分析	7
B.1 凹凸棒石含量的 X 射线衍射法测定	7
B.2 凹凸棒石含量的红外吸收光谱法测定	8
B.3 蒙脱石含量的吸蓝量法测定	9
附录 C 物理化学性能测试	10
C.1 pH 值的测定	10
C.2 真密度的测定	11
C.3 松散密度的测定	12
C.4 紧实密度的测定	13
C.5 粒度分布的测定	14
C.6 比面积的测定	16
C.6.1 有机极性分子吸附法	16
C.6.2 低温氮吸附法 (BET 法)	17
C.7 阳离子交换量的测定	20
C.8 脱色力的测定	21
C.9 脱色率的测定	23
C.9.1 沥青灯用煤油法	23
C.9.2 大豆油法	24
C.10 吸湿率的测定	24
C.11 吸油量的测定	25
C.12 胶体率的测定	26
C.13 粘度的测定	26

C. 14 饱和盐水造浆率的测定.....	27
C. 15 白度的测定.....	28
C. 16 胶质价的测定.....	29
C. 17 膨胀容的测定.....	29
C. 18 湿压强度的测定.....	30
C. 19 吸水率、饱和盐水吸附率和吸附比的测定.....	31

前 言

为在行业内建立和完善统一的凹凸棒石粘土矿物定量检测、物化性能测试、化学成分分析、有毒有害元素分析以及典型产品的质量检测方法,进而促进国内凹凸棒石粘土产业标准化检测体系的建立,制定本标准。

本标准化学成分分析参照 GB/T14506-1993《硅酸盐岩石化学分析方法》、LY/T1239-1999《森林土壤 pH 值的测定》、GB/T17135-1997《土壤质量 总砷的测定二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法》、GB/T17136-1997《土壤质量 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法》和 GB/T17141-1997《土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法》。

本标准按 GB/T1.1-2000《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则》和 GB/T1.2-2002《标准化工作导则 第2部分:标准中规范性技术要素内容的确定方法》编写。

本标准附录 A、B、C 为规范性附录

本标准由江苏省盱眙凹凸棒石粘土行业协会、江苏省地质调查研究院、淮安市盱眙质量技术监督局提出。

本标准由江苏省盱眙凹凸棒石粘土行业协会、江苏省地质调查研究院、淮安市盱眙质量技术监督局负责起草。

本标准主要起草人:周文玲、郑茂松、周康民、程寿森、汤志云、高孝礼、罗惠芬、曹景洋、陈邦建、蔡玉曼、曹磊、高翔云。

凹凸棒石粘土测试方法

1 范围

本标准规定了凹凸棒石粘土测试方法的术语和定义、样品的制备、试验方法。

本标准适用于凹凸棒石粘土矿石的测试方法。

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 253-1989 煤油

GB 494-1998 建筑石油沥青

GB/T 6003.1-1997 金属丝编织网试验筛

GB/T 14505-1993 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定

GB/T 14506-1993 硅酸盐岩石化学分析方法

GB/T 17135-1997 土壤质量 总砷的测定 硼氢化钾-硝酸银分光光度法

GB/T 17136-1997 土壤质量 总汞的测定 冷原子吸收分光光度法

GB/T 17141-1997 土壤质量 铅、镉的测定 石墨炉原子吸收分光光度法

LY/T 1239-1999 森林土壤 pH 值的测定

CNS 13515-1995 标准砂

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

凹凸棒石 attapulgite

具有层链状结构的含水富镁铝硅酸盐粘土矿物。

3.2

凹凸棒石粘土 attapulgite clay

以凹凸棒石为主要组份的一种粘土，常含有蒙脱石、高岭石、水云母、蛋白石、石英、长石、白云石。

4 样品的制备

样品制备流程见图1。

4.1 仪器设备

4.1.1 颚式破碎机、辊式破碎机、盘式粉碎机。

4.1.2 棒磨机。

4.1.3 符合 GB/T6003.1 的试验筛，筛孔直径 1mm、0.25mm、0.075mm。

4.1.4 磁铁。

4.1.5 牛皮纸袋。

4.1.6 150ml 玻璃或塑料广口瓶，。

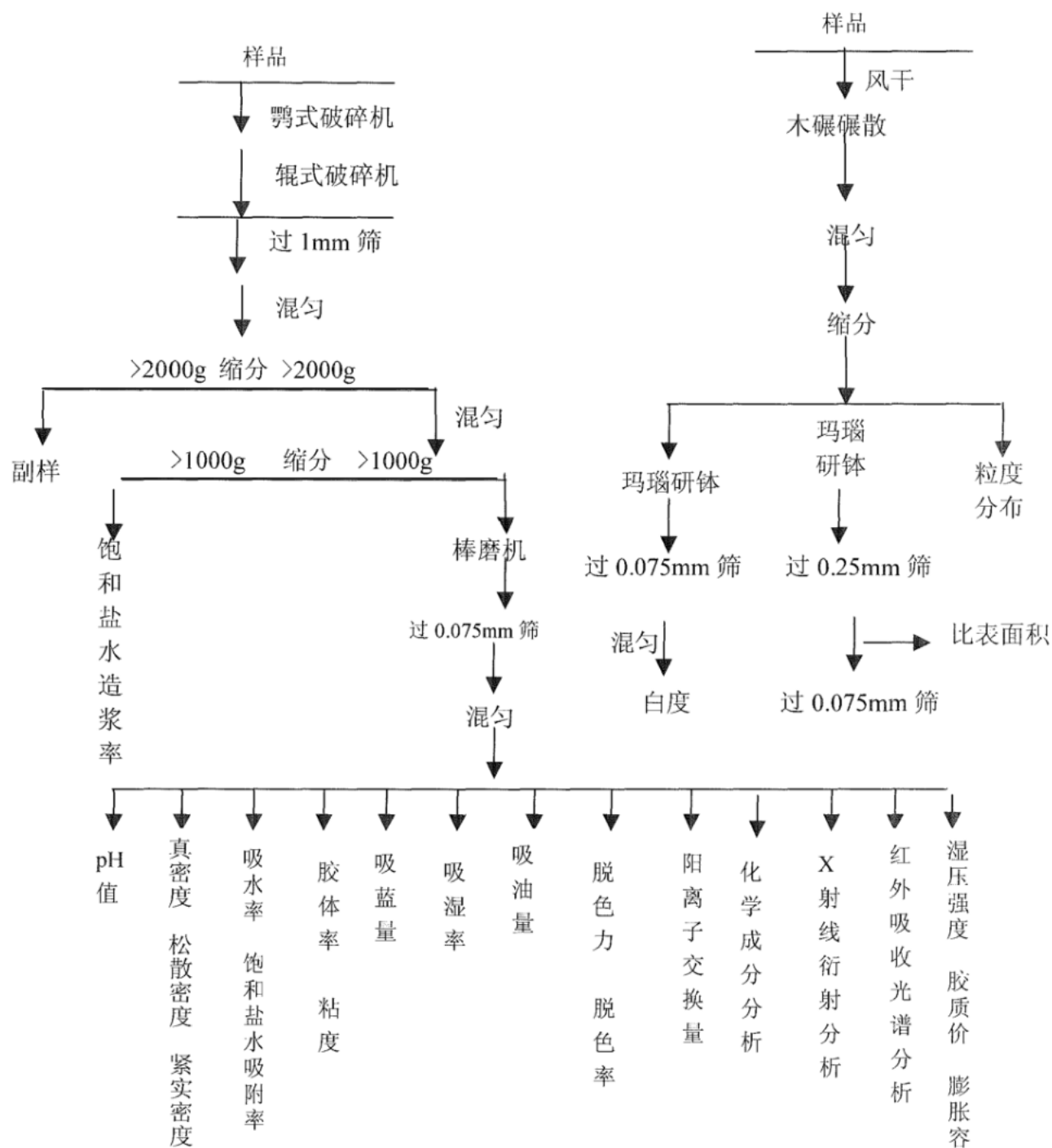


图1 样品制备流程

5 试验方法

5.1 化学成分分析

5.1.1 主要化学成分分析

5.1.1.1 吸附水按附录 A.1 规定进行。

5.1.1.2 氧化钙和氧化镁按附录 A.2 规定进行。

5.1.1.3 氧化铝按附录 A.3 规定进行。

5.1.2 有害元素分析

5.1.2.1 铅按附录 A.4 规定进行。

5.1.2.2 氟按附录 A.5 规定进行。

5.1.2.3 砷按附录 A.6 规定进行。

5.1.2.4 汞按附录 A.7 规定进行。

5.1.2.5 镉按附录 A.8 规定进行。

5.2 凹凸棒石和蒙脱石含量分析

5.2.1 凹凸棒石含量的 X 射线衍射法测定按附录 B.1 规定进行。

5.2.2 凹凸棒石含量的红外吸收光谱法按附录 B.2 规定进行。

5.2.3 蒙脱石含量的吸蓝量法测定按附录 B.3 规定进行。

5.3 物理化学性能测试

5.3.1 pH 值按附录 C.1 规定进行。

5.3.2 真密度按附录 C.2 规定进行。

5.3.3 松散密度按附录 C.3 规定进行。

5.3.4 紧实密度按附录 C.4 规定进行。

5.3.5 粒度分布按附录 C.5 规定进行。

5.3.6 比表面积按附录 C.6 规定进行。

5.3.7 阳离子交换量按附录 C.7 规定进行。

5.3.8 脱色力按附录 C.8 规定进行。

5.3.9 脱色率按附录 C.9 规定进行。

5.3.10 吸湿率按附录 C.10 规定进行。

5.3.11 吸油量按附录 C.11 规定进行。

5.3.12 胶体率按附录 C.12 规定进行。

5.3.13 粘度按附录 C.13 规定进行。

5.3.14 饱和盐水造浆率按附录 C.14 规定进行。

5.3.15 白度按附录 C.15 规定进行。

5.3.16 胶质价按附录 C.16 规定进行。

5.3.17 膨胀容按附录 C.17 规定进行。

5.3.18 湿压强度按附录 C.18 规定进行。

5.3.19 吸水率、饱和盐水吸附率和吸附比按附录 C.19 规定进行。

附 录 A
(规 范 性 附 录)
化学成分分析

A.1 吸附水的测定

A.1.1 按 GB/T14506.1 规定进行。干燥温度为 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 。

A.1.2 试样

试样按第 4 章规定方法制备。

A.1.3 允许差

取平行分析结果(计算至两位小数)的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于 0.5%。

A.2 氧化钙和氧化镁的测定

A.2.1 氧化钙按 GB/T14506.6 规定进行。氧化镁按 GB/T14506.7 规定进行。

A.2.2 试样

试样按第 4 章规定方法制备。由于凹凸棒石粘土吸附水含量较大,在进行氧化钙和氧化镁测定时,应取空气风干试样分析,并应同时测定吸附水含量(见附录 A.1),对氧化钙和氧化镁分析结果作校正。

A.2.3 测试步骤

A.2.3.1 称取 0.5000g 风干试样(精确至 0.0001g),置于银坩埚中,先用无水乙醇润湿,再加入 4g 氢氧化钠和 0.2g~0.3g 过氧化钠,将银坩埚放入高温炉中,从低温升至 $650^{\circ}\text{C} \sim 700^{\circ}\text{C}$ 熔融 15min~30min,取出冷却。将银坩埚放入 250mL 烧杯中,加入 50mL~100mL 沸水提取。待熔融物脱落后,加入 13mL~15mL 盐酸($\rho 1.19\text{g/mL}$)酸化,用水洗出银坩埚。加入 1mL 硝酸($\rho 1.42\text{g/mL}$),盖上表面皿,将烧杯置于电热板上煮沸 3min~5min,用水吹洗表面皿,继续加热蒸发至湿盐状,冷却。加入 2g~3g 六次甲基四胺,搅拌均匀,加入 20mL 铜试剂溶液(20g/L),继续搅拌均匀。用水吹洗烧杯壁并控制体积为 30mL 左右,搅拌均匀。将溶液连同沉淀一并移入 250mL 容量瓶中,用水洗净烧杯,并加水稀释至刻度,摇匀。用中速定性滤纸和短颈漏斗干过滤。

A.2.3.2 吸取 50.0mL 干过滤滤液置于 250mL 烧杯中,按 GB/T 14506.6-1993 中“氧化钙的 EGTA 络合滴定法”操作,测得氧化钙量。吸取 50.0mL 干过滤滤液置于 250mL 烧杯中,然后按 GB/T 14506.7-1993 中“氧化镁的 EDTA 络合滴定法”操作,测得氧化镁量。

A.2.4 允许差

取平行分析结果(计算至两位小数)的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果绝对差值氧化钙应不大于 0.7%,氧化镁应不大于 0.5%。

A.3 氧化铝的测定

A.3.1 按 GB/T 14506.4 规定进行。

A.3.2 试样

试样按第 4 章规定方法制备。由于凹凸棒石粘土吸附水含量较大,在进行氧化铝测定时,应取空气风干试样分析,并应同时测定吸附水含量(见附录 A.1),对氧化铝分析结果作校正。

