

非金属矿石

物化性能测试和 成分分析方法手册

金永铎 董高翔 编著

非金属矿石物化性能测试 和成分分析方法手册

金永铎 董高翔 编著

科学出版社

北京

内 容 简 介

本书介绍的 15 种不同类型的非金属矿石的 149 项物化性能测试方法以及非金属矿石 71 种元素的 93 项化学成分分析方法,形成了非金属矿石物化性能测试及成分分析方法体系,体现了我国当代最新的非金属矿石物化性能测试和化学成分分析研究水平,可满足非金属矿产地勘评价及开发利用的需要。

本书可供地质勘探、化工、建材、机电等领域的科技人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

非金属矿石物化性能测试和成分分析方法手册/金永铎,董高翔编著. —北京:科学出版社,2004

ISBN 7-03-011738-7

I. 非… II. ①金… ②董… III. 非金属矿床—物理化学性质—性能试验—手册 IV. P619.2-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2003)第 059531 号

责任编辑:童安齐 / 责任校对:刘小梅

责任印制:刘士平 / 封面设计:张 放

科学出版社 出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

新蕾印刷厂 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2004年1月第一版 开本:787×1092 1/16

2004年1月第一次印刷 印张:27 1/4

印数:1—2 000 字数:622 000

定价:58.00元

(如有印装质量问题,我社负责调换〈新欣〉)

前 言

矿产资源是人类生存和社会发展的物质基础。

非金属矿产资源是紧密伴随人类生存、繁衍和社会进化中应用历史最悠久、涉足领域最广泛、开发前景最广阔的矿产资源之一。随着科学技术的进步和材料结构的多元化,非金属材料需求日益增多,其产业被称之为“朝阳工业”,呈现出强大的生命力。

非金属矿石化学成分和物化性能测试方法是非金属矿地质勘查和开发利用的技术手段之一,具有十分重要的应用价值。

本书充分吸收了近年来国内外有关研究成果,汇集了5大类非金属矿石71种元素(项)成分分析的93个方法标准,以及15种类型非金属矿石物化性能测试方法的149个方法标准,体现了当代最新的非金属矿石化学成分和物化性能测试研究水平。因此,本书将有助于非金属化学成分分析和物化性能测试方法的规范化和标准化,也将有助于推动非金属矿产业的蓬勃发展。

参加本书编写工作的有:李华、孙效成、程寿森、黄会平、方金东、陈忠泽、陈帮健、曹景洋、汤志云、龚关、杨波涌、董高翔、金永铎。

湖北省地质勘查开发局、江苏省地质调查院、武汉综合岩矿测试中心、德国耶拿分析仪器股份公司和美国瓦里安技术中国有限公司等单位对本书的编写给予了很大支持,在此深表谢意!

目 录

前言

第一篇 非金属矿石物化性能测试方法

第一章 膨润土	3
一、阳离子交换量的测定	3
(一)氯化铵-乙醇法	3
(二)氯化钡法	7
二、吸蓝量的测定	11
三、pH 值的测定	13
四、粒度分布的测定	15
五、比表面积的测定	17
六、真密度的测定	19
七、胶质价的测定	21
八、膨胀容的测定	22
九、吸水率和吸水比的测定	23
十、脱色性能的测定	25
十一、湿压强度和热湿拉强度的测定	30
十二、造浆性能的测定	32
第二章 凹凸棒石黏土	35
一、阳离子交换容量的测定	35
二、吸蓝量的测定	37
三、pH 值的测定	39
四、粒度分布的测定	41
五、比表面积的测定	43
六、真密度的测定	45
七、松散密度的测定	47
八、紧实密度的测定	48
九、胶体率的测定	49
十、水分的测定	50
十一、吸湿率的测定	51
十二、吸水率和饱和盐水吸附率的测定	52
十三、白度的测定	55
十四、脱色力的测定	56
十五、吸油量的测定	60

