

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 593-1995

## 膨润土试验方法

1996—01—01 实施

国家建筑材料工业局

发布

## 项 次

项 次.....	2
1 主题内容与适用范围 .....	3
2 测定方法 .....	4
2.1 水分测定方法 .....	4
2.2 吸蓝量测定方法.....	4
2.3 膨胀容测定方法.....	6
2.4 吸水率测定方法.....	6
2.5 湿态抗压强度测定方法 .....	8
2.6 热湿拉强度测定方法 .....	8
2.7 悬浮体性测定方法.....	10
2.8 滤失量测定方法.....	10
2.9 粒度测定方法 .....	11
2.10 交换性金属阳离子测定方法.....	12
附加说明： .....	16

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了膨润土水分、吸蓝量、粒度、膨胀容、吸水率、湿态抗压强度、热湿拉强度、悬浮体性能、滤失量、交换性金属阳离子的测定方法。

本标准适用于机械铸造、铁矿球团和钻井泥浆用膨润土的测定。

## 2 测定方法

### 2.1 水分测定方法

#### 2.1.1 方法提要

已知质量的试样在一定温度下干燥后，失去游离水分的质量与原质量之比。

#### 2.1.2 主要仪器

- a. 烘箱：温度控制在 105 ~ 110 ；
- b. 天平：感量为 0.01g。

#### 2.1.3 试验步骤

称取约 10g 试样，置于已恒重的称量瓶中，准确至 0.01g。放入 105 ~ 110 的烘箱中干燥约 3h，然后移至干燥器中冷却至室温称量。再放入烘箱中干燥 30min，用同样方法冷却、称量，如此反复操作直至两次称量相差不大于 0.03g 即为恒重。

#### 2.1.4 结果计算

水分按(1)式计算

$$W_0 = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：W<sub>0</sub>——水分的百分含量，%；

m<sub>0</sub>——干燥前试样质量，g；

m<sub>1</sub>——干燥后试样质量，g。

#### 2.1.5 允许差

同一试样应进行平行测定，两次测定结果之差不应超过 0.5%，否则应重新测定以不超差的两次测定结果的算术平均值做为最终测定结果，取小数后 1 位。

### 2.2 吸蓝量测定方法

#### 2.2.1 方法提要

用次甲基蓝的水溶液滴定膨润土的水溶液，发生阳离子交换反应，当饱和时，溶液中存在的多余的次甲基蓝在中性定量滤纸上会出现浅绿色晕环。

#### 2.2.2 主要试剂和材料

a. 次甲基蓝标准溶液 [ c(0.005 0C16H18N3SCl) ] : 将次甲基蓝在  $93 \pm 3$  温度下烘 4h, 冷却至室温后称取 1.599 5g 于烧杯中, 加水使其完全溶解(可微热)。移入 1L 棕色容量瓶中, 稀释至刻度摇匀;

b. 焦磷酸钠溶液(1%): 称取 10g 焦磷酸钠于烧杯中, 加水使其完全溶解, 移入 1L 容量瓶中, 稀释至刻度摇匀;

c. 中速定量滤纸;

d. 天平: 感量为 0.000 1g。

### 2.2.3 试验步骤

称取在 105 ~ 110 烘干的试样 0.200 0g, 置于已加入 50mL 水的锥形瓶中, 摇动使试样充分散开。再加入 20mL 的焦磷酸钠溶液摇匀。将锥形瓶加热煮沸 5min, 取下冷却至室温。

用次甲基标准溶液滴定。开始时可快速滴定, 快到终点时每次滴加 0.5 ~ 1mL。每次滴加后, 都应充分摇动并用玻璃棒沾一滴试液于中速定量滤纸上, 若出现浅绿色晕环, 记下此时的读数( $V_0$ ), 可继续滴加 1 ~ 2mL, 若浅绿色晕环变明显且宽度增大, 则表示终点判断正确。

### 2.2.4 结果计算

吸蓝量按(2)式计算

$$M = \frac{0.319\ 9 \times c_0 \times V_0}{m_2} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中: M——膨润土吸附无水次甲基蓝的量, g/100g;