A.3.3 测试步骤

A.3.3.1 称取 0.5000g 风干试样(精确至 0.0001g),置于银坩埚中,先用无水乙醇润湿,再加入 4g 氢氧化钠和 0.2g~0.3g 过氧化钠,将银坩埚放入高温炉中,从低温升至 $650^{\circ}\text{C} \sim 700^{\circ}\text{C}$ 熔融 15min~30min,取出冷却。将银坩埚放入 250mL 烧杯中,加入 50mL~100mL 沸水提取。待熔融物脱落后,加入 13mL~15mL 盐酸($\rho 1.19\text{g/mL}$)酸化,用水洗出银坩埚。加入 1mL 硝酸($\rho 1.42\text{g/mL}$),盖上表面皿,将烧杯置于电热板上煮沸 3min~5min,用水吹洗表面皿,继续加热蒸发至湿盐状,冷却。加入 40mL 盐酸[$\Phi(\text{HCL})=5\%$],加热溶解盐类。冷却后移入 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,澄清。

A.3.3.2 移取 50.0ml 澄清溶液置于 250mL 烧杯中, 按 GB/T 14506.4-1993 “氧化铝的氟化物取代络合滴定法” 操作, 测得三氧化铝量 (校正二氧化钛量, 见附录 A.3.4)。

A.3.4 二氧化钛的测定

A.3.4.1 按 GB/T14506.8 规定进行。

A.3.4.2 试样

分取 “氧化铝的测定” 测试步骤 A.3.3.1 澄清溶液作测试用。

A.3.4.3 测定步骤

分取 25.0ml 澄清溶液 (A.3.3.1) 置于 100mL 容量瓶中, 加水至约 50mL, 按 GB/T14506.8-1993 “二氧化钛的二安替比林甲烷光度法” 操作, 测得二氧化钛的含量。

A.3.5 允许差

取平行分析结果 (计算至两位小数) 的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于 0.5%。

A.4 铅的测定

A.4.1 按 GB/T14506.19-1993 中 “铅的火焰原子吸收光度法测定” 规定进行。

A.4.2 试样

试样按第 4 章规定方法制备。由于凹凸棒石粘土吸附水含量较大, 在进行铅测定时, 应取空气风干试样分析, 并应同时测定吸附水含量 (见附录 A.1), 对铅分析结果作校正。如试样铅含量较微时, 可不作吸附水校正。

A.4.3 校准曲线的绘制

移取 0.00mL、0.50mL、1.00mL、1.50mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL 铅标准溶液 [$\rho(\text{Pb})=5.0\mu\text{g/mL}$] 分别置于 50mL 容量瓶中, 加入 5mL (1+1) 盐酸, 然后与试样同样操作。

A.4.4 允许差

取平行分析结果 (计算至一位小数) 的算术平均值为最终分析结果。平均分析结果的绝对差值应不大于 3mg/kg。

A.5 氟的测定

A.5.1 按 GB/T14506.12-规定进行。

A.5.2 试样

试样按第 4 章规定方法制备。由于凹凸棒石粘土吸附水含量较大, 在进行氟测定时, 应取空气风干试样分析, 并应同时测定吸附水含量 (见附录 A.1), 对氟分析结果作校正。

A.5.3 校准曲线的绘制

移取 0.00mL、0.50mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 氟标准溶液 [$\rho(\text{F})=5.0\mu\text{g/mL}$] 分别置于容量瓶中, 加入 10.0mL 空白溶液, 然后与试样同样操作。

A.5.4 允许差

取平行分析结果 (计算至一位小数, 含量 $>100\text{mg/kg}$ 舍去小数位) 的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于 30mg/kg。

A.6 砷的测定

A.6.1 按 GB/T17135 规定进行。

A.6.2 试样

试样按第 4 章规定方法制备。由于凹凸棒石粘土吸附水含量较大, 在进行砷测定时, 应取空气风干试样分析, 并应同时测定吸附水含量 (见附录 A.1), 对砷分析结果作校正。如试样砷含量较微时, 可不作吸附水校正。

A.6.3 允许差

取平行分析结果 (计算至两位小数) 的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于 0.5mg/kg。

A.7 汞的测定

A.7.1 按 GB/T17136 规定进行。

A.7.2 试样

试样按第 4 章规定方法制备。由于凹凸棒石粘土吸附水含量较大,在进行汞测定时,应取空气风干试样分析,并应同时测定吸附水含量(见附录 A.1),对汞分析结果作校正。如试样汞含量较微时,可不作吸附水校正。

A.7.3 允许差

取平行分析结果(计算至两位小数)的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于 0.01mg/kg。

A.8 镉的测定

A.8.1 按 GB/T17141 规定进行。

A.8.2 试样

试样按第 4 章规定方法制备。由于凹凸棒石粘土吸附水含量较大,在进行镉测定时,应取空气风干试样分析,并应同时测定吸附水含量(见附录 A.1),对镉分析结果作校正。如试样镉含量较微时,可不作吸附水校正。

A.8.4 允许差

取平行分析结果(计算至两位小数)的算术平均值为最终分析的结果。平行分析结果的绝对差值应不大于 0.10mg/kg。

附录 B

(规范性附录)

凹凸棒石和蒙脱石含量分析

B.1 凹凸棒石含量的 X 射线衍射法测定

B.1.1 方法提要

B.1.1.1 矿物晶体对 X 射线的衍射效应, 取决于晶体内部的结构, 不同种类的矿物晶体将产生不同的 X 射线衍射图。如试样内含有几种不同的矿物相, 则各个矿物相将同时产生具有本身特征的 X 射线衍射图。

B.1.1.2 凹凸棒石属层链状结构的含水富镁铝硅酸盐矿物, 单斜晶系。凹凸棒石 X 射线衍射分析的主要特征面网间距有: $d_{110}=10.5\text{\AA}$ 、 $d_{200}=6.43\text{\AA}$ 、 $d_{311}=3.25\text{\AA}$ 等, 其中 $d_{110}=10.5\text{\AA}$ 可作为与其他矿物区别的特征标志。凹凸棒石粘土的主要矿物成分为凹凸棒石、蒙脱石、白云石、水云母、蛋白石、石英等, 可以根据 $d_{110}=10.5\text{\AA}$ 衍射峰的出现及其强度进行凹凸棒石矿物的定性和定量分析。

B.1.1.3 称取一定量试样, 与一定量标准内标物质(蛇纹石)混合后制片, 在 X 射线衍射仪上测定试样的 X 射线衍射图, 根据凹凸棒石 $d_{110}=10.5\text{\AA}$ 衍射峰强度与混入试样的标准内标物质蛇纹石 $d_{001}=7.3\text{\AA}$ 衍射峰强度相比较, 再由凹凸棒石纯矿物配制的系列标准曲线, 就可计算得到试样中凹凸棒石的矿物含量。

B.1.2 试剂和仪器

B.1.2.1 凹凸棒石纯矿物, 凹凸棒石矿物纯度>95%。

B.1.2.2 蛇纹石纯矿物, 蛇纹石矿物纯度>95%。

B.1.2.3 X 射线衍射仪。

B.1.3 试样

按第 4 章规定制备。

B.1.4 测试步骤

B.1.4.1 凹凸棒石含量分析峰的选择

在凹凸棒石的 X 射线衍射图中, 最强的衍射峰为 $d_{110}=10.5\text{\AA}$, 中等强的衍射峰为 $d_{200}=6.43\text{\AA}$ 、 $d_{040}=4.42\text{\AA}$ 、 $d_{121}=4.23\text{\AA}$ 、 $d_{311}=3.25\text{\AA}$ 、 $d_{081}=2.53\text{\AA}$, 其他还有一些弱衍射峰。这些衍射峰在不同试样略有差异。选择最强衍射峰 $d_{110}=10.5\text{\AA}$ 作为凹凸棒石的特征含量分析峰。

B.1.4.2 内标物质的选择

内标法是一种适应性较好的 X 射线衍射定量分析方法, 选择天然蛇纹石作为凹凸棒石含量分析的内标物质, 蛇纹石的特征 X 射线衍射峰选择 $d_{001}=7.3\text{\AA}$ 。取一定量标准蛇纹石与一定量试样混合, 测量试样凹凸棒石衍射峰强度与蛇纹石衍射峰强度相比较, 就可由凹凸棒石矿物系列标准曲线求得试样中凹凸棒石的矿物含量。

B.1.4.3 试样的压片制备

B.1.4.3.1 将试样和内标物质蛇纹石置于 105°C 烘箱中干燥 2h, 取出, 放在干燥器中冷却备用。

B.1.4.3.2 称取 0.5000g 试样(精确至 0.0001g)和 0.1000g 蛇纹石(精确至 0.0001g)置于玛瑙研钵中, 立即研磨混匀。

B.1.4.3.3 将研磨混合物放入 X 射线衍射仪试样装置中, 用玻璃片压平, 制成试样片。

B.1.4.4 测试

将装有试样的试样装置放入 X 射线衍射仪中, 按仪器设定的测试条件, 测定试样的 X 射线衍射图, 由凹凸棒石标准曲线求得凹凸棒石矿物含量。

B.1.4.5 凹凸棒石标准曲线

采用人工提纯的凹凸棒石纯矿物和人工提纯的蛇纹石, 按试样的压片制备方法, 配制一套不同含量

的凹凸棒石标准矿物系列, 再按测试步骤同样操作, 得到凹凸棒石标准曲线。凹凸棒石标准矿物系列制备和使用后, 存放在干燥器中备用。

B.1.4.6 分析结果的计算

X 射线衍射仪配有矿物定量分析的内标法软件程序。在测试过程中, 在取得试样的 X 射线衍射图的同时, 可取得试样凹凸棒石含量 (%) 的分析结果, 分析结果取个位数。

B.1.4.7 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果 $\geq 15\%$, 其绝对差值应不大于 2%; 平行分析结果 $< 15\%$, 其绝对差值应不大于 3%。

B.2 凹凸棒石含量的红外吸收光谱法测定

B.2.1 方法提要

B.2.1.1 红外吸收光谱分析是研究矿物组成元素的分子 (离子) 在红外光谱区的特征振动或转动。矿物中的阴离子团和 OH 链均位于矿物一定的结晶场中, 因此它们的红外吸收光谱的特征谱带, 就能直接反应矿物的种属, 是一种简便的矿物鉴定测试技术。

B.2.1.2 凹凸棒石属层链状结构的含水富镁铝硅酸盐矿物。

B.2.1.3 凹凸棒石的红外吸收光谱特征谱带如下: (1) 高频区 ($3700\text{cm}^{-1} \sim 3000\text{cm}^{-1}$) 有四个吸收带, 3546cm^{-1} 吸收带为凹凸棒石的主要鉴定谱带。(2) 中低频区 ($1670\text{cm}^{-1} \sim 400\text{cm}^{-1}$) 有四组谱带, 其中 512cm^{-1} 和 480cm^{-1} 形成一对较强双峰, 是凹凸棒石的主要鉴定谱带。

B.2.1.4 凹凸棒石粘土的主要矿物成分为凹凸棒石、蒙脱石、白云石、水云母、蛋白石、石英等, 这些矿物的红外吸收谱带的位置有些是相近或重叠, 其中凹凸棒石只有高频区的 3546cm^{-1} 吸收谱带与上述其它矿物的吸收谱带不重叠, 可以根据 3546cm^{-1} (3550cm^{-1}) 吸收谱带的出现及其强度进行凹凸棒石矿物的定性和定量分析。

B.2.1.5 称取一定量试样, 与一定量溴化钾混合后压片, 在红外分光光度计上测定试样的红外吸收光谱图, 再根据由凹凸棒石纯矿物配制的系列标准曲线, 利用峰高法计算试样中凹凸棒石的矿物含量。

B.2.2 试剂和仪器

B.2.2.1 溴化钾, 优级纯。

B.2.2.2 凹凸棒石纯矿物, 凹凸棒石矿物纯度 $> 95\%$ 。

B.2.2.3 蒙脱石纯矿物, 蒙脱石矿物纯度 $> 95\%$ 。

B.2.2.4 红外分光光度计。

B.2.2.5 压片机。

B.2.3 试样

按第 4 章规定方法制备。

B.2.4 测试步骤

B.2.4.1 凹凸棒石含量分析峰的选择

选择 3546cm^{-1} (3550cm^{-1}) 吸收谱带作为凹凸棒石的含量分析峰。

B.2.4.2 试样的压片制备

B.2.4.2.1 采用溴化钾压片法。先称取 150mg 溴化钾预先经 105°C 干燥 2h, 置于干燥器中冷却备用, 精确至 0.0001g) 置于玛瑙研钵中。再称取 0.80mg 试样 (精确至 0.00001g), 将试样放入盛有溴化钾的玛瑙研钵中, 立即研磨混匀。为了减少称量误差, 也可将称量扩大 10 倍, 即称取 1.5000g 溴化钾 (精确至 0.0001g) 和 0.0080g (精确至 0.0001g) 或 0.00800g (精确至 0.00001g) 试样, 同样研磨混匀。

B.2.4.2.2 将研磨混合物放入压片机中, 压制成试样片。

B.2.4.2.3 将试样片放入 $100^\circ\text{C} \sim 105^\circ\text{C}$ 烘箱中干燥 30min, 取出, 在干燥器中冷却至室温后备用。

B.2.4.3 测试

从干燥器中取出试样片, 立即在红外分光光度计上测定试样的红外吸收光谱图, 由凹凸棒石标准曲线求得凹凸棒石矿物含量。

B.2.4.4 凹凸棒石标准曲线

B.2.4.4.1 采用人工提纯的凹凸棒石纯矿物，按试样的压片制备方法，配制一套不同含量的凹凸棒石标准矿物系列，再按测试步骤同样操作，得到凹凸棒石标准曲线。此凹凸棒石标准曲线适用于凹凸棒石粘土和含少量蒙脱石的凹凸棒石粘土。