十六、饱和盐水造浆率的测定	61
十七、湿筛余的测定	65
第三章 海泡石黏土	67
一、阳离子交换容量的测定	67
二、吸蓝量的测定	69
三、pH 值的测定	71
四、粒度分布的测定	73
五、比表面积测定	75
六、真密度的测定	77
七、松散密度的测定	79
八、紧实密度的测定	80
九、胶体率的测定	82
十、水分的测定	83
十一、吸湿率的测定	83
十二、吸水率和饱和盐水吸附率的测定	85
十三、白度的测定	88
十四、脱色力的测定	89
十五、吸油量的测定	92
十六、饱和盐水造浆率的测定	93
十七、湿筛余的测定	96
第四章 累托石黏土	98
一、阳离子交换量的测定	98
二、吸蓝量的测定	101
三、pH 值的测定	103
四、粒度分布的测定	105
五、比表面积测定	107
(一)低温氮吸附法	107
(二)有机极性分子吸附法	111
六、真密度的测定	112
七、造浆性能的测定	114
八、界限含水率的测定	117
九、耐火度的测定	119
十、湿压强度和干压强度的测定	120
第五章 高岭土	123
一、二苯胍吸着率的测定	123
二、白度的测定	124
三、pH 值的测定	125
四、粒度的测定	127
五、分散沉降物的测定	129

六、筛余物的测定	131
七、悬浮度的测定	132
八、沉降体积的测定	133
九、黏度的测定	134
十、吸附水的测定	136
十一、吸油量的测定	137
十二、烧结温度和烧结温度范围的测定	138
十三、线变化率的测定	140
十四、抗折(抗弯)强度的测定	142
十五、相对黏度、相对流动性和触变性的测定	144
十六、电动电位的测定	145
十七、耐火度的测定	147
十八、界限含水率的测定	149
第六章 硅藻土	151
一、松散密度的测定	151
二、湿密度的测定	152
三、紧实密度的测定	153
四、比表面积测定	154
五、pH 值的测定	156
六、粒度分布的测定	158
七、渗透率的测定	160
八、筛余量的测定	162
九、水分的测定	163
第七章 硅灰石	165
一、真密度的测定	165
二、pH 值的测定	167
三、白度的测定	169
四、吸油量的测定	169
五、热膨胀性能的测定	170
六、水溶物的测定	172
七、颜色参数的测定	174
八、熔融温度的测定	175
第八章 蓝晶石、红柱石、矽线石	177
一、热膨胀性能的测定	177
二、真密度的测定	179
三、耐火度的测定	181
第九章 沸石	184
一、总阳离子交换容量的测定	184
二、阳离子交换容量的测定	185

三、吸钾量的测定	188
第十章 重晶石	190
一、水溶性碱土金属量的测定	190
二、黏度效应的测定	191
三、真密度的测定	193
第十一章 蛭石	195
一、粒度的测定	195
二、含杂率的测定	196
三、膨胀倍的测定	197
四、膨胀后密度的测定	198
五、导热系数的测定	199
第十二章 珍珠岩、松脂岩、黑曜岩	201
一、粒度的测定	201
二、含杂率的测定	202
三、实验室膨胀倍的测定	203
四、膨胀后密度的测定	204
五、导热系数的测定	206
第十三章 大理石、花岗石、板石	208
一、干燥、水饱和、冻融循环后压缩强度的测定	208
二、弯曲强度的测定	209
三、体积密度、真密度、真气孔率、吸水率的测定	210
四、耐磨率的测定	212
五、镜面光泽度的测定	213
六、耐酸性的测定	214
七、天然放射性核素的测定	215
第十四章 硅砂(石英砂)	218
一、筛分析的测定	218
二、视密度的测定	220
三、松散密度、紧实密度、空隙率的测定	221
四、吸水率的测定	223
五、含水率的测定	224
六、含泥量的测定	225
七、有机质量的测定	226
八、云母量的测定	227
九、轻物质量的测定	228
十、坚固性的测定	229
第十五章 硅石(石英砂岩)	231
一、耐火度的测定	231
二、吸水率的测定	233