$c_0$ ——次甲基蓝标准溶液的浓度, mol/L;

$V_0$ ——滴定所消耗次甲基蓝标准溶液的毫升数, mL;

0.319 9——换算系数;

$m_2$ ——试样质量, g。

### 2.2.5 允许差:

同一试样应进行平行测定, 平行测定结果的允许误差范围见表 1。

表 1

吸蓝量(g/100g 样)	平行测定结果允许误差范围
---------------	--------------

---

> 26	相对(%) < 10
------	------------

14 ~ 26	绝对 2
---------	------

---

若平行测定结果的误差在允许的范围内，取其算术平均值做为最终测定结果，否则应重新测定。测定结果取小数点后 1 位。

## 2.3 膨胀容测定方法

### 2.3.1 方法提要

膨润土遇水有明显的膨胀性能，与盐酸溶液混匀，膨胀后所占有的体积，称为膨胀容。

### 2.3.2 主要仪器与试剂：

- a. 带塞量筒：直径约 25mm，100mL；
- b. 盐酸溶液：[ c(1HCl) ]：取 83mL 盐酸加水稀释至 1L；
- c. 天平：感量 0.001g。

### 2.3.3 试验步骤

称取在 105 ~ 110 烘干的试样 1.000g，放入已加有少量水的量筒内，加水至 75mL，用力摇晃 3min，使试样充分散开，再加入 25mL 盐酸溶液，摇晃 1min 用肉眼观察应无明显颗粒团块。塞上塞上，将量筒静置 24h，读出沉淀物界面的刻度值。

### 2.3.4 允许差

同一试样应进行平行测定，平行测定结果的误差不超过 2mL/g，否则，应重新测定，以不超差的两次测定结果的算术平均值做为最终测定结果。取小数点后 1 位。

## 2.4 吸水率测定方法

### 2.4.1 方法提要

### 2.4.2 主要仪器

吸水率测定装置：该装置由 50mm 长，内径为 2mm 的毛细管，砂芯漏斗(25mL, No4)和盛水漏斗组成，见图 1。(图略)

(1 吸水率测定装置 (图略)

1—毛细管；2—三通开关；3—砂芯漏斗；4—盛水漏斗；5—砂芯过滤板；6—支座；7—透明软橡胶管；8—刻度尺；9—堆成锥形的试样；10—带有颜色的水 )

### 2.4.3 试验步骤

将毛细管的中心和砂芯漏斗过滤板的中心调整在同一平面上。将带有颜色的水注入盛水漏斗。转动三通开关将水充至砂芯漏斗过滤板平面处，再转动三通开关使毛细管内充满水，用滤纸在砂芯过滤板上轻轻沾试使毛细管内水处在 V1 点(在整个装置中不允许有气泡存在)。

称取在 105 ~ 110 烘干的试样 0.500g 通过加料漏斗将试样倒在砂芯漏斗过滤板上，堆成圆锥形状；同时记时，并在 2h 时读取毛细管刻度的读数 V<sub>t</sub>，准确至 1mm(在整个测定过程中应在砂芯漏斗上覆盖表面皿)。

### 2.4.4 结果计算

吸水率按(3)式计算：

$$W = \frac{D \times (V_t - V_1)}{m_5} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中：W<sub>1</sub>——2h 吸水率，%；

D——水在测试温度下的密度，g/cm<sup>3</sup>；

V<sub>t</sub>——2h 毛细管内水柱读数，mL；

V<sub>1</sub>——毛细管内水柱始点读数，mL；

m<sub>5</sub>——试样质量，g。

### 2.4.5 允许差

同一试样应进行平行测定，平行测定结果的误差不得大于 10%，否则，应重新测定，以不超差的两次测定结果的算术平均值做为最终测定结果。取小数点后 1 位。

表 2 g/cm<sup>3</sup>

温度	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	0.9999	0.9999	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	1.0000	0.9999	0.9999	0.9998
10	0.9997	0.9996	0.9995	0.9994	0.9993	0.9991	0.9990	0.9988	0.9986	0.9984
20	0.9982	0.9980	0.9978	0.9976	0.9973	0.9971	0.9968	0.9965	0.9963	0.9960
30	0.9957	0.9954	0.9951	0.9947	0.9944	0.9941	0.9937	0.9934	0.9930	0.9926