B.2.4.4.2 凹凸棒石常与蒙脱石共生，对于含较多量蒙脱石的凹凸棒石粘土或蒙脱石凹凸棒石粘土，由于蒙脱石 3620 cm^{-1} 吸收谱带的影响，使凹凸棒石 3550 cm^{-1} 吸收谱带的吸光度受到一定干扰。为此取凹凸棒石纯矿物和蒙脱石纯矿物，按不同含量比例混合，配制凹凸棒石蒙脱石混合标准矿物系列，再按测试步骤同样操作，得到凹凸棒石标准曲线。此凹凸棒石标准曲线适用于含较多量蒙脱石的凹凸棒石粘土或蒙脱石凹凸棒石粘土。凹凸棒石标准矿物系列制备和使用后，存放在干燥器中备用。

B.2.4.5 分析结果的计算

红外分光光度计都配有定量分析程序，计算方法有峰高法、面积法、一阶导数最大值法、一阶导数最小值法、一阶导数幅度法、二阶导数平均幅度法等，本标准采用峰高法。在测试过程中，在取得试样的红外吸收光谱图的同时，可取得试样凹凸棒石含量(%)的分析结果，分析结果取个位数。

B.2.4.6 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果 $\geq 15\%$ ，其绝对差值应不大于2%；平行分析结果 $< 15\%$ ，其绝对差值应不大于3%。

B.3 蒙脱石含量的吸蓝量法测定

B.3.1 方法提要

试样分散在稀焦磷酸钠溶液中吸附的次甲基蓝量，称为吸蓝量。试样用稀焦磷酸钠溶液煮沸，冷却后以滤纸作外指示剂，用次甲基蓝标准溶液滴定，测得试样的吸蓝量。然后根据经验换算系数，计算得到试样中蒙脱石含量。

B.3.2 试剂

B.3.2.1 焦磷酸钠溶液：称取10.00g焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ，化学纯，精确至0.01g)置于250mL烧杯中，加水使其溶解(可微热)，移入1000mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

B.3.2.2 次甲基蓝标准溶液， $c(\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{SCL})=0.005\text{mol/L}$

B.3.2.2.1 次甲基蓝纯度的标定方法：称取0.4000g次甲基蓝试样($\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{SCL} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ，精确至0.0001g)，置于250mL烧杯中，加入100mL水溶解。溶液加热至75℃后，加入50mL重铬酸钾溶液 [$c(1/2\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.1\text{mol/L}$]，烧杯置于75℃水浴中保温5min~10min。冷却后用已知质量的4号玻璃砂芯漏斗过滤，用重铬酸钾溶液 [$c(1/2\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.1\text{mol/L}$] 洗净烧杯，再洗涤沉淀3次~4次。然后用重铬酸钾溶液 [$c(1/2\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.02\text{mol/L}$] 洗涤玻璃砂芯漏斗和沉淀6次~7次，最后用水洗涤1次。将玻璃砂芯漏斗和沉淀置于120℃烘箱中烘1h，取出置于干燥器中冷却，称量。再烘30min，称量，直至恒量。

$$\text{次甲基蓝含量}(\%) = \frac{0.8147 \times (m_1 - m_2)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中：

m —次甲基蓝试样质量，g；

m_1 —干燥后沉淀和玻璃砂芯漏斗质量，g；

m_2 —玻璃砂芯漏斗质量，g；

0.8147—换算系数 [$2(\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{SCL})/(\text{C}_{16}\text{H}_{18}\text{N}_3\text{S})_2\text{Cr}_2\text{O}_7$]。

B.3.2.2.2 按次甲基蓝纯度的标定方法标定次甲基蓝的含量，再按下式计算配制1000mL次甲基蓝标准溶液所需要的次甲基蓝用量。

$$\text{次甲基蓝用量} = \frac{1.5995 \times 100}{\text{标定的次甲基蓝含量}} \dots\dots\dots (\text{B.2})$$

称取按上式计算的次甲基蓝质量 ($C_{16}H_{18}N_3SCl \cdot 3H_2O$, 精确至 0.0001g), 置于 250mL 烧杯中, 用水完全溶解后, 移入 1000mL 棕色容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 放置 24h 后使用。

B.3.2.2.3 次甲基蓝标准溶液也可按加热除去结晶水方法配制: 先取少量次甲基蓝 ($C_{16}H_{18}N_3SCl \cdot 3H_2O$), 在 $93^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 的烘箱中烘 4h, 再置于干燥器中冷却至室温。然后称取 1.5995g 次甲基蓝 ($C_{16}H_{18}N_3SCl$, 精确至 0.0001g), 置于 250mL 烧杯中, 用水完全溶解后, 移入 1000mL 棕色容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 放置 24h 后使用。

B.3.3 试样

按第 4 章规定方法制备。

B.3.4 测试步骤

B.3.4.1 称取 0.2000g 试样 (精确至 0.0001g), 置于已加入 50mL 水的 250mL 锥形瓶中, 使试样分散。

B.3.4.2 加入 20mL 焦磷酸钠溶液, 摇匀后, 在电炉上微沸 5min, 自然冷却至室温。

B.3.4.3 用次甲基蓝标准溶液滴定, 滴定开始时可滴加 2mL~3mL, 以后每次滴加 1mL~2mL; 快到终点时, 每次滴加 0.5mL~1mL。每次滴加后, 摇晃 15S~30S, 用 1mL 移液管沾一滴试液于中速定性滤纸上, 观察在染色点周围有无出现浅绿色晕环。若未出现浅绿色晕环, 则继续滴加次甲基蓝标准溶液。当染色点周围刚出现浅绿色晕环时, 再摇晃 30S, 用移液管沾一滴试液于滤纸上, 若浅绿色晕环仍不消失, 即为滴定终点。

B.3.4.4 分析结果的计算

B.3.4.4.1 按式 (B.1) 计算试样的吸蓝量:

$$A_b = \frac{c \times v}{m} \dots\dots\dots (B.3)$$

式中:

A_b —吸蓝量, mmol/g ($\times 100$, mmol/100g);

C —次甲基蓝标准溶液的浓度, mol/L;

V —滴定消耗的次甲基蓝标准溶液体积, mL;

m —称取试样的质量, g。

吸蓝量计算至三位小数 (一位小数)。

B.3.4.4.2 吸蓝量换算蒙脱石含量按式 (B.2) 计算:

$$M = \frac{A_b}{K} \times 100 \dots\dots\dots (B.4)$$

式中:

M —试样中蒙脱石含量, %;

A_b —吸蓝量, mmol/g ($\times 100$, mmol/100g);

K —换算系数 (1.50mmol/g, 150mmol/100g)。

本经验公式在吸蓝量 $> 0.50\text{mmol/g}$ (50mmol/100g) 时适用。

B.3.4.5 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果 $> 25\text{ mmol/100g}$, 其相对差值应不大于 10%; 平行分析结果 $15\text{ mmol/100g} \sim 25\text{ mmol/100g}$, 其绝对差值应不大于 2.5 mmol/100g ; 平行分析结果 $< 15\text{ mmol/100g}$, 其绝对差值不计。

附录 C
(规范性附录)
物理化学性能测试

C.1 pH 值的测定

C.1.1 按 LY/T 1239 规定进行。称取 2.00g 试样(精确至 0.01g)置于 50mL 烧杯中,加入 20mL 刚煮沸冷却的水,在电磁搅拌器上搅拌 3min 使试样分散,将玻璃电极和甘汞电极插入悬浮液中,静置 1min,测定 pH 值。

C.1.2 试样

按第 4 章规定方法制备。

C.1.3 允许差

取平行测试结果(精确至一位小数)的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果的绝对差值应不大于 0.5。

C.2 真密度的测定

C.2.1 方法提要

真密度指单位试样固体体积的质量。本标准采用比重瓶法,以煤油为介质,置换已知质量的试样固体体积,计算真密度。

C.2.2 试剂和仪器

C.2.2.1 煤油符合 GB253 规定。

C.2.2.2 比重瓶 50mL。

C.2.2.3 真空抽气装置。附真空表, -0.1MPa~0MPa, 分格值 0.002MPa; 真空干燥器, $\Phi 240\text{mm}$; 真空泵, 抽气速率不小于 0.5L/s。

C.2.3 试样

按第 4 章规定方法制备。

C.2.4 测试步骤

C.2.4.1 将灯用煤油注入洗净的比重瓶约至容积的一半。称取 10.000~12.000g 试样(精确至 0.001g), 通过漏斗装入比重瓶中。轻轻摇动比重瓶使颗粒分散, 并置于真空干燥器内, 开动真空泵抽气。在残余压力不大于 -0.097MPa 条件下维持 1h~2h, 直至比重瓶中不再发生气泡为止。

C.2.4.2 停止抽气, 通入空气, 开启真空干燥器。从真空干燥器内取出比重瓶, 将预先经抽气的灯用煤油注入比重瓶中至近满。比重瓶在室温下静置 1h 左右。待比重瓶内试样和灯用煤油温度稳定并与称量时室内温度平衡后塞好瓶塞, 多余灯用煤油从瓶塞毛细管中溢出。将比重瓶外壁灯用煤油擦净, 称比重瓶与试样和灯用煤油总质量(精确至 0.001g)。

C.2.4.3 将比重瓶中试样倒出, 洗净, 注满经抽气的灯用煤油, 在室温下静置 1h 左右。待比重瓶内灯用煤油温度与称量时室内温度平衡后塞好瓶塞, 擦净比重瓶外壁灯用煤油, 称比重瓶与灯用煤油的质量(精确至 0.001g)。用温度计测量灯用煤油温度(精确至 0.5℃)。

C.2.4.4 测试结果的计算

按下式计算试样的真密度:

$$\rho_s = \frac{m \times \rho_k}{m + m_1 - m_2} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

ρ_s —试样的真密度, g/cm³;

m —称取试样的质量, g;

m_1 —比重瓶与灯用煤油质量, g;

m_2 —比重瓶与试样和灯用煤油总质量, g;

ρ_k —灯用煤油密度, g/cm³。

真密度计算至两位小数。

C. 2. 4. 5 灯用煤油密度的测定

C. 2. 4. 5. 1 灯用煤油密度测定应在与真密度测定同一温度下进行。

C. 2. 4. 5. 2 取真密度试验时采用的并经过抽气手续的灯用煤油和经过抽气手续的水各 250mL 左右, 分别置于洗净的 400mL 烧杯中, 灯用煤油和水液面应保持一致。在室温下放置 1h 以上, 使烧杯中的灯用煤油和水温度稳定, 并与室内温度平衡。

C. 2. 4. 5. 3 将体积 10cm³ 左右的玻璃柱用滤纸擦拭干净, 分别称量在空气中的质量 m_1 、在灯用煤油中的质量 m_2 以及在水中的质量 m_3 (精确至 0.001g)。

C. 2. 4. 5. 4 按式 (C. 2) 计算灯用煤油的密度

$$\rho_k = \frac{(m_1 - m_3) \times \rho_w}{m_1 - m_2} \dots\dots\dots (C. 2)$$

式中:

ρ_k —灯用煤油密度, g/cm³;

ρ_w —水的密度, g/cm³。

表 C. 1 水的温度-密度表

温度/℃	密度 g/cm ³
4~12	1.000
13~18	0.999
19~23	0.998
24~27	0.997
28~30	0.996
31~33	0.995
34~36	0.994

C. 2. 4. 6 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果的绝对差值应不大于 0.02 g/cm³。

C. 3 松散密度的测定

C. 3. 1 方法提要

松散密度指试样在一定高度自由下落于测定容器内, 在此松散状态测得单位试样体积的质量。

C. 3. 2 仪器

C. 3. 2. 1 称量瓶, $\Phi 45\text{mm} \times 30\text{mm}$, 容积由滴定管加水标定。

C. 3. 2. 2 锥形漏斗, 上口 $\Phi 70\text{mm}$, 去颈磨平, 下口 $\Phi 6\text{mm}$ 。

C. 3. 2. 3 直尺, 长度 100mm, 厚度 <1mm。

C. 3. 2. 4 漏斗支架。

C. 3. 3 试样

按第 4 章规定方法制备。试样在 105℃ $\pm$ 3℃ 烘箱中烘 2h, 取出, 置于干燥器中冷却, 备用。

C. 3. 4 测试步骤

C. 3. 4. 1 将已在 105℃ $\pm$ 3℃ 烘箱中干燥并称至恒量的称量瓶放平, 再将锥形漏斗置于漏斗支架上, 然后调节锥形漏斗下口对准称量瓶中心, 并与称量瓶口部的垂直距离为 50mm。

C. 3. 4. 2 用取样勺将试样连续均匀地从锥形漏斗下口自由下落, 直至称量瓶上部试样成锥体为止。

C. 3. 4. 3 移开漏斗支架, 然后用直尺沿称量瓶口刮平试样, 再将称量瓶外部的试样粉末清除干净, 称

量（精确至 0.01g）。

C.3.4.4 测试结果的计算

按式 (C.3) 计算试样的松散密度：

$$\rho_B = \frac{m_2 - m_1}{V} \dots\dots\dots (C.3)$$

式中：

ρ_B —松散密度，g/cm³；

m_1 —称量瓶质量，g；

m_2 —称量瓶和试样质量，g；

V —称量瓶体积（经标定），cm³。

松散密度计算至两位小数。

C.3.4.5 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果 ≥ 0.50 g/cm³，其相对差值应不大于 10%；平行测试结果 < 0.50 g/cm³，其绝对差值应不大于 0.05 g/cm³。