第一篇
非金属矿石
物化性能测试方法



第一章 膨 润 土

一、阳离子交换量的测定

(一) 氯化铵-乙醇法

1 范围

酸性膨润土以外其他属型膨润土阳离子交换量的测定方法。

酸性膨润土以外其他属型膨润土阳离子交换量的测定。

2 规范性引用文件

GB/T 1.1 标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则。

GB/T 2000 1.4 标准编写规则 第4部分:化学分析方法。

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定。

3 方法提要

膨润土含有一定量可交换的阳离子。当用氯化铵-乙醇为交换液时,试料中的可交换阳离子和可溶的钙、镁、钠、钾离子同时进入溶液,而试料中微溶的钙、镁碳酸盐能被有效抑制。根据交换液中测得的钙、镁、钠、钾离子的含量,扣除可溶盐,即为阳离子交换量。

交换后的试料洗净多余的氯化铵,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。

4 试剂

4.1 氨水(1+1)。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 氯化铵-乙醇交换液:称取 30g 氯化铵,加入 526mL 乙醇[$\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})=95\%$]。再加入 300mL 水溶解,用氨水(4.1)调节 pH(8.4±0.1),再用水稀释至 1000mL。

4.4 氯化铵-乙醇交换液:称取 30g 氯化铵,溶解于乙醇[$\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})=80\%$]中,并以乙醇[$\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})=80\%$]稀释至 1000mL,用氨水(4.1)调节 pH(8.4±0.1)。

4.5 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。

4.6 氨水-乙醇溶液:取 500mL 无水乙醇,加入 1.4mL 氨水(4.1),用水稀释至 1000mL。

4.7 氯化钙-甲醛混合液:取 500g 氯化钙和 500mL 甲醛,用 4000mL 水溶解后,以氢氧化钠溶液(4.8)调至酚酞指示剂(4.13)呈微红色。

4.8 氢氧化钠溶液 $c(\text{NaOH})=1\text{mol/L}$:称取 40g 氢氧化钠,溶于 1000mL 水中。

4.9 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。

4.10 氢氧化钠标准溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$ 。

4.10.1 称取 4g 氢氧化钠, 溶解于 1000mL 刚煮沸冷却的水中。

4.10.2 标定。称取 0.5000g 曾在 120℃ 烘 2h 的苯二甲酸氢钾 ($\text{C}_8\text{H}_5\text{KO}_4$), 置于 250mL 烧杯中, 加 50mL 刚煮沸冷却的水, 搅拌溶解, 加 2 滴酚酞指示剂(4.13), 用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈粉红色。

按式(1)计算氢氧化钠标准溶液的浓度:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{0.5000 \times 1000}{204.23 \times V} \quad (1)$$

式中: $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准溶液浓度的数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定时所消耗氢氧化钠标准溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

204.23——苯二甲酸氢钾的分子量。

4.11 混合标准溶液: 称取 0.5005g 碳酸钙 (CaCO_3)、0.2015g 氧化镁 (MgO)、0.1169g 氯化钠 (NaCl) 和 0.1491g 氯化钾 (KCl), 置于 250mL 烧杯中, 用少量盐酸(4.2)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 $c(1/2\text{Ca}^{2+})=0.0100\text{mol/L}$, $c(1/2\text{Mg}^{2+})=0.0100\text{mol/L}$, $c(\text{Na}^+)=0.0020\text{mol/L}$, $c(\text{K}^+)=0.0020\text{mol/L}$ 。

4.12 硝酸银指示剂: 称取 0.1g 硝酸银, 溶解在 100mL 水中。

4.13 酚酞指示剂: 称取 0.1g 酚酞 ($\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$), 溶解在 100mL 无水乙醇中。