## 2.5 湿态抗压强度测定方法

### 2.5.1 方法提要

膨润土与标准砂和水按比例混碾后，形成粘土膜将砂粒包裹，砂粒彼此间被粘土膜所粘连而具有强度，将其制成标准试件以测定湿态抗压强度。

### 2.5.2 主要仪器和材料

- a. 碾轮式混砂机；
- b. 锤击式制样机；
- c. 强度试验机；
- d. 台称：感量 1g，最大称量 5kg；
- e. 标准砂。

### 2.5.3 仪器调整

将混砂机碾轮和碾盘间距调至 3mm，刮砂板与碾盘间距调至 0.5~1.0mm。在工作过程中使碾轮和刮砂板能够正常转动。

### 2.5.4 试样的制备

将 2 000g 标准砂和 100g 在 105~110℃ 下烘干的试样混匀，均匀倒入混砂机内，开机干混碾 2min，然后均匀加入 80mL 水，继续混碾 8min。将混好的试料装入塑料袋内，扎紧袋口放置 10min，备用。

称取 160~170g 混好的试料装入样筒内，将样筒放在制样机座上，使试料均匀受 3 次冲击。试样高度为  $50 \pm 1$ mm 即合乎要求顶出试样，称重。以相同质量和方法再制两块试样。

### 2.5.5 试验步骤

校正好强度试验机，并将抗压夹具安装好。将圆柱形试样放在夹具上，匀速转动手轮，直至试样破碎，记下湿态抗压强度值。

### 2.5.6 允许差

同一试样测 3 个单值，取算术平均值，取小数点后 1 位。

参予平均的单值与平均值的相对误差不应超过 10%，否则，应对单值重新测定。

## 2.6 热湿拉强度测定方法

### 2.6.1 方法提要



将膨润土与标准砂和水按比例混碾后，制成标准试件，在试件一端加热，使之形成一定厚度的干砂层和水分凝聚区，测定水分凝聚区的抗拉强度。

### 2.6.2 主要仪器与材料

- a. 型砂热湿拉强度试验仪；
- b. 其他制样设备和材料同 2.5.2 条。

### 2.6.3 仪器调整

按 2.5.3 条进行。

### 2.6.4 试样的制备

按 2.5.4 条用热湿拉试样筒制备试样。

### 2.6.5 试验步骤

将试验仪通电预热半小时，变换“量程开关”拨向“50”处；调温度指示仪“调零螺丝”，使指针指“0”，再调“温度控制螺丝”，使“温度限位指针”指示 320—t 刻度（t 为室温）；按下加热按钮，加热板开始加热，用“加热时间调整旋钮”调整加热时间为 20s，待达到所需温度时，开始测试。如试件断面不平坦，则需增加或减少加热时间。

按“自动程序”按钮，拨动记录仪“测量”开关至“能”处，调节记录仪指针为“0”，再拨动记录仪“记录”开关至“通”处，向上拨动 20mm/s 记录纸速度控制钮，按压气阀，使记录笔有墨水出现，放下记录笔，笔尖记录纸接触。

抽出仪器上的挡板，将装有试样的试样筒放置于平台导轨上，并推至导轨终端。按“加热板上升按钮”，此时即能按程序自动进行。当加热板下降时，将簸箕放在样筒下面，使被拉断的砂落入其内。