C.4 紧实密度的测定

C.4.1 方法提要

紧实密度指一定粒度和含水量的试样，在量筒内经重力撞击紧实后，测定试样质量与自由下落撞击紧实后的试样体积之比。

C.4.2 仪器

C.4.2.1 量筒 50ml，带橡皮塞。

C.4.2.2 支架，使量筒悬起 11cm 高度。

C.4.2.3 橡胶垫，厚度 2mm。

C.4.3 试样

按第 4 章规定方法制备。控制试样水份含量在 4.0%~10.0%。如水份超过 10%，则应在 75℃~80℃ 烘箱中干燥除去部份吸附水。如水份低于 4%，则应置于大气中吸湿。吸附水测定方法见附录 A.1。

C.4.4 测试步骤

C.4.4.1 将试样慢慢加入已在 105℃ $\pm$ 3℃ 烘箱中干燥并称至恒量（精确至 0.01g）的量筒中直至 50mL 刻度。盖上橡皮塞，将量筒置于支架中，再将量筒与支架放在橡胶垫上。

C.4.4.2 然后手提量筒抬起至 11 cm 高度，并松手使其自由下落。如此继续自由下落 100 次后，取出量筒，拔去橡皮塞，用毛笔刷净橡皮塞及量筒壁上可能附着的试样，轻敲量筒壁使试样在量筒内平齐，读出试样容积（精确至 0.1cm³）。

C.4.4.3 将量筒外壁擦干净，称量（精确至 0.01g）。

C.4.4.4 测试结果的计算

按式 (C.4) 计算试样的紧实密度：

$$\rho_c = \frac{m_2 - m_1}{V} \dots\dots\dots (C.4)$$

式中：

ρ_c —紧实密度，g/cm³；

m_1 —量筒质量，g；

m_2 —量筒和试样质量，g；

V —紧实后试样体积，cm³。

紧实密度计算至两位小数。

C.4.4.5 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果 $\geq 0.50 \text{ g/cm}^3$ ，其相对差值应不大于10%；平行测试结果 $< 0.50 \text{ g/cm}^3$ ，其绝对差值应不大于 0.05 g/cm^3 。

C.5 粒度分布的测定

C.5.1 方法提要

C.5.1.1 粒度分布是测定试样中各粒组质量占试样总质量的百分数。粒组按 $<1 \mu\text{m}$ 、 $1 \mu\text{m} \sim 2 \mu\text{m}$ 、 $2 \mu\text{m} \sim 5 \mu\text{m}$ 、 $5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ 、 $10 \mu\text{m} \sim 20 \mu\text{m}$ 、 $20 \mu\text{m} \sim 30 \mu\text{m}$ 、 $30 \mu\text{m} \sim 50 \mu\text{m}$ 、 $50 \mu\text{m} \sim 75 \mu\text{m}$ 、 $75 \mu\text{m} \sim 100 \mu\text{m}$ 、 $100 \mu\text{m} \sim 2\text{mm}$ 、 $>2\text{mm}$ 粒径范围划分。

C.5.1.2 本标准根据粒组划分要求，采用筛析法和仪器分析法联合测定，粒径 $>50 \mu\text{m}$ 部分采用筛析法，粒径 $<50 \mu\text{m}$ 部分采用仪器分析法。

C.5.2 试剂和仪器

C.5.2.1 六偏磷酸钠溶液：称取 2.00g 六偏磷酸钠 $[(\text{NaPO}_3)_6]$ ，化学纯，精确至 0.01g ，置于 400mL 烧杯中，加入 200mL 水，加热并用玻璃棒搅拌至全部溶解，然后移至 1000mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

C.5.2.2 试验筛，筛孔直径 10mm 、 2mm 、 $100 \mu\text{m}$ 、 $75 \mu\text{m}$ 、 $50 \mu\text{m}$ ，符合GB6003.1规定。

C.5.2.3 粒度分析仪，要求测定颗粒粒径最小为 $1 \mu\text{m}$ ，测定范围能满足粒组划分要求。

C.5.2.4 超声波分散器， 20W 。

C.5.3 试样

按第4章规定方法制备。

C.5.4 测试步骤

C.5.4.1 试样风干后，用木碾在橡皮板上碾散，按最大粒径 2mm 取 $100\text{g} \sim 300\text{g}$ 、最大粒径 10mm 取 $300\text{g} \sim 1000\text{g}$ 的原则，用四分法取代表性试样，置于烘箱中在 $105^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 干燥至恒量后，在干燥器中冷却，称量（精确至 0.01g ）。

C.5.4.2 将试样置于盛水的瓷盆内，用搅棒搅拌使试样充分浸润和颗粒分散。将瓷盆中的悬浮液过 2mm 孔径筛，边搅拌、边冲洗、边过筛，直至筛上仅留 $>2\text{mm}$ 的颗粒为止。将筛上颗粒移入蒸发皿中，放入烘箱，在 $105^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 干燥至恒量后，在干燥器中冷却，称量（精确至 0.01g ）。

C.5.4.3 用带橡皮头的研杆在研钵中研磨 $<2\text{mm}$ 的悬浮液，稍沉降后将上部悬浮液过 $100 \mu\text{m}$ 孔径筛。再向瓷盆内加水研磨，并将上部悬浮液过 $100 \mu\text{m}$ 孔径筛，如此反复，直到瓷盆内悬浮液澄清。最后将瓷盆中全部颗粒倒在 $100 \mu\text{m}$ 孔径筛上，用水冲洗，直至筛上仅留 $>100 \mu\text{m}$ 颗粒为止。将筛上颗粒移入蒸发皿中，放入烘箱，在 $105^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 干燥至恒量后，在干燥器中冷却，称量（精确至 0.01g ）。将 $>2\text{mm}$ 和 $2\text{mm} \sim 100 \mu\text{m}$ 颗粒质量从试样总质量中减去，其差即为试样 $<100 \mu\text{m}$ 部份的质量。如 $<100 \mu\text{m}$ 部份的质量超过试样总质量的20%，则继续按C.5.4.4~C.5.4.6步骤测定。

C.5.4.4 称取粒径 $<100 \mu\text{m}$ 的干燥试样 5.00g （精确至 0.01g ），用六偏磷酸钠溶液浸泡一昼夜。如使用筛析后 $<100 \mu\text{m}$ 的悬浮液进行测试，可将悬浮液充分搅匀，提取相当于含 5.00g 试样的悬浮液，并用六偏磷酸钠溶液 $[\phi(\text{NaPO}_3)_6=4\%]$ 调至悬浮液含0.2%六偏磷酸钠 $[\phi(\text{NaPO}_3)_6=0.2\%]$ 。

C.5.4.5 悬浮液用超声波分散器分散 5min 后，依次分别过 $75 \mu\text{m}$ 、 $50 \mu\text{m}$ 孔径筛，过筛时应用水冲洗。筛上的试样分别移入蒸发皿中，放入烘箱，在 $105^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 干燥至恒量，在干燥器中冷却，称量（精确至 0.01g ）。

C.5.4.6 $50 \mu\text{m}$ 孔径筛下的悬浮液用粒度分析仪进行测定，得到测试结果。

C.5.4.7 测试结果的计算

C.5.4.7.1 按式(C.5)计算筛析法各粒组所占的百分数：

$$X = \frac{m_a}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (\text{C.5})$$

式中：

X— $>2\text{mm}$ 或 $2\text{mm} \sim 100 \mu\text{m}$ 粒组所占的百分数，%；

m_a —2mm 孔径筛上或 100 μm 孔径筛上的颗粒质量, g;

m_0 —试样总质量, g。

C.5.4.7.2 按式(C.6)计算 75 μm 、50 μm 孔径筛上颗粒所占的百分数:

$$X = \frac{m_b}{m_c} \times dx_1 \dots\dots\dots (\text{C. 6})$$

式中:

X —75 μm 、50 μm 孔径筛上颗粒所占的百分数, %;

m_b —75 μm 或 50 μm 孔径筛上的颗粒质量, g。

m_c —<100 μm 部分称取的试样质量, g;

dx_1 —<100 μm 部分试样占试样总质量的百分数, %。

如果整个试样无 >100 μm 颗粒, 则 $dx_1=100\%$ 。

C.5.4.7.3 粒度分析仪测试结果的修正

粒度分析仪仅测试 <50 μm 部分的试样, 因此粒度分析仪测试的小于某粒径的百分数, 按式(C.7)修正为占整个试样的百分数。

$$x = y \times \frac{d_{x2}}{100} \dots\dots\dots (\text{C. 7})$$

式中:

x —小于某粒径试样质量所占的百分数, %;

y —粒度分析仪测试的小于某粒径的百分数, %;

d_{x2} —<50 μm 部分试样占试样总质量的百分数, %。

C.5.4.7.4 制图

在半对数坐标纸上, 用小于某粒径试样质量所占的百分数为纵坐标, 以粒径为横坐标(对数坐标), 绘制粒度分布曲线(见图 C-1)。

C.5.4.7.5 由粒度分布曲线图按粒径由大至小顺序计算各粒组的百分含量:

$$X_n = X_n - X_o$$

式中:

X_n —某粒组百分含量, %;

X_n —某粒组小于上限粒径所占的百分数, %;

X_o —某粒组小于下限粒径所占的百分数, %。

各粒组百分含量计算至一位小数。

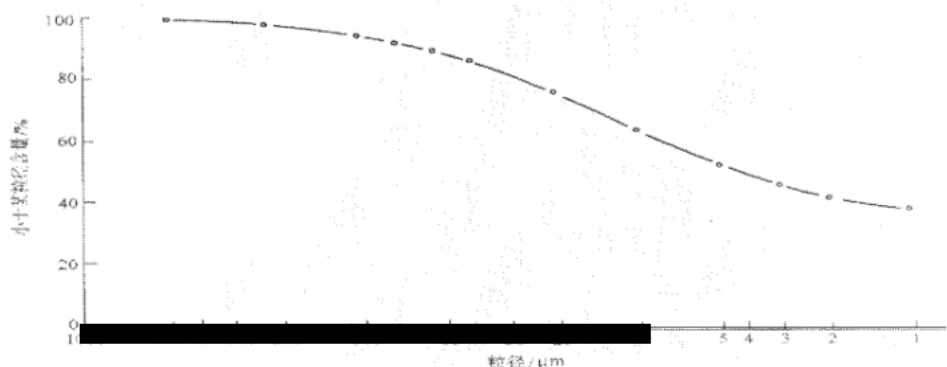


图 C.1 粒度分布曲线图

C.5.4.8 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果的相对差值应不大于 20%。

C.6 比面积的测定

C.6.1 有机极性分子吸附法

C.6.1.1 方法提要

单位质量试样具有的表面积,称为比表面积。本标准采用有机极性分子吸附法。根据乙二醇乙醚以单分子层吸附在试样表面和层间复盖的面积,计算单位质量试样所具有的表面积。

C.6.1.2 试剂和仪器

C.6.1.2.1 乙二醇乙醚 ($C_4H_{10}O_2$)。

C.6.1.2.2 氯化钙(化学纯),使用前在 156℃烘箱中烘 4h。

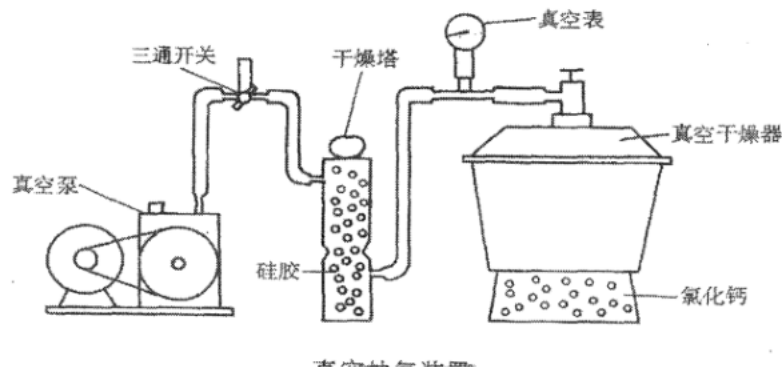
C.6.1.2.3 真空抽气装置(见图 C-2),附真空表, $-0.1\text{MPa} \sim 0\text{MPa}$, 分格值 0.002MPa ; 真空干燥器, $\Phi 300\text{mm}$, 内置氯化钙; 真空泵, 抽气速率不小于 0.5L/S 。

图 C.2 真空抽气装置

C.6.1.2.4 铝盒, $\Phi 50\text{mm} \times 15\text{mm}$ 。

C.6.1.3 试样

按第 4 章规定方法制备。试样在 $105^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 烘箱中烘 2h, 取出, 置于干燥器中冷却, 备用。

C.6.1.4 测试步骤

C.6.1.4.1 称取 1.0000g 试样(精确至 0.0001g), 置于已知质量的铝盒中, 试样平铺盒底。用 2mL 移液管吸取 $1\text{mL} \sim 2\text{mL}$ 乙二醇乙醚均匀滴加在试样上。然后将铝盒和盛有一定量乙二醇乙醚的另一铝盒同时放入真空干燥器内保持 12h 以上, 使试样全部湿润。

C.6.1.4.2 开动真空泵抽气, 在 $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 和残余压力不大于 -0.097MPa 条件下, 使多余的乙二醇乙醚蒸发, 8h 后取出称量(精确至 0.0001g)。以后每抽气 4h 称量一次, 直至恒量为止。在这一过程中应保持仅装有乙二醇乙醚铝盒中的乙二醇乙醚不被蒸干。