5 仪器

5.1 原子吸收分光光度计。

5.2 钙、镁空心阴极灯。

6 测试步骤

6.1 试料: 称取粒径小于 0.074mm 干燥试样 1.0000g。

6.2 空白试验: 随同试料进行双份空白试验。

6.3 校正试验: 随同试料进行同类型标准试样的测试。

6.4 测试。

6.4.1 将试料置于 100mL 烧杯中, 加入 25mL 氯化铵-乙醇交换液(4.3), 摇匀, 放置 25min [如试料含有石膏, 则改为加入 25mL 氯化铵-乙醇交换液(4.4)]。

6.4.2 边摇边加入 10 滴聚氧化乙烯溶液(4.5), 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, 用氨水-乙醇溶液(4.6)洗涤烧杯及试料 5~6 次。滤液加入 4mL 盐酸(4.2), 加水稀释至刻度, 摇匀, 作可交换阳离子的测试。

6.4.3 残渣继续用氨水-乙醇溶液(4.6)洗涤至用硝酸银指示剂(4.12)检查至无氯离子, 作阳离子交换容量的测试。

6.4.4 可交换阳离子的测试。

6.4.4.1 移取 10.00mL 滤液(6.4.2)置于 50mL 容量瓶中, 加入 5mL 氯化锶溶液(4.9)、1mL 盐酸(4.2), 加水稀释至刻度, 摇匀。于原子吸收分光光度计(5.1)上, 用吸收法测量钙、镁的吸光度, 用发射法测量钠、钾的发射强度, 从工作曲线上查得相应的钙、镁、钠、钾量。

6.4.4.2 工作曲线的绘制:分取 0.00mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL 混合标准溶液(4.11),分别置于 100mL 容量瓶中,加入 10mL 氯化铯溶液(4.9)、2mL 盐酸(4.2)和 3mL 氯化铵-乙醇交换液(4.3),加水稀释至刻度,摇匀。以下按测试步骤 6.4.4.1 进行。以 $E(1/2Ca^{2+})$ 、 $E(1/2Mg^{2+})$ 、 $E(Na^+)$ 、 $E(K^+)$ 量为横坐标,吸光度或发射强度为纵坐标,分别绘制工作曲线。

6.4.5 阳离子交换容量的测试。

6.4.5.1 将滤纸连同试料残渣(6.4.3)一起放在 100mL 锥形瓶中,加入 25mL 氯化钙-甲醛混合液(4.7),加入相当阳离子交换容量约 80% 的氢氧化钠标准溶液(4.10),再加入 4 滴酚酞指示剂(4.13),塞紧橡皮塞,手摇激烈振荡 1min。

6.4.5.2 然后边摇边用氢氧化钠标准溶液(4.10)滴定,当溶液出现红色时停止滴定。摇动 3~5min,若红色消失则需再滴定,直至 3~5min 内红色稳定为止。

7 测试结果的计算

7.1 按式(2)计算阳离子交换量¹⁾:

$$E_i = \frac{m_i}{m \times \frac{V}{100} \times 2} \quad (2)$$

式中: E_i ——阳离子交换量的数值,单位为毫摩尔每克($m \text{ mol/g}$)²⁾;

m_i ——从工作曲线上查得的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Na^+ 、 K^+ 量的数值,单位为毫摩尔每升 ($m \text{ mol/L}$);

V ——分取试料溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

7.2 按式(3)计算阳离子交换容量:

$$CEC = \frac{c \times V}{m} \quad (3)$$

式中: CEC ——阳离子交换容量的数值,单位为毫摩尔每克($m \text{ mol/g}$);

c ——氢氧化钠标准溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定时所消耗氢氧化钠标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

7.3 阳离子交换量和阳离子交换容量计算至四位小数。阳离子交换量小于 0.15m mol/g 时,允许绝对误差 0.03m mol/g;大于或等于 0.15m mol/g 时,允许绝对误差 0.05m mol/g。阳离子交换容量小于 0.30m mol/g 时,误差不计;0.30~0.50m mol/g 时,允许绝对误差 0.06m mol/g,大于 0.50m mol/g 时,允许绝对误差 0.08m mol/g。