每个试样平行测定 5 个试件。每个试件测试完毕后，取出样筒，将挡热板插入导轨内，以防辐射热损坏传感器。

### 2.6.6 结果计算

图 2 热湿拉强度测定记录(图略)

$$P=K(NA-NB) \dots\dots\dots (4)$$

式中：P——热湿拉强度，kPa；

K——仪器常数，当“变换量程开关”置“50”处，K=0.05kPa，格；

NA——总负载对应的峰高值，格；

NB——试样筒和剩余试件负载对应值，格。

2.6.7 允许差 同一试样测 5 个试件，测定结果取中间 3 个值的算术平均值，保留小数点后二位。参予平均的单值与平均值的相对误差不应超过 10%，否则，应对单值重新测定。

## 2.7 悬浮体性测定方法

### 2.7.1 方法提要

将定量试样与定量水配制成悬浮液，在一定条件下测定不同转速下的粘度值计算出屈服值。

### 2.7.2 主要仪器和材料

- 烘箱：能使温度控制在  $105 \pm 3$  ；
- 天平：感量为 0.01g
- 搅拌机：承载状态下  $11\,000 \pm 300$  r/min，带有直径约为 25mm 的单个波纹状叶轮；
- 容器：深 180mm；上口内径 97mm，下口内径 70mm；
- 直读式粘度计：测量范围为  $0 \sim 300$  MPa·s。

### 2.7.3 试验步骤

每 350mL 蒸馏水加 22.5g(水分含量小于 10%)膨润土样品，制备成悬浮体。在搅拌机上面边搅拌边把膨润土撒到水中，5min 后，取下高搅杯，把粘在壁上的膨润土刮下，再继续搅拌 15min。在室温下把悬浮体放在密封的容器中存放 16h，在搅拌机上将存放后的悬浮体搅拌 5min。然后在粘度计上测出 600r/min 和 300r/min 的读数值(测量温度为  $24 \pm 3$ )。

### 2.7.4 结果计算

悬浮体性能按(5)式计算

$$pv = 600 - 300$$

$$rp = 0.48(300 - pv) \dots\dots\dots(5)$$

式中：pv——塑性粘度，MPa·s；

rp——屈服值，Pa；

600，300——粘度计上 600r/min 和 300r/min 的读数值；

0.48——换算系数。

## 2.8 滤失量测定方法

### 2.8.1 方法提要

在规定的试验条件下悬浮液滤出的滤液毫升数。

### 2.8.2 主要仪器和材料

- a. 滤失量测定仪：气压式，压力 700kPa；
- b. 计时器：测量精度  $\pm 0.1\text{min}$ ，两个；
- c. 其他同 2.7.2 条。

### 2.8.3 试验步骤

使用 2.7.3 条中的悬浮体，测完粘度后搅拌 1min。将一个计时器定在 7.5min，另一个定在 30min。将泥浆样品倒入滤失仪中，至液面到顶缘的距离在 13mm 以内，放上滤纸，把滤失仪装配好。记时，拧紧泄压阀，调整调压器，在 30s 内加上  $700 \pm 35\text{kPa}$  的压力。

7.5min 后，除去悬挂在排液嘴上的液体。用干燥量筒收集滤液。30min 后，取下悬挂在排液嘴上的液体并拿开量筒，断开压力，记下从 7.5min 到 30min 所收集的液体体积。

### 2.8.4 结果计算

滤失量按(6)式计算

$$FL=2 \cdot V_2 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中：FL——30min 悬浮液滤出滤液，mL；

$V_2$ ——滤液体积，mL。

## 2.9 粒度测定方法

本标准中干法筛分适用于机械铸造、冶金球团行业对膨润土粉粒度的测定。湿法筛分适用于钻井泥浆行业对膨润土粉粒度的测定。

### 2.9.1 湿法筛分

#### 2.9.1.1 主要仪器和材料

- a. 六偏磷酸钠；
- b. 其余同 2.7.1 条。

#### 2.9.1.1 试验步骤

称取  $10 \pm 0.01\text{g}$  试样 加到含有 0.2g 六偏磷酸盐的 350mL 水中。用搅拌机搅拌 30min，老化 2h，再搅拌 5min。把悬浮液转移到孔径为 0.075mm 的标准筛中，用压力为 70kPa 的水流来回冲洗筛网上的试料 2min。把筛余物转移到已称重的蒸皿中，在  $105 \pm 3$  烘箱中烘干，放入干燥器内冷却至室温、称重。