C.6.1.4.3 结果的计算

按式 (C.8) 计算试样的比表面积:

$$S = \frac{K \times (m_1 - m - m_0)}{m} \dots\dots\dots (\text{C.8})$$

式中:

S —比表面积, m^2/g ;

m_0 —铝盒质量, g ;

m —称取试样的质量, g;

m_1 —抽气至恒量时试样与铝盒和乙二醇乙醚质量, g;

K —1g 乙二醇乙醚以单分子层紧密排列所复盖的面积, $3469.5 \text{ m}^2/\text{g}$ 。

比表面积计算至个位。

C. 6. 1. 4. 4 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果的相对差值应不大于 10%。

C. 6. 2 低温氮吸附法

C. 6. 2. 1 方法提要

C. 6. 2. 1. 1 单位质量试样具有的表面积, 称为比表面积。凹凸棒石粘土是一种层链状结构的含水富镁铝硅酸盐矿物, 矿物的表面积由矿物颗粒的外表面积和矿物晶格内层间表面积组成。

C. 6. 2. 1. 2 低温氮吸附法是一种测定试样外表面积的色谱测试方法 (BET 法)。在 BET 多层吸附等温方程的线性范围内, 选择三个或三个以上不同的相对压力, 用连续流动色谱法分别测定对应的吸附量。由 BET 多层吸附等温方程确定氮分子在试样表面的单层吸附量, 再由单层吸附量、单个氮分子在试样表面的复盖面积与试样的质量计算试样的比表面积。

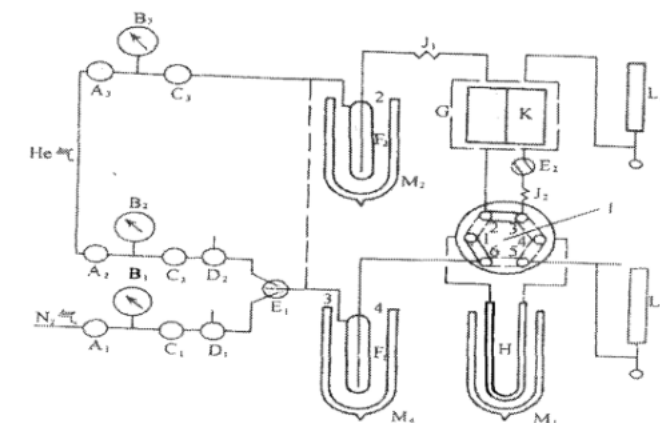
C. 6. 2. 2 试剂和仪器

C. 6. 2. 2. 1 氦气或氢气, 载气, 纯度 99.99%。

C. 6. 2. 2. 2 氮气, 纯度 99.99%。

C. 6. 2. 2. 3 液氮, 温度低于 78°K 。

C. 6. 2. 2. 4 表面积测定仪, 气流示意图见图 C-3:



- | | | | | |
|------------|-----------|------------|------------|-------------|
| A1~A3—稳压阀 | D1~D2—三通阀 | F1~F2—净化冷阱 | I—六通阀 | L1~L2—皂膜流量计 |
| B1~B3—压力表 | E1—混合器 | G—保温墙 | J1~J2—热交换管 | M1~M3—杜瓦瓶。 |
| C1~C3—可调气阻 | E2—混合缓冲器 | H—试样管 | K—热导池; | |

图 C. 3 表面积测定仪气流示意图

C. 6. 2. 2. 5 试样管。

C. 6. 2. 2. 6 脱气炉。

C. 6. 2. 2. 7 皂膜流量计。

C. 6. 2. 2. 8 氧蒸气气压计。

C. 6. 2. 2. 9 积分器。

C. 6. 2. 2. 10 气压计。

C. 6. 2. 2. 11 杜瓦瓶, 3L, 10L。

C.6.2.3 试样

按第4章规定方法制备。

C.6.2.4 测试步骤

C.6.2.4.1 称样

将试样管在 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干, 取出, 置于干燥器中冷却至室温, 称取试样管质量 (精确至 0.0001g)。根据试样管容积和试样比表面积大小, 取约 $0.5\text{g} \sim 1.0\text{g}$ 试样, 将试样装入已称量的干燥试样管内。再将装有试样的试样管在 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 2h, 取出, 置于干燥器中冷却至室温, 称量 (精确至 0.0001g), 差减得到试样质量。

C.6.2.4.2 表面积测定仪仪器常数的测定

C.6.2.4.2.1 仪器气路按双气路连接, 六通阀位于“吸附”位置。将已知容积的空试样管连接在仪器相应接口上, 通入混合气、氮气和载气, 并分别测定气体的流速。在热导池工作电流 (140mA) 附近调节热导池的工作桥路, 使其平衡; 平衡后, 工作电流为 140mA 。选择适当的讯号衰减比。将六通阀位于“脱附”位置, 立即使积分器工作, 记下积分器打印的脉冲数。

C.6.2.4.2.2 再按上述步骤测定另 2 个已知容积的空试样管的各流速和脱附时的脉冲数。3 个试样管的容积相互至少相差 2mL 。

C.6.2.4.2.3 按式 (C.9) 计算仪器常数:

$$K_{ij} = \alpha f \frac{(V_i - V_j)}{A_i R_{ci} - A_j R_{cj}} \quad \begin{matrix} i=1, 2, 3 \\ j=1, 2, 3 \end{matrix} \dots\dots\dots \text{(C.9)}$$

式中:

K_{ij} —用第 i 个和第 j 个空试样管得到的数据计算的仪器常数;

V_i 、 V_j —第 i 个和第 j 个空试样管的容积, mL ;

A_i 、 A_j —用第 i 个和第 j 个空试样管测得的脱附脉冲数;

R_{ci} 、 R_{cj} —用第 i 个和第 j 个空试样管测定时的载气流速, mL/min ;

α —氮气在混合气中的分压;

$$\alpha = \frac{R_N}{R_i}$$

R_N 、 R_i —分别为氮气和混合气的流速, mL/min ;

f —环境系数;

$$f = \frac{273.15 \times P_a}{1013.25 \times T}$$

P_a —大气压, mbar ;

T —室温 $^{\circ}\text{C}$ 。

C.6.2.4.2.4 仪器常数的取值

C.6.2.4.2.4.1 每个讯号衰减比下测得的 3 个仪器常数, 其相对误差不得 $>10\%$ 。仪器常数的测定, 一年不应少于 1 次。

C.6.2.4.2.4.2 将表面积测定仪气路按单气路连接, 六通阀位于“脱附”位置。将已称量的装有试样的试样管接在表面积测定仪相应的接口上。打开氢气瓶, 氢气出压 0.4MPa ; 打开氮气瓶, 氮气出压 0.3MPa 。将表面积测定仪上的氢气调压阀调至 0.1MPa , 氮气调压阀调至 0.05MPa 。将液氮注入大冷阱杯至大半杯, 并套在冷阱管上。

C.6.2.4.2.4.3 将脱气炉套在试样管上。插好温度计, 用云母片盖好盖缝。升高脱气炉至近试样管接口螺母。接通表面积测定仪电源, 调整加热旋钮至设定加热温度。炉温达到设定温度, 就开始计时。脱

气完毕,卸下脱气炉。一般试样加热温度为 200℃,加热时间为 60min。特殊要求,另行设定。

C.6.2.4.2.4.4 分别调整氦气调压阀和氮气调压阀,用皂膜流量计分别测定氦气和混合气的流速,并使相对压力为 0.05MPa~0.06MPa。在热导池工作电流(140mA)附近调节热导池工作桥路,使其平衡,平衡后的工作电流为 140mA,并选择适当的讯号衰减比。

C.6.2.4.2.4.5 在另一保温杯中盛满液氮,用氧蒸气气压计测定液氮的饱和蒸气压。再测量室温和大气压。

C.6.2.4.2.4.6 将保温杯套于试样管上,吸附 15min 后取下保温杯,立刻按下积分器的工作键,积分器工作,并打印出氮脱附量对应的脉冲数。

C.6.2.4.8 另取 2 个或 2 个以上互不相同的、且在 0.05MPa~0.35MPa 范围内的相对压力下,重复上述步骤,分别测出相应的氮脱附量的对应脉冲数。

C.6.2.4.3 结果的计算

C.6.2.4.3.1 相对压力按式(C.10)计算:

$$X = \frac{P_N}{P_s} \left(1 - \frac{R_{He}}{R_t} \times \frac{P_a}{P_s} \right) \dots\dots\dots (C.10)$$

式中:

X —相对压力;

P_N —氮气压力, mbar;

P_s —氮在液氮温度下的饱和蒸气压, mbar;

R_{He} —氦气流速, mL/min;

R_t —混合气流速, mL/min;

P_a —大气压, mbar。

C.6.2.4.3.2 吸附量按式(C.11)计算:

$$V = K \times R_t \times A_n \dots\dots\dots (C.11)$$

式中:

V —氮吸附量, mL;

K —表面积测定仪仪器常数, mL;

R_t —混合气流速, mL/min;

A_n —与试样脱附量对应的脉冲数。

C.6.2.4.3.3 以各相对压力 X 为横座标,对应的量 $X/V_n \times (1-X)$ 为纵座标,求得所得直线的截距和斜率(也可用线性回归法求得)。单分子层吸附量按式(C.12)计算:

$$V_m = \frac{1}{A+B} \dots\dots\dots (C.12)$$

式中:

V_n —标准状态下的单分子层吸附量, mL;

A —直线的截距;

B —直线的斜率。

C.6.2.4.3.3 外比表面积按式(C.13)计算:

$$S_b = K \times \frac{V_m}{m} \dots\dots\dots (C.13)$$

式中:

S_b —试样外比表面积, m^2/g ;

V_n —单分子层吸附量, mL;

m —试样质量, g;

K —换算系数, $4.36 \text{ m}^2/\text{mL}$, 相当于 1 mL 被吸附的氮分子铺成单层所复盖的面积。

外比表面积计算至一位小数。同一试样的相对压力与 $X/V_a(1-X)$ 之间的相关系数, 不得超过 5% 置信水平的临界值。如超出临界值, 应改变相对压力补测数据, 但补测数据不得超过两组, 否则重新取样测试。

C. 6. 2. 4. 7 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果的相对差值应不大于 10%。

C. 7 阳离子交换量的测定

C. 7. 1 方法提要

凹凸棒石粘土含有一定量可交换的阳离子。当用氯化铵—氢氧化铵溶液为交换溶液时, 试样中的可交换阳离子就和交换液中的铵离子发生交换。根据交换液中测得的钾、钠、钙、镁离子的含量, 可以了解试样的离子交换性质。交换后的试样洗净多余的氯化铵, 再加入氯化钙溶液置换出所交换的铵离子, 然后和甲醛缩合产生等摩尔的盐酸, 用氢氧化钠标准溶液滴定, 测得阳离子交换容量。

C. 7. 2 试剂和仪器

C. 7. 2. 1 氯化铵—氢氧化铵交换液

称取 30g 氯化铵, 加入 30mL 氨水 ($\rho 0.90\text{g/mL}$), 再加水溶解后稀释至 1000mL。交换液配置时间不宜过长, 瓶塞盖紧。

C. 7. 2. 2 混合标准溶液

称取 0.5005g 碳酸钙 (CaCO_3 , 优级纯, 精确至 0.0001g)、0.2015g 氧化镁 (MgO , 优级纯, 精确至 0.0001g)、0.1169g 氯化钠 (NaCl , 优级纯, 精确至 0.0001g) 和 0.1491g 氯化钾 (KCl , 优级纯, 精确至 0.0001g), 置于 250mL 烧杯中, 用少量 (1+1) 盐酸溶解后, 加热煮沸赶尽二氧化碳, 冷却, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液 $c(1/2\text{Ca}^{2+})=0.0100\text{mol/L}$ 、 $c(1/2\text{Mg}^{2+})=0.0100\text{mol/L}$ 、 $c(\text{Na}^{+})=0.0020\text{mol/L}$ 、 $c(\text{K}^{+})=0.0020\text{mol/L}$ 。

C. 7. 2. 3 聚氧化乙烯溶液

称取 0.5g 聚氧化乙烯 [$-(\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O})_n$, 试剂级], 用 500mL 水浸泡过夜。

C. 7. 2. 4 氯化钙—甲醛混合液

称取 500g 氯化钙和 500mL 甲醛, 用 4000mL 水溶解后, 以 1mol/L 氢氧化钠溶液调至酚酞指示剂呈微红色。

C. 7. 2. 5 氢氧化铵溶液, $c(\text{NH}_4\text{OH})=0.01\text{mol/L}$

取 1.4mL (1+1) 氨水, 加水稀释至 1000mL。

C. 7. 2. 6 氢氧化钠标准溶液, $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$

C. 7. 2. 6. 1 称取 4g 氢氧化钠, 溶解于 1000mL 刚煮沸冷却的水中。

C. 7. 2. 6. 2 标定

称取 0.5000g 曾在 120°C 烘 2h 的苯二甲酸氢钾 ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$, 优级纯, 精确至 0.0001g), 置于 250mL 烧杯中, 加入 50mL 刚煮沸冷却的水, 搅拌溶解, 加 2 滴酚酞指示剂, 用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈粉红色。按下式计算氢氧化钠标准溶液的浓度:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{0.5000 \times 1000}{204.23 \times V}$$

式中:

$c(\text{NaOH})$ —氢氧化钠标准溶液的浓度, mol/L;

V —滴定时所消耗氢氧化钠标准溶液体积, mL;