1) 当膨润土含有可溶盐时,应分别减去可溶盐的 $m \text{ mol}$ 值(可溶盐测定方法参见附录)。

2) 阳离子交换量(E)及阳离子交换容量(CEC)的单位还可表示为 $m \text{ mol}/100g$,此时只需将分数的分子、分母同时扩大 100 倍即可。以后类同。

资料性附录

可溶盐的测定

1 方法提要

用乙醇溶液提取膨润土试料中的可溶性盐类,随后以原子吸收分光光度法测定提取液中的可溶性阳离子。一般情况下,主要根据所测得的钠离子量计算可溶盐的量。

2 试剂

2.1 盐酸(1+1)。

2.2 乙醇溶液:取526mL乙醇 $[\varphi(\text{C}_2\text{H}_5\text{OH})=50\%]$,用水稀释至1000mL。

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

2.4 钠标准溶液: $c(\text{Na}^+) = 0.0020\text{mol/L}$;称取0.1169g氯化钠(NaCl),置于150mL烧杯中,加水溶解,移入1000mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3 仪器

3.1 原子吸收分光光度计。

4 测试步骤

4.1 试料:称取粒径小于0.074mm干燥试样1.0000g。

4.2 空白试验:随同试料进行双份空白试验。

4.3 测试。

4.3.1 将试料置于50mL烧杯中,加入20mL乙醇溶液(2.2),搅拌5min,放置30min。

4.3.2 以中速定量滤纸($\phi 9\text{cm}$)过滤,用5mL乙醇溶液(2.2)洗涤一次,滤液收集于100mL容量瓶中,加入1mL盐酸(2.1),用水稀释至刻度,摇匀。

4.3.3 移取10.00mL溶液置于100mL烧杯中,加热蒸发至近干。加入10mL氯化铯溶液(2.3)和2mL盐酸(2.1),再加20mL水,低温煮沸。取下冷却,移入100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。于原子吸收分光光度计(3.1)上,用发射法测量钠的发射强度,从工作曲线上查得相应的钠量。

4.3.4 工作曲线的绘制:分取0.00mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL钠标准溶液(2.4),分别置于100mL容量瓶中,加入10mL氯化铯溶液(2.3)和2mL盐酸(2.1),用水稀释至刻度,摇匀。以下按测试步骤(4.3.3)进行。以钠量为横坐标,发射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

5 测试结果的计算

按式(1)计算可溶性钠离子量:

$$S(\text{Na}^+) = \frac{m_1}{m \times \frac{V}{100}} \quad (1)$$

式中: $S(\text{Na}^+)$ ——可溶性钠离子量的数值,单位为毫摩尔每克(mmol/g);

- m_1 ——从工作曲线上查得的钠离子量的数值,单位为毫摩尔每升(m mol/L);
 V ——分取试料溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

测试结果计算至四位小数。

(二) 氯化钡法

1 范围

酸性膨润土阳离子交换量的测定方法。

酸性膨润土阳离子交换量的测定,不适用于含石膏的膨润土阳离子交换量的测定。

2 规范性引用文件

GB/T 1.1 标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则。

GB/T 2000 1.4 标准编写规则 第4部分:化学分析方法。

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定。

3 方法提要

酸性膨润土含有一定量可交换的阳离子及铝、氢离子。当用氯化钡为交换液时,试料中的可交换阳离子及铝、氢离子发生交换。根据交换液中测得的钙、镁、钠、钾离子的含量,再计算可交换铝、氢离子的含量。

交换后的试料洗净多余的氯化钡,加入定量的硫酸镁溶液浸取,使钡质膨润土转化为镁质膨润土,过滤分离后,测定滤液中剩余的镁离子,根据镁离子的减少量计算阳离子交换容量。

4 试剂

4.1 氯化钡交换液:称取 104g 氯化钡,用 1000mL 水溶解。

4.2 硫酸镁溶液 $c(1/2\text{MgSO}_4) = 0.040\text{mol/L}$:称取 4.9300g 硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),置于 250mL 烧杯中,加水溶解后,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.3 氯化锶-盐酸溶液:称取 250g 氯化锶($\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),溶解于水中,加入 1200mL 盐酸($\rho 1.18\text{g/mL}$),用水稀释至 3000mL。