#### 2.9.1.3 结果计算

筛余量按(7)式计算

$$W1 = \frac{m4}{m5} \times 100 \dots \dots \dots (7)$$

式中：W1——筛余量，%；

m4——筛余物的质量，g；

m5——试样的质量，g。

同一试样应进行平行测定，以两次测定结果的算术平均值作为最终测定结果。取小数点后 1 位。

## 2.9.2 干法筛分

### 2.9.2.1 主要仪器

a. 振动筛：偏心振动式振筛机，摇动次数为 270 ~ 300 次/min，振动次数为 140 ~ 160 次/min；

b. 试验筛：符合 GB 6003—85 规定；

c. 天平：感量为 0.001g。

### 2.9.2.2 试验步骤

称取经 105 ~ 110 °C 下烘干的试验 10g，倒入孔径为 0.075mm 筛网上盖上筛盖旋紧。振动筛筛分 10min，取下筛子，仔细清扫筛子，称量筛余物。

### 2.9.2.3 结果计算

筛下物含量按(8)式计算

$$W2 = \frac{m8 - m7}{m8} \times 100 \dots \dots \dots (8)$$

式中：W2——筛下物，%；

m8——试样的质量，g；

m7——筛余物的质量，g。

### 2.9.4.4 允许差

同一试样应进行平行测定，两次测定结果的误差不应超过 0.3%，否则，应重新测定，以两次测定结果的算术平均值做为最终测定结果。取小数点后 1 位。

## 2.10 交换性金属阳离子测定方法

### 2.10.1 方法提要

用含指示阳离子  $\text{NH}_4^+$  的提取剂处理膨润土矿试样，将试样中可交换性阳离子全部置换进入提取液中，并使试样饱和吸附指示阳离子转化成铵基上。将铵基土和提取液分离，测定提取液中的钾、钠、钙及镁等离子，则为相应的交换性阳离子量。

### 2.10.2 主要试剂和材料

- a. 离心机：测量范围为  $0 \sim 400\text{r/min}$ ；
- b. 磁力搅拌器：测量范围为  $50 \sim 2400\text{r/min}$ ；
- c. 钾、钠、钙、镁混合标准溶液 [ $c(0.01\text{Na}^+)$ 、 $0.005\text{Ca}^{2+}$ 、 $0.005\text{Mg}^{2+}$ 、 $0.002\text{K}^+$ ] 称取  $0.5004\text{g}$  碳酸钙(基准试剂)， $0.2015\text{g}$  氧化镁(基准试剂)， $0.5844\text{g}$  氯化钠(高纯试剂)和  $0.1491\text{g}$  氯化钾(高纯试剂)于  $250\text{mL}$  烧杯中，加水后以少量稀盐酸使之溶解(小心防止飞溅)。加热煮沸赶走二氧化碳，冷却。将溶液移入  $1000\text{mL}$  容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，移于干燥塑料瓶中保存；
- d. 交换液：称取  $28.6\text{g}$  氯化铵置于  $250\text{mL}$  水中，加入  $600\text{mL}$  无水乙醇，摇匀，用  $1+1$  氨水调节  $\text{pH}$  为  $8.2$ ，用水稀释至  $1\text{L}$ ，即为  $0.5\text{mol/L}$  氯化铵- $60\%$ 乙醇溶液。
- e. EDTA 标准溶液 [ $c(0.01\text{EDTA})$ ]：取  $3.72\text{g}$  乙二胺四乙酸二钠，溶解于  $1000\text{mL}$  水中。