204.23—苯二甲酸氢钾的摩尔质量, g/mol。

C. 7. 2. 7 酚酞指示剂

称取 0.1g 酚酞, 溶解在 100mL 无水乙醇中。

C.7.2.8 氯化锶溶液

称取 500g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), 溶解于水中, 并加水稀释至 3000mL。

C.7.2.9 氢氧化钠溶液, $c(\text{NaOH}) = 1\text{mol/L}$

称取 4g 氢氧化钠, 溶解于 100mL 刚煮沸冷却的水中。

C.7.2.10 原子吸收分光光度计, 附钙、镁、钠、钾空心阴极灯。

C.7.3 试样

按第 4 章规定方法制备。

C.7.4 测试步骤

7.4.1 试样溶液的制备

称取 1.0000g 试样(精确至 0.0001g), 置于 100mL 烧杯中。加入 25mL 氯化铵—氢氧化铵交换液, 摇匀, 放置 25min。边摇边加入 10 滴聚氧化乙烯溶液, 待溶液絮凝澄清后, 用快速定性滤纸($\phi 9\text{cm}$)过滤于 100mL 容量瓶中, 用氢氧化铵溶液洗涤烧杯及试样 5 次~6 次。滤液加入 4mL (1+1) 盐酸, 稀释至刻度, 摇匀, 作可交换阳离子的测试。残渣继续用氢氧化铵溶液洗涤至用硝酸银指示剂(1g/L)检查至无氯离子, 作阳离子交换容量的测试。

C.7.4.2 可交换阳离子的测试

C.7.4.2.1 吸取 10.0mL 滤液置于 50mL 容量瓶中, 加入 5mL 氯化锶溶液和 1mL (1+1) 盐酸, 加水稀释至刻度, 摇匀。在原子吸收分光光度计上, 用吸收法测定钙、镁的吸光度, 用发射法测定钾、钠的发射强度。从校准曲线上查得相应的钙、镁、钾、钠量。

C.7.4.2.2 校准曲线的绘制

在 100mL 容量瓶中分别加入 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL 混合标准溶液, 加入 10mL 氯化锶溶液、2mL (1+1) 盐酸和 3mL 氯化铵—氢氧化铵交换液, 加水稀释至刻度, 摇匀。以下按测试步骤测定吸光度和发射强度。以吸光度或发射强度为纵座标, $E(1/2\text{Ca}^{2+})$ 、 $E(1/2\text{Mg}^{2+})$ 、 $E(\text{Na}^+)$ 、 $E(\text{K}^+)$ 量为横座标, 分别绘制校准曲线。

C.7.4.3 阳离子交换容量的测试

将滤纸连同试样残渣一起放在 100mL 锥形瓶中, 加入 25mL 氯化钙—甲醛混合液, 约加入相当阳离子交换容量 80% 的氢氧化钠标准溶液, 再加 4 滴酚酞指示剂, 盖上橡皮塞, 手摇激烈振荡 1min。继续边摇边用氢氧化钠标准溶液滴定, 当溶液出现红色时停止滴定。摇动 3min~5min, 若红色消失则需再滴定, 直至 3min~5min 内红色稳定为止。

随同试样进行空白试验。

C.7.4.4 结果的计算

C.7.4.4.1 可交换阳离子分量按(C.14)式计算:

$$E = \frac{C}{m \times \frac{V}{100} \times 2} \dots\dots\dots (\text{C.14})$$

式中:

E —可交换阳离子分量, mmol/g($\times 100$, mmol/100g);

C —从校准曲线查得的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Na^+ 、 K^+ 量, mmol 值;

m —称取试样的质量, g;

V —从 100 毫升交换液中分取毫升数, mL。

C.7.4.4.2 阳离子交换容量按式(C.15)计算:

$$\text{CEC} = \frac{C \times V}{m} \dots\dots\dots (\text{C.15})$$

式中:

CEC—阳离子交换容量, mmol/g($\times 100$, mmol/100g);

C—氢氧化钠标准溶液的浓度, mol/L;

V—滴定时所消耗氢氧化钠标准溶液体积, mL;

m—称取试样的质量, g。

可交换阳离子量和阳离子交换容量计算至四位小数(两位小数)。

C.7.4.5 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果的绝对差值应不大于 3mmol/100g。

C.8 脱色力的测定

C.8.1 方法提要

凹凸棒石粘土或经一定条件活化后的活性凹凸棒石粘土具有的脱色能力称为脱色力。凹凸棒石粘土试样或用盐酸 [$\phi(\text{HCl})=4\%$] 活化后的活性凹凸棒石粘土试样, 以菜油为脱色介质, 与标准样品在同一测试条件下进行脱色比较, 计算脱色力。

C.8.2 试剂和仪器

C.8.2.1 菜油

取新鲜、清亮的菜油, 于 510nm 波长, 1 cm 比色皿中, 以空气作参比, 用分光光度计调节吸光度在 0.8~0.9 之间。如吸光度太大, 可用脱色试验后的菜油稀释。也可将菜油先用凹凸棒石粘土搅拌处理 1 次, 除去菜油中污物, 对脱色力测试有益。

C.8.2.2 标准样品

PG-4, 脱色力 110。

C.8.2.3 分光光度计。

C.8.2.4 试验筛, 筛孔直径 0.075mm, 符合 GB6003.1-1997 标准。

C.8.2.5 锥形瓶, 150mL, 附有 40 cm 长空气冷凝玻璃管。

C.8.3 试样

C.8.3.1 凹凸棒石粘土试样

按第 4 章规定方法制备。

C.8.3.2 活性凹凸棒石粘土试样的制备

称取凹凸棒石粘土试样 1.0g(精确至 0.1g), 置于 150mL 锥形瓶中, 加入 50mL 盐酸 [$\phi(\text{HCl})=4\%$], 装上空气冷凝玻璃管, 在电热板上加热煮沸 1h。1h 后取下锥形瓶, 用水吹洗空气冷凝玻璃管, 放置冷却至室温。用慢速定性滤纸过滤, 并用水洗净锥形瓶, 再用水洗涤至滤液 pH4~5。将滤纸连同活化后试样放入 100mL 烧杯中, 在 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥。然后用玛瑙研钵研碎至全部通过试验筛, 混匀。继续在烘箱中干燥 2h, 取出, 置于干燥器中存放 12h 以上, 备用。

C.8.4 测试步骤

C.8.4.1 在 10mL 带刻度比色管中准确加入 10.0mL 菜油, 按下表预计脱色力范围称取相应质量的试样(精确至 0.0001g), 将试样移入比色管中, 塞紧盖子, 轻轻摇动使试样均匀分散于菜油介质中。

预计脱色力范围	凹凸棒石粘土或活性凹凸棒石粘土试样称量 g
<50	0.2000
50~200	0.1000
>200	0.0700

C.8.4.2 将比色管放在沸水浴中加热 1h。在此过程中每隔 10min 摇动一次, 每次要将比色管底部的试样彻底摇起, 摇匀, 防止结块。由沸水浴中取出比色管, 冷却至室温。用双层慢速定性滤纸 ($\Phi 9\text{ cm}$) 干过滤于 10mL 烧杯中。因过滤速度慢, 可放置过夜。将过滤后的菜油置于 1 cm 比色皿中, 在分光光度计上, 于 510nm 波长处, 以空气作参比, 测得吸光度, 从校准曲线上查得相应的标准样品质量。

C.8.4.3 校准曲线的绘制

分别称取 0.0400g、0.0800g、0.1200g、0.1600g、0.2000g 标准样品(精确至 0.0001g),按 C.8.4.1~

C.8.4.3 操作,测得吸光度。以吸光度为纵座标,标准样品质量为横座标,绘制校准曲线。

C.8.4.4 结果的计算

脱色力按式(C.16)计算:

$$T = T_0 \times \frac{m_1}{m_2} \dots\dots\dots (C.16)$$

式中:

T—脱色力;

T₀—标准样品脱色力, 110;

m₁—在校准曲线上查得的与试样吸光度相对应的标准样品质量, g;

m₂—称取试样的质量, g。

脱色力计算至个位。

C.8.4.5 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果原土脱色力,相对差值应不大于 15%;活化土脱色力>200,相对差值应不大于 10%;活化土脱色力 80~200,绝对差值应不大于 20;活化土脱色力<80,差值不计。

C.9 脱色率的测定

C.9.1 沥青灯用煤油法

C.9.1.1 方法提要

取一定体积的已知吸光度的沥青灯用煤油,加入一定量的试样(凹凸棒石粘土或经一定条件活化后的活性凹凸棒石粘土)进行脱色,测定脱色后沥青灯用煤油的吸光度,然后根据吸光度的减少值计算以百分数表示的脱色率。本法适用于石油工业应用。

C.9.1.2 试剂和仪器

C.9.1.2.1 灯用煤油应符合 GB253 规定。

C.9.1.2.2 建筑石油沥青应符合 GB494 规定。

C.9.1.2.2 分光光度计。

C.9.1.2.3 电动振荡器。

C.9.1.2.4 塞锥形瓶, 250mL, 150mL。

C.9.1.3 试样

C.9.1.3.1 凹凸棒石粘土试样

按第 4 章规定方法制备。

C.9.1.3.2 活性凹凸棒石粘土试样的制备

按 C.8.3.2 进行。

C.9.1.4 测试步骤

C.9.1.4.1 无色灯用煤油的制备

取 200g 预先在 105℃±3℃烘箱中干燥的凹凸棒石粘土,置于 1000mL 灯用煤油中,激烈搅拌 10min,用中速定性滤纸过滤于清洁干燥的容器中,在分光光度计上,于 590nm 波长处,用 1 cm 比色皿,以水作参比,测得吸光度,其吸光度应为零。

C.9.1.4.2 沥青灯用煤油的制备

将建筑石油沥青的外表面用小刀切去后,切成丝状。称取 0.74g~0.75g 丝状建筑石油沥青置于 250mL 烧杯中,加入少量无色灯用煤油,再在 70℃~80℃水浴中不断搅拌至全部溶解。然后用无色灯用煤油稀释至 1000mL,混匀,放置 1h。在分光光度计上,于 590nm 波长处,用 1 cm 比色皿,以无色灯用

煤油作参比,测得吸光度,其吸光度应为 1.00 左右。

C.9.1.5 测定

称取 1.50g (精确至 0.01g) 凹凸棒石粘土试样或活性凹凸棒石粘土试样,置于清洁干燥的 250mL 带磨口塞锥形瓶中,用移液管加入 50.0mL 沥青灯用煤油,轻轻振摇使试样分散,加塞后置于电动振荡器上振荡 60min (精确至 1min)。用慢速定性滤纸过滤全部溶液于洁净干燥的 150mL 带磨口塞锥形瓶中,将滤液摇匀。在分光光度计上,于 590nm 波长处,用 1 cm 比色皿,以无色灯用煤油作参比,测得吸光度。

C.9.1.6 结果的计算

按下式计算试样的脱色率:

$$T_R = \frac{A_0 - A_1}{A_0} \times 100 \dots\dots\dots (C. 17)$$

式中:

T_R —脱色率, %;

A_0 —脱色前沥青灯用煤油的吸光度;

A_1 —脱色后沥青灯用煤油的吸光度。

脱色率计算至一位小数。

C.9.1.7 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果的绝对差值应不大于 1%。

C.9.2 大豆油法

C.9.2.1 方法提要

取一定量新鲜中和大豆油,加入一定量试样,在 115℃ 加热脱色净化,然后根据脱色前后大豆油吸光度的差值与脱色前大豆油吸光度的比值,计算得到试样的脱色率。本法适用于食用油工业应用。

C.9.2.2 试剂和仪器

C.9.2.2.1 新鲜中和大豆油,吸光度 0.20~0.35。

C.9.2.2.2 分光光度计。

C.9.2.2.3 恒温磁力搅拌器。

C.9.2.2.4 带磨口塞锥形瓶,250mL。

C.9.2.3 试样

C.9.2.3.1 凹凸棒石粘土试样

按第 4 章规定方法制备。

C.9.2.3.2 活性凹凸棒石粘土试样的制备

按 C.8.3.2 进行。

C.9.2.4 测试步骤

C.9.2.4.1 称取 40.00g 新鲜中和大豆油 (精确至 0.01g) 置于清洁干燥的 250mL 带磨口塞锥形瓶中,加入 0.4000g 试样 (凹凸棒石粘土试样或活性凹凸棒石粘土干燥试样,精确至 0.0001g),将锥形瓶放在恒温磁力搅拌器上加热搅拌,在 105℃ ± 2℃ 保持 20min。

C.9.2.4.2 取下锥形瓶,用中速定性滤纸干过滤,滤液用干燥 50mL 烧杯承接。过滤后的大豆油,在分光光度计上,于 520nm 波长处,用 1cm 比色皿,以水作参比,测得吸光度。

C.9.2.4.3 结果的计算

脱色率按式 (C. 18) 计算:

$$T_R = \frac{A_0 - A_1}{A_0} \times 100 \dots\dots\dots (C. 18)$$

式中:

T_d ——脱色率, %;

A_0 ——脱色前大豆油的吸光度;

A_1 ——脱色后大豆油的吸光度。

脱色率计算至一位小数。

C. 9. 2. 4. 4 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果的绝对差值应不大于 1%。

C. 10 吸湿率的测定

C. 10. 1 方法提要

试样在规定条件下吸附的水汽质量与试样质量之比, 称为吸湿率。取一定质量干燥试样, 置于盛有饱和氯化钠溶液的密闭容器内, 在规定的温度和时间下吸附水汽, 计算吸湿率。

C. 10. 2 试剂和仪器

C. 10. 2. 1 饱和氯化钠溶液

称取 400g 氯化钠 (化学纯), 溶于 1000mL 水中, 充分搅拌后, 适当静置, 取上部澄清液。

C. 10. 2. 2 鼓风干燥箱, 干燥室不小于 350mm×450mm×450mm, 温差 $<\pm 1^\circ\text{C}$ 。

C. 10. 2. 3 称量瓶, 内径 40mm, 高 20mm。

C. 10. 2. 4 恒湿器, $\Phi 240\text{mm}$ 干燥器, 瓷板下部置饱和氯化钠溶液。

C. 10. 3 试样

按第 4 章规定方法制备。

C. 10. 4 测试步骤

C. 10. 4. 1 取 1.5g 试样, 置于已知干燥质量的称量瓶中, 轻轻摇动称量瓶, 使试样铺成均匀一层, 置于烘箱中, 在 $105^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 干燥 2h。由烘箱中取出称量瓶, 轻轻盖上称量瓶盖, 立即置于干燥器中冷却至室温, 称量 (精确至 0.0001g)。

C. 10. 4. 2 开称量瓶盖, 置于恒湿器中, 恒湿器应预先在 $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 鼓风干燥箱中放置 1h。将恒湿器放入鼓风干燥箱中, 开启鼓风机, 在 $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 下恒湿吸附 48h。取出恒湿器, 打开恒湿器盖, 立即盖上称量瓶盖。取出称量瓶, 称量 (精确至 0.0001g)。

C. 10. 4. 3 结果计算

吸湿率按式 (C.19) 计算:

$$A_m = \frac{m_3 - m_2}{m_2 - m_1} \times 100 \quad \text{..... (C. 19)}$$

式中:

A_m ——吸湿率, %;

m_1 ——称量瓶质量, g;

m_2 ——称量瓶和干燥试样质量, g;

m_3 ——称量瓶和吸湿后试样质量, g。

吸湿率计算至两位小数。

C. 10. 4. 4 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果的相对差值应不大于 10%。

C. 11 吸油量的测定

C. 11. 1 方法提要

试样在规定条件下吸附精炼亚麻仁油的质量与试样质量之比, 称为吸油量。

C. 11. 2 试剂和仪器

C. 11. 2. 1 炼亚麻仁油, 酸值每克含氢氧化钾 5mg~7mg。

C. 11. 2. 2 玻璃板, 面积不小于 300mm×400mm。

C.11.2.3 调漆刀。

C.11.2.4 注射器, 容积 1ml, 分格值 0.01ml。

C.11.3 试样

按第 4 章规定方法制备。

C.11.4 测试步骤

C.11.4.1 称取 2.000g 试样 (精确至 0.001g), 放在玻璃板上, 用注射器缓慢地加入精炼亚麻仁油。第一次加入精炼亚麻仁油的量, 可控制在预计试样吸油量的 70%左右, 用调漆刀将精炼亚麻仁油和试样拌合均匀。

C.11.4.2 继续加入精炼亚麻仁油, 视第一次加入精炼亚麻仁油后和试样形成的混合物状态, 每次加几滴或每次只加一滴, 每加一次都要用调漆刀将精炼亚麻仁油和试样调匀。当加最后一滴时, 试样与精炼亚麻仁油粘结成团, 用调漆刀铲起不散即为终点。读取注射器读数, 记录加油量。全部操作应在 15min~20min 内完成。

C.11.4.3 结果的计算

吸油量按式 (C.20) 计算:

$$A_0 = \frac{0.93 \times V}{m} \times 100 \dots\dots\dots (C.20)$$

式中:

A_0 —吸油量, %;

V —注射器读数, ml;

m —称取试样的质量, g;

0.93—精炼亚麻仁油密度, g/cm³。

吸油量计算至一位小数。

C.11.4.4 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果的相对差值应不大于 5%。

C.12 胶体率的测定

C.12.1 方法提要

在饱和盐水介质中, 凹凸棒石粘土经高剪切力分散后的悬浮液, 在 100mL 刻度比色管中静止沉降 24h 后悬浮体所占的容积称为胶体率。

C.12.1 试剂和仪器

C.12.2.1 饱和氯化钠溶液

称取 400g 氯化钠 (化学纯), 加入 1000mL 水, 充分搅拌并静置, 取上部澄清液或用滤纸滤去未溶解的氯化钠。

C.12.2.2 高速搅拌器, 在负载状态下转速 11000r/min±300r/min, 具有波纹形搅拌叶片, 悬浮液杯深 180mm, 顶端内径 97mm, 底端内径 70mm。

C.12.2.3 刻度比色管, 100mL, 具有 1.0mL 分度。

C.12.3 试样

按第 4 章规定方法制备。试样在 105℃±3℃烘箱中干燥 4h, 取出, 置于干燥器中冷却, 备用。

C.12.4 测试步骤

C.12.4.1 称取 10.50g 试样 (精确至 0.01g), 加入已盛有 350mL 饱和氯化钠溶液的悬浮液杯中, 在高速搅拌器上搅拌 20min。取下, 立即倒入 100mL 刻度比色管中至满刻度。静置 24h 后, 读取悬浮体界面处刻度值 (精确至 0.1mL)。

C.12.4.2 结果的计算

胶体率式 (C.21) 计算:

$$V_c = \frac{V}{m} \dots\dots\dots (C.21)$$

式中:

V_c —胶体率, mL/g($\times 3$, mL3g);

V —悬浮体界面的刻度值, mL;

m —称取试样的质量, g。

胶体率计算至一位小数。

C.12.4.3 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果 ≥ 20 mL/g, 其绝对差值应不大于 2 mL/g; 平行测试结果 < 20 mL/g, 其绝对差值不计。

C.13 粘度的测定

C.13.1 方法提要

在一定测试环境温度下, 取一定量试样与一定量水混合, 置于高速搅拌机上高速搅拌一定时间后, 在旋转粘度计上测得试样悬浮液的粘度。

C.13.2 仪器

C.13.2.1 高速搅拌机, 在负载情况下转速 $11000\text{r/min} \pm 300\text{r/min}$, 具有波纹形搅拌叶片, 悬浮液杯深 180mm, 顶端内径 97mm, 底端内径 70mm。

C.13.2.2 旋转粘度计, NDJ-1 型, 250ml 粘度杯。

C.13.3 试样

按第 4 章规定方法制备。

C.13.4 测试步骤

C.13.4.1 调节测试环境温度 $25^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

C.13.4.2 称取 28.0g 试样 (精确至 0.1g), 置于高速搅拌机的悬浮液杯中, 加入 372g 水, 将悬浮液杯置于高速搅拌机上, 在 $11000\text{r/min} \pm 300\text{r/min}$ 转速下搅拌 20min。

C.13.4.3 立即将试样悬浮液倒入旋转粘度计的粘度杯中, 根据试样悬浮液的粘度, 选择合适的粘度计“转子”和“转速”, 读取“指定圈”读数, 再将“读数值”乘以“指定倍数”即得试样的粘度值 ($\text{mPa} \cdot \text{s}$) (一般采用 3 号转子, 30r/min 转速, 第二圈读数, 读数值 $\times 40$ 倍= 试样粘度值)。粘度值计算至个位数。

C.13.4.4 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果的相对差值应不大于 5%。

C.14 饱和盐水造浆率的测定

C.14.1 方法提要

试样按规定方法用饱和氯化钠溶液配制成视粘度为 $15\text{mPa} \cdot \text{s}$ 泥浆的体积数, 称为饱和盐水造浆率。

C.14.2 试剂和仪器

C.14.2.1 饱和氯化钠溶液: 称取 400g 氯化钠 (化学纯), 加入 1000mL 水, 充分搅拌后, 适当静置, 取上部澄清液或用滤纸滤去未溶解的氯化钠。

C.14.2.2 正辛醇 (化学纯, $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{O}$)。

C.14.2.3 高速搅拌机, 在负载情况下转速 $11000\text{r/min} \pm 300\text{r/min}$, 具有波纹形搅拌叶片, 泥浆杯深 180mm, 顶端内径 97mm, 底端内径 70mm。

C.14.2.4 范氏旋转粘度计, 测定范围 $0 \text{ mPa} \cdot \text{s} \sim 150\text{mPa} \cdot \text{s}$ (视粘度)。

C.14.3 试样

C.14.3.1 按第 4 章规定方法制备。

C.14.3.2 按 C.14.3.3 测定试样含水率后, 按式 (C.22) 计算配浆时应称取的试样质量:

$$m = \frac{m_0}{1 - \frac{W}{100}} \dots\dots\dots (C. 22)$$

式中:

m —配浆时称取的试样质量, g;

m_0 —配浆应称取的干燥试样质量, g;

W —含水率, %。

C. 14. 3. 3 含水率的测定

称取 10.000g 凹凸棒石粘土试样 (精确至 0.001g), 置于已知干燥质量的蒸发皿中。将盛有试样的蒸发皿放在 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 4h。取出, 置于干燥器中冷却至室温, 称量 (精确至 0.001g)。然后再放入 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 2h。取出, 置于干燥器中冷却, 称量。如此反复直至恒量。

含水率按式 (C. 23) 计算:

$$W = \frac{10.000 - (m_2 - m_1)}{10.000} \times 100 \dots\dots\dots (C. 23)$$

式中:

W —含水率, %;

m_1 —蒸发皿干燥质量, g;

m_2 —蒸发皿和干燥试样质量, g。

含水率计算至两位小数。

C. 14. 4 视粘度测试步骤

C. 14. 4. 1 在 $24^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 条件下, 称取不同质量的试样 3 份 (精确至 0.01g), 分别放入已预先盛有 350mL 饱和氯化钠溶液的泥浆杯中, 配成的悬浮液要求视粘度超过 $15\text{mPa} \cdot \text{s}$, 并介于 $10\text{mPa} \cdot \text{s} \sim 25\text{mPa} \cdot \text{s}$ 之间。

C. 14. 4. 2 将泥浆杯移至高速搅拌机上, 在 $11000\text{r}/\text{min} \pm 300\text{r}/\text{min}$ 搅拌 5min。取下泥浆杯, 刮下粘附在容器壁上的试样, 继续搅拌 35min (累计搅拌时间为 40min)。静置 1h 后, 再搅拌 5min。

C. 14. 4. 3 取下泥浆杯, 将悬浮液倒入已加有 2 滴正辛醇的范氏旋转粘度计的测试杯内至标记处。然后在 $24^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 条件下, 用范氏旋转粘度计分别测定各杯泥浆在 $600\text{r}/\text{min}$ 时的读数。

C. 14. 4. 4 结果的计算

视粘度按式 (C. 24) 计算:

$$A_v = 1/2 \Phi 600 \dots\dots\dots (C. 24)$$

式中:

A_v —视粘度, $\text{mPa} \cdot \text{s}$;

$\Phi 600$ —范氏旋转粘度计 $600\text{r}/\text{min}$ 时的读数, $\text{mPa} \cdot \text{s}$ 。

在半对数坐标纸上以视粘度 (对数座标) 为纵座标, 泥浆浓度 (以 g 凹凸棒石粘土/ 100cm^3 饱和氯化钠溶液表示) 为横座标, 划出通过 3 份泥浆视粘度测点的直线, 查出与 $15\text{mPa} \cdot \text{s}$ 处对应的泥浆浓度, 饱和盐水造浆率按式 (C. 24) 计算:

$$y_s = \frac{100}{c} + 0.4 \dots\dots\dots (C. 24)$$

式中:

y_s —饱和盐水造浆率, m^3/t ;

c —视粘度为 $15\text{mPa} \cdot \text{s}$ 时泥浆的浓度, $\text{g}/100\text{cm}^3$ 。

饱和盐水造浆率计算至一位小数。

C.14.4.5 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果 $>10 \text{ m}^3/\text{t}$ ，其绝对差值应不大于 $1 \text{ m}^3/\text{t}$ ；平行测试结果 $5 \text{ m}^3/\text{t} \sim 10 \text{ m}^3/\text{t}$ ，其绝对差值应不大于 $0.5 \text{ m}^3/\text{t}$ ；平行测试结果 $<5 \text{ m}^3/\text{t}$ ，其绝对差值不计。

C.15 白度的测定

C.15.1 方法提要

试样按规定方法制成试样板，以氧化镁标准白板为基准，在白度仪上测定 457nm 单色光的反射率，此反射率即为白度，以百分数表示。

C.15.2 仪器设备

C.15.2.1 白度仪，色差计式或滤光片直读式，有效峰值波长 $457\text{nm} \pm 5\text{nm}$ 。

C.15.2.2 恒压粉体压样器，恒定压力 0.29MPa 。

C.15.2.3 标准白板，GSBA67001-86《氧化镁白度实物标准》，使用前用恒压粉体压样器压制标准白板。

C.15.3 试样

按第4章规定方法制备。将一定量干燥试样注入恒压粉体压样器中，压制表面平整、无裂纹、无污点的试样板。

C.15.4 测试步骤

C.15.4.1 按白度仪使用方法预热、调校。根据白度仪类型选择单色光波长为 457nm 或相应的滤光片。

C.15.4.2 用标准白板调节白度仪至规定的量值。稳定后，测定试样板的绝对反射率，此反射率即为试样的白度，以百分数(%)表示。

白度读数精确至一位小数。

C.15.4.3 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果的绝对差值应不大于 0.5% 。

C.16 胶质价的测定

C.16.1 方法提要

试样置于盛有适量水的量筒中，混匀后加入氧化镁，再加水稀释，放置沉降 24h ，试样凝聚形成的凝胶体积，称为胶质价。

C.16.2 试剂和仪器

C.16.2.1 轻质氧化镁(化学纯)，粉状，盒装，临用时新开盒或存放于置有变色硅胶的干燥器中。

C.16.2.2 带塞量筒， 100mL ，起始读数值为 5mL ，最小分度值为 1mL ，直径为 25mm 。

C.16.2.3 试样

按第4章规定方法制备。

C.16.4 测试步骤

C.16.4.1 称取 15.00g 试样(精确至 0.01g)，置于已加入 70mL 水的带塞量筒中，塞紧量筒塞，手握量筒按上下方向摇动 300 次，使试样与水混匀。在光亮处观察，应无明显颗粒或团块。

C.16.4.2 打开量筒塞，加入 1.00g (精确至 0.01g)轻质氧化镁，再加水至 100mL 刻度处，塞紧量筒塞，再上下摇动 200 次。将带塞量筒置于不受震动的台面上，静置 24h ，读取凝胶沉降界面的刻度值(精确至 0.5mL)。

C.16.4.3 结果的计算

胶质价按式(C.25)计算：

$$V_G = \frac{V}{m} \dots\dots\dots \text{(C.25)}$$

式中：

V_G —胶质价， $\text{mL/g} (\times 15, \text{mL}/15\text{g})$ ；

V—凝胶沉降界面的刻度值, mL;

m—称取试样的质量, g。

胶质价计算至两位小数 (一位小数)。

C. 16. 4. 4 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果 ≥ 50 mL/15g, 其相对差值应不大于 10%; 平行测试结果 < 50 mL/15g, 其绝对差值应不大于 5 mL/15g。

C. 17 膨胀容的测定

C. 17. 1 方法提要

试样置于盛有一定浓度盐酸的量筒中, 混匀后放置沉降 24h, 试样形成的沉降物体积, 称为膨胀容。

C. 17. 2 试剂和仪器

C. 17. 2. 1 盐酸, $c(\text{HCl}) = 1\text{mol/L}$: 取 83ml 盐酸 ($\rho 1.19\text{g/mL}$), 用水稀释至 1000mL。

C. 17. 2. 2 带塞量筒, 100mL, 起始读数值为 5mL, 最小分度值为 1mL, 直径为 25mm。

C. 17. 3 试样

按第 4 章规定方法制备。

C. 17. 4 测试步骤

C. 17. 4. 1 称取 1.00g 试样 (精确至 0.01g), 置于已加入 50mL 水的带塞量筒中, 塞紧量筒塞, 手握量筒按上下方向摇动 300 次, 使试样与水混匀。在光亮处观察, 应无明显颗粒或团块。

C. 17. 4. 2 打开量筒塞, 加入 25mL 盐酸, 加水至 100mL 刻度处, 塞紧量筒塞, 再上下摇动 200 次。将带塞量筒置于不受震动的台面上, 静置 24h, 读取沉降物沉降界面的刻度值 (精确至 0.5mL)。

C. 17. 4. 3 结果的计算

膨胀容按式 (C. 26) 计算:

$$V_s = \frac{V}{m} \dots\dots\dots (C. 26)$$

式中:

V_s —膨胀容, mL/g;

V—沉降物沉降界面的刻度值, mL;

m—称取试样的质量, g。

膨胀容计算至一位小数。

C. 17. 4. 4 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果 ≥ 10 mL/g, 其相对差值应不大于 20%; 平行测试结果 < 10 mL/g, 其绝对差值应不大于 2 mL/g。

C. 18 湿压强度的测定

C. 18. 1 方法提要

试样与标准砂和水按一定质量比例和时间混碾后, 制成标准规格试件, 立即测定其所受的最大压力, 即为试样的湿压强度。

C. 18. 2 试剂和仪器

C. 18. 2. 1 标准砂应符合 CNS13515 的规定, 测试前在室温下自然干燥。

C. 18. 2. 2 塞尺, 总厚 4mm。

C. 18. 2. 3 型砂试验用碾轮式混砂机, 碾轮距台面 $3\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$, 铲刀距台面 $0.5\text{mm} \sim 1\text{mm}$ 。

C. 18. 2. 4 型砂试验用锤击式制样机, 重锤质量 6.35kg, 附内径 60mm、高 140mm 制样筒。

C. 18. 2. 5 型砂强度试验机, 分格值 1kPa, 采用 $50\text{mm} \times 50\text{mm}$ 标准规格试件测试, 示值即为湿压强度值。

C. 18. 2. 6 搪瓷盆, 容积 1.2L~1.5L。

C. 18. 2. 7 塑料薄膜袋, 容积 2L。

C. 18. 3 试样

按第4章规定方法制备。试样在 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 4h (干燥时试样厚度不大于 10mm)，取出，置于干燥器中冷却，备用。

C. 18. 4 测试步骤

C. 18. 4. 1 称取 $2000\text{g} \pm 5\text{g}$ 标准砂和 $100.0\text{g} \pm 0.5\text{g}$ 干燥试样，放在搪瓷盆内混匀。将混匀的试料倾入型砂试验用碾轮式混砂机中，使其均匀散布，干混 2min 后，均匀加入 80mL 水，加盖继续混碾 8min。混碾结束后，拉开型砂试验用碾轮式混砂机排料口挡板，使混好的试料排入塑料薄膜袋中，排净后关机，扎紧塑料薄膜袋口，以防水分挥发。放置 10min 以上，但不得超过 1h。

C. 18. 4. 2 称取 155g~165g 混好的试料，装入制样筒内，在型砂试验用锤击式制样机中冲压 3 次制成试件。试件高度应为 $50\text{mm} \pm 1\text{mm}$ ，否则应调整试料量，重新制作试件。制成的合格试件不少于 3 个。

C. 18. 4. 3 将试件置于型砂强度试验机规定的位置上，以 $200\text{kPa}/\text{min}$ 加荷速率加压直至试件破坏，压力表被动针停留处示值，即为湿压强度值。

C. 18. 4. 4 结果的计算

湿压强度以三个有效测定值的算术平均值作为最终结果，计算至一位小数，以 kPa 表示。

C. 18. 4. 5 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果的相对差值应不大于 10%。

C. 19 吸水率、饱和盐水吸附率和吸附比的测定

C. 19. 1 方法提要

粉状试样在自身毛细作用下吸附水或饱和盐水的质量占试样质量的百分数，称为吸水率或饱和盐水吸附率。饱和盐水吸附率与吸水率之比称为吸附比。凹凸棒石粘土试样中凹凸棒石含量与饱和盐水吸附率呈正相关性，饱和盐水吸附率高，凹凸棒石含量也高。同时凹凸棒石粘土试样的饱和盐水吸附率比吸水率高，随而吸附比就大于 1。经大批试样对比，凡属凹凸棒石粘土类型试样，其吸附比均大于 1，因此可通过吸水率、饱和盐水吸附率和吸附比的测试，确定凹凸棒石粘土类型，指导地质勘查和工业产品加工。

C. 19. 2 试剂和仪器

C. 19. 2. 1 饱和氯化钠溶液

称取 40g 氯化钠 (化学纯)，加入 100mL 水，充分搅拌后，适当静置，取上部澄清液。

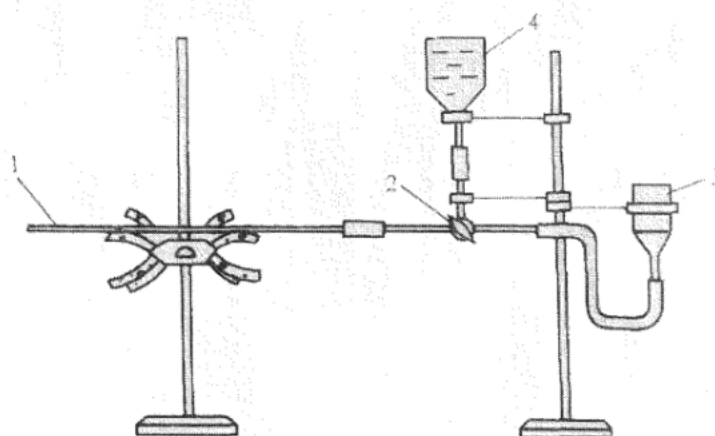


图 C. 4 吸水率和饱和盐水吸附率测定装置

C. 19. 2. 2 吸水率和饱和盐水吸附率测定装置

由 500mm 长，内径 2mm 且孔径均匀一致的玻璃毛细管①、三通开关②、砂蕊漏斗 (25mL, NO. 4) ③和盛水漏斗④组成 (如图 C. 4)。此四部分用透明软胶管联接在一起，藉滴定管架固定，砂蕊漏斗过滤

板和玻璃毛细管中心线调整在同一水平面上。

C. 19.3 试样

按第4章规定方法制备。

C. 19.4 测试步骤

C. 19.4.1 测定装置的调整

C. 19.4.1.1 将水或饱和氯化钠溶液注入盛水漏斗 (C-4-④), 将三通开关 (C-4-②) 转向盛水漏斗—毛细管方向, 使玻璃毛细管 (C-4-①) 中充满水或饱和氯化钠溶液。再将三通开关转向盛水漏斗—砂蕊漏斗方向, 将水或饱和氯化钠溶液充至砂蕊漏斗 (C-4-③) 过滤板平面。充水或饱和氯化钠溶液后, 毛细管、砂蕊漏斗、软胶管中均不得有气泡存在。

C. 19.4.1.2 将三通开关转向毛细管—砂蕊漏斗方向, 用定性滤纸在砂蕊漏斗过滤板上轻轻沾拭, 将玻璃毛细管中水柱或饱和氯化钠溶液柱调至 L_0 点。

C. 19.4.1.3 此时如玻璃毛细管中水柱或饱和氯化钠溶液柱向砂蕊漏斗方向移动, 同时有水或饱和氯化钠溶液由砂蕊漏斗过滤板溢出, 说明砂蕊漏斗位置偏低。如玻璃毛细管中水柱或饱和氯化钠溶液柱向相反方向移动, 说明砂蕊漏斗位置偏高。应反复调节砂蕊漏斗位置, 直至玻璃毛细管水柱或饱和氯化钠溶液柱在 L_0 点处稳定。

C. 19.4.2 称取 0.2000g 试样 (精确至 0.0001g), 通过短颈漏斗轻轻倒在砂蕊漏斗过滤板上堆成锥形。

C. 19.4.3 由于试样的毛细吸附作用, 玻璃毛细管中的水柱或饱和氯化钠溶液柱逐渐移动。当水柱或饱和氯化钠溶液柱位置移动稳定时 (3min 内移动小于 1mm), 可认为试样吸附水或饱和氯化钠溶液已达饱和, 读取玻璃毛细管中水柱或饱和氯化钠溶液柱位置刻度 L_t (精确至 1mm)。

C. 19.4.4 结果的计算

C. 19.4.4.1 按下式计算试样的吸水率、饱和盐水吸附率和吸附比:

$$A_w = \frac{S \times (L_t - L_0) \times \rho_w}{m} \times 100$$

$$A_{ws} = \frac{S \times (L_t - L_0) \times \rho_{NaCl}}{m} \times 100$$

$$K = \frac{A_{ws}}{A_w}$$

式中:

A_w —吸水率, %;

A_{ws} —饱和盐水吸附率, %;

K —吸附比;

S —玻璃毛细管面积, cm^2 ;

L_0 —玻璃毛细管内水柱或饱和氯化钠溶液柱初始读数, cm;

L_t —试验后玻璃毛细管内水柱或饱和氯化钠溶液柱读数, cm;

m —称取试样的质量, g;

ρ_w —测试时水的密度, g/cm^3 ;

ρ_{NaCl} —测试时饱和氯化钠溶液的密度, g/cm^3 。

吸水率和饱和盐水吸附率以两次有效测定值的算术平均值作为最终结果, 计算至一位小数。以吸水率和饱和盐水吸附率的算术平均值计算吸附比, 计算至两位小数。

C. 19.4.4.2 确定凹凸棒石粘土类型

根据吸附比计算结果, 凡吸附比大于 1 的试样, 可确定为凹凸棒石粘土类型。

C. 19.4.4.3 不同温度下水的密度见表 C.1。

表 C. 1

温度℃	密度 g/cm ³
4~12	1.000
13~18	0.999
19~23	0.998
24~27	0.997
28~30	0.996
31~33	0.995
34~36	0.994

C. 19. 4. 4. 4 不同温度下饱和氯化钠溶液的密度见表 C. 2。

表 C. 2

温度℃	密度 g/cm ³	温度℃	密度 g/cm ³
10.0	1.1951	24.0	1.1654
11.0	1.1930	25.0	1.1633
12.0	1.1909	26.0	1.1612
13.0	1.1887	27.0	1.1591
14.0	1.1866	28.0	1.1569
15.0	1.1845	29.0	1.1548
16.0	1.1824	30.0	1.1527
17.0	1.1803	31.0	1.1506
18.0	1.1781	32.0	1.1485
19.0	1.1760	33.0	1.1463
20.0	1.1739	34.0	1.1442
21.0	1.1718	35.0	1.1421
22.0	1.1697	36.0	1.1400
23.0	1.1675		

C. 19. 4. 4. 5 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终分析结果。吸水率平行测试结果的相对差值应不大于 10%；饱和和盐水吸附率平行测试结果的相对差值应不大于 10%。