4.4 盐酸(1+1)。

4.5 混合标准溶液:称取 0.5005g 碳酸钙(CaCO_3)、0.2015g 氧化镁(MgO)、0.1169g 氯化钠(NaCl)和 0.1491g 氯化钾(KCl),置于 250mL 烧杯中,用少量盐酸(4.4)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 $c(1/2\text{Ca}^{2+}) = 0.0100\text{mol/L}$, $c(1/2\text{Mg}^{2+}) = 0.0100\text{mol/L}$, $c(\text{Na}^+) = 0.0020\text{mol/L}$, $c(\text{K}^+) = 0.0020\text{mol/L}$ 。

5 仪器

5.1 原子吸收分光光度计。

5.2 钙、镁空心阴极灯。

6 测试步骤

6.1 试料:称取粒径小于 0.074mm 干燥试样 0.5000g。

6.2 空白试验:随同试料进行双份空白试验。

6.3 校正试验:随同试料进行同类型标准试样的测试。

6.4 测试。

6.4.1 将试料置于 100mL 烧杯中,加入 25mL 氯化钡交换液(4.1),搅拌,放置 30min。

6.4.2 用中速定量滤纸(ϕ 9cm)过滤于 100mL 容量瓶中,用水洗涤烧杯和试料 7~8 次,尽可能将试料移入漏斗中。滤液用水稀释至刻度,摇匀,作可交换阳离子的测试。

6.4.3 滤纸和试料继续以水洗涤 15~20 次,洗净多余的氯化钡。将滤纸和试料移入原烧杯中,准确加入 25.00mL 硫酸镁溶液(4.2),搅拌溶液并捣碎滤纸,放置过夜。

6.4.4 用中速定量滤纸(ϕ 9cm)过滤于 100mL 容量瓶中,用水洗净烧杯,再洗涤滤纸 15~20 次,加水稀释至刻度,摇匀,作阳离子交换容量的测试。

6.4.5 可交换阳离子的测试。

6.4.5.1 移取 5.00~10.00mL 滤液(6.4.2)置于 50mL 容量瓶中,加入 5mL 氯化镉-盐酸溶液(4.3),加水稀释至刻度,摇匀。于原子吸收分光光度计(5.1)上,用吸收法测量钙、镁的吸光度,用发射法测量钠、钾的发射强度,从工作曲线上查得相应的钙、镁、钠、钾量。

6.4.5.2 工作曲线的绘制:分取 0.00mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL、5.00mL 混合标准溶液(4.5),分别置于 100mL 容量瓶中,加入 10mL 氯化镉-盐酸溶液(4.3),加水稀释至刻度,摇匀。以下按测试步骤 6.4.5.1 进行。以 $E(1/2Ca^{2+})$ 、 $E(1/2Mg^{2+})$ 、 $E(Na^{+})$ 、 $E(K^{+})$ 量为横坐标,吸光度或发射强度为纵坐标,分别绘制工作曲线。

6.4.6 阳离子交换容量的测试:移取 5.00mL 硫酸镁溶液提取后的溶液(6.4.4),置于 100mL 容量瓶中,加入 10mL 氯化镉-盐酸溶液(4.3),加水稀释至刻度,摇匀。于原子吸收分光光度计(5.1)上,用吸收法测量镁的吸光度,从工作曲线上查得相应的镁量。

7 测试结果的计算

7.1 按式(1)计算阳离子交换量:

$$E_i = \frac{m_i}{m \times \frac{V}{100} \times 2} \quad (1)$$

式中: E_i ——阳离子交换量的数值,单位为毫摩尔每克(m mol/g);

m_i ——从工作曲线上查得的 Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 、 Na^{+} 、 K^{+} 量的数值,单位为毫摩尔每升(m mol/L);