标定：吸取  $10\text{mL}$   $0.01\text{mol/L}$  氯化钙(基准试剂)标准溶液于  $100\text{mL}$  烧杯中，用水稀释至  $40 \sim 50\text{mL}$  左右。加入  $5\text{mL}$   $4\text{mol/L}$  氢氧化钠溶液，使  $\text{pH}$   $12 \sim 13$ ，加少许酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂，用 EDTA 溶液滴至纯蓝色为终点。

$$c_1 = \frac{c_2 \cdot V_3}{V_4}$$

式中： $c_1$ ——EDTA 标准溶液的实际浓度， $\text{mol/L}$ ；

$c_2$ ——氯化钙标准溶液的浓度， $\text{mol/L}$ ；

$V_3$ ——氯化钙标准溶液的体积， $\text{mL}$ ；

$V_4$ ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积， $\text{mL}$ 。

- f. 洗涤液： $50\%$ 乙醇， $95\%$ 乙醇。

### 2.10.3 试验步骤

称取在  $115 \sim 110^\circ\text{C}$  下烘干的试样  $1.000\text{g}$ ，置于  $100\text{mL}$  离心管中。加入  $20\text{mL}$   $50\%$ 乙醇，在磁力搅拌器上搅拌  $3 \sim 5\text{min}$  取下，离心(转速为  $300\text{r/min}$  左右)，弃去管内清液，再在离心管内加入  $50\text{mL}$  交换液，在磁力搅拌器上搅拌  $30\text{min}$  后取下，离心，清液收集到  $100\text{mL}$

容量瓶中。将残渣和离心管内壁用 95%乙醇洗涤(约 20mL)，经搅拌离心后，清液合并于上述 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，待测。残渣弃去。

交换性钙、镁的测定，取上述母液 25mL，置于 150mL 烧杯中，加水稀释至约 50mL，加 1mL1+1 三乙醇胺和 3~4mL4mol/L 氢氧化钠，再加少许酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 混合指示剂，用 0.01mol/L EDTA 标准溶液滴定至纯蓝色，记下读数 V5，然后手用 1+1 盐酸中和 pH 为 7，再加氨水-氯化铵缓冲溶液(pH=10)，再用 0.01mol/L EDTA 标准溶液滴至纯蓝色记下读数 V6。

交换性钾、钠的测定：取 25mL 母液于 100mL 烧杯中，加入 2~3 滴 1+1 盐酸，低温蒸干。加入 1mL1+1 盐酸及 15~20mL 水，微热溶解可溶性盐，冷却后溶液移入 100mL 容量瓶中，以水稀释至刻度、摇匀，在火焰光度计上测定钾、钠。

标准曲线的绘制：分取 0、3、6、9、12、15mL 钾、钠、钙、镁混合标准溶液于 100mL 容量瓶中，加入 2mL1+1 盐酸，用水稀释至刻度、摇匀。在与试样同一条件下测量钾、钠的读数，并绘制标准曲线(此标准系列分别相当于每 100g 样中含有 0、170、345、520、690、860mg 的交换性钠和 0、60、120、175、240、295mg 的交换性钾)。

#### 2.10.4 结果计算

钙、镁的含量按(9)式计算

$$\begin{aligned} \text{交换性钙 g/100g} &= \frac{c_5 V_5}{2.5 m_3} \times 40 \quad \dots\dots\dots (9) \\ \text{交换性镁 g/100g} &= \frac{c_5 (V_6 - V_5)}{2.5 m_3} \times 24 \end{aligned}$$

式中：c5——EDTA 标准溶液的实际摩尔浓度 mol/L；

V6、V5——滴定时耗用 EDTA 标准溶液的毫升数，mL；

m3——试样质量，g。

钾、钠的含量按(10)式计算

$$\begin{aligned} \text{交换性钾 (g/100g)} &= \frac{K_{mg}}{2.5 m_3} \quad \dots\dots\dots (10) \\ \text{交换性钠 (g/100g)} &= \frac{Na_{mg}}{2.5 m_3} \end{aligned}$$

式中： $K_{mg}$ ， $N_{mg}$ ——由标准曲线上查得的钾钠的毫克数；  
 $m_3$ ——试样质量，g。

## 附加说明：

本标准由国家建筑材料工业局咸阳非金属矿研究所归口。

本标准由国家建筑材料工业局咸阳非金属矿研究所负责起草。

本标准主要起草人杜芳。