V ——分取试料溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

7.2 按式(2)计算阳离子交换容量:

$$CEC = \frac{m_2}{m \times \frac{V_1}{100}} \quad (2)$$

式中: CEC ——阳离子交换容量的数值,单位为毫摩尔每克(m mol/g);

m_2 ——减少的镁离子量的数值,单位为毫摩尔(m mol);

V_1 ——分取试料溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

7.3 按式(3)计算可交换铝-氢离子量(也可直接测定铝、氢离子量,参见附录):

$$E_{(1/3Al^{3+})} + E_{(H^+)} = CEC - [E_{(1/2Ca^{2+})} + E_{(1/2Mg^{2+})} + E_{(Na^+)} + E_{(K^+)}] \quad (3)$$

式中: $E_{(1/3Al^{3+})}$ ——可交换铝离子量的数值,单位为毫摩尔每克(m mol/g);

$E_{(H^+)}$ ——可交换氢离子量的数值,单位为毫摩尔每克(m mol/g)。

7.4 阳离子交换量和阳离子交换容量计算至四位小数。测定允许误差范围同阳离子交换量的测定(一)氯化铵-乙醇法。

资料性附录

可交换铝、氢离子的直接测定

1 方法提要

酸性膨润土中可交换铝、氢离子含量可用阳离子交换容量减去钙、镁、钠、钾阳离子交换量之和求得,必要时可用本法直接测定。

试料用氯化钡交换液提取后,酸性膨润土中的可交换铝、氢离子进入氯化钡提取后的溶液中。分取部分提取液,以酸碱滴定法直接测定酸性膨润土的可交换铝、氢离子含量,以铬天青光度法直接测定可交换铝离子量,再计算可交换氢离子量。

2 试剂

2.1 盐酸 $\varphi(HCl) = 2\%$ 。

2.2 抗坏血酸溶液:称取 0.2g 抗坏血酸($C_6H_8O_6$),溶于 100mL 水中。

2.3 邻菲罗啉溶液:称取 0.25g 邻菲罗啉($C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$),置于 50mL 烧杯中,加入 10mL 乙醇 [$\varphi(C_2H_5OH) = 95\%$] 溶解后,滴加几滴盐酸(1+1),立即用水稀释至 100mL。

2.4 铬天青 S 溶液:称取 1g 铬天青 S($C_{23}H_{13}O_9SCl_2Na_3$),置于 250mL 烧杯中,加水溶解后,加入 5mL 乙醇 [$\varphi(C_2H_5OH) = 95\%$],用水稀释至 500mL。

2.5 溴代十六烷基吡啶溶液:称取 2g 溴代十六烷基吡啶($C_{21}H_{38}BrN$),置于 250mL 烧杯中,加入 50mL 乙醇 [$\varphi(C_2H_5OH) = 95\%$] 溶解后,用水稀释至 500mL。

2.6 混合显色剂溶液:铬天青 S 溶液(2.4)+溴代十六烷基吡啶溶液(2.5)=2+3。

2.7 六次甲基四胺溶液:称取 10g 六次甲基四胺 [$(CH_2)_6N_4$],溶解于 100mL 水中。

2.8 氢氧化钠标准溶液: $c(NaOH) = 0.03mol/L$ 。

2.8.1 称取 1.2g 氢氧化钠,溶解于 1000mL 刚煮沸冷却的水中。

2.8.2 标定。

称取 0.2000g(精确至 $\pm 0.0001g$)曾在 $120^\circ C$ 烘 2h 的苯二甲酸氢钾($C_8H_5KO_4$),置于 250mL 烧杯中,加入 50mL 刚煮沸并冷却的水,搅拌溶解,加 2 滴酚酞指示剂(2.10),用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈粉红色。

按式(1)计算氢氧化钠标准溶液的浓度: