

用溴仿酒精溶液分离膨润土中的蒙脱石

黄天佑 于震宗

(清华大学机械系)

一、引言

膨润土的一系列重要物理化学性质、使用性能(例如铸造生产中型砂的工艺性能、石油钻井泥浆等)主要由膨润土中的蒙脱石矿物含量所决定。有人通过试验证明,膨润土中的蒙脱石含量与型砂的湿压强度呈正相关关系^(1,2)。所以,除了鉴别膨润土的类型是属于钙基或是钠基等外,一个评价膨润土质量的重要指标就是测定膨润土中蒙脱石矿物的含量。蒙脱石的定量分析方法过去国内外介绍得比较多的有亚甲基兰染色法、X光衍射法和差热分析法等^{①-⑥}。

重液法测定蒙脱石含量的方法是F. C. Loughnan提出的。他测定了一些矿物与酒精混合后的比重,发现蒙脱石与酒精混合后的比重由原来的2.65左右变成1.85,而膨润土中常见的一些杂质矿物的比重却几乎没有什么变化,都在2.17以上⁽³⁾,见表1。

表1 一些矿物吸附酒精后的假比重

Table 1. The apparent specific gravity of alcoholizing minerals

矿物名称	样品产地	比重(吸附酒精后) (g/cm ³)
高岭石	St. Ives	2.34
高岭石	Huber	2.37
埃洛石	Utah	2.17
埃洛石	Indiana	2.19
蒙脱石	New South wale	1.85
蒙脱石	Algerien	1.85

蒙脱石比重减小是由于酒精分子进入了蒙脱石晶层间,从而增大了层间距离,使蒙脱石团粒的比重减小。而别的矿物由于晶层之间不发生膨胀,所以仍然保持原来的比重。

W. Meyer用溴仿酒精溶液测定了一些膨润土的蒙脱石含量,每种膨润土五个数据之间相差只

有2.4%,结果比较稳定⁽⁴⁾。近藤晖作了不同重液比重以及离心速度对测量数据的影响的试验,认为采用2.1的比重和6000转/分的离心分离较合适⁽⁵⁾。国际铸造协会1977年也将溴仿酒精重液法测蒙脱石含量作为一种工厂必须“经常试验”的项目加以推荐⁽⁶⁾。但是,国外仍有人有不同意见,认为该法烦琐费时,而且数据不够准确。国内目前还没有进行用溴仿酒精溶液分离蒙脱石的报导。

笔者用溴仿酒精溶液测定了十一种膨润土的蒙脱石含量,并将这些数据与用吸兰量法所得的数据进行了对比。

二、试验方法及结果

所用的溴仿为北京化工厂生产的分析纯试剂,液态、无色、稍带刺激性气味,比重2.89。酒精为分析纯无水酒精。

1. 各种比重溴仿酒精溶液的配制

试验所用各种溴仿酒精溶液的配制使用100毫升茶色容量瓶。计算公式为

$$100d = 2.89V + 0.8(100 - V)$$

其中d——所需配制的重液
比重(克/毫升)

V——所需溴仿的毫升数

100 - V——所需酒精的毫升数

配制时先将容量瓶洗净、烘干及称重,配制完了再称重,最后算出溶液的实际比重。试验之前先

① 甘肃省地质局第六大队,用容量比色法测定吸兰量。

② 吕忠民,杨寿堂,1981,次甲基兰滴定——比色法测定平山膨润土中蒙脱石含量。

③ 徐又或,1979,含碳酸盐膨润土中可交换性阳离子交换总量的测定。

④ 江善庆,1981,浙江平山钠蒙脱石X射线衍射定量分析。

⑤ 清华大学铸工教研组,1973,用染色法检查型砂有效粘土含量的研究。

⑥ 于震宗,黄天佑,1982,膨润土的质量与检验,

把膨润土在105°~110℃下烘干2小时。

2. 具体操作过程

称量经烘干的膨润土0.500克(精确到0.001克)放入离心管中,加入配制好的一定比重的溴仿酒精溶液15毫升,用橡皮塞塞紧离心管口。分散时用两种方法:①把离心管平放在电动振荡器上振荡两小时;②把离心管放到超声波清洗器的水槽中用超声波振荡1小时。

把经分散后的离心管直立放在离心管架上静置半小时,然后将离心管放入离心机中进行分离。停止离心后再将离心管上部悬浮物倒入抽滤器上的细菌培养漏斗中,注意培养漏斗也要事先经105℃烘干并称重。用抽滤器抽滤后将悬浮物及培养一起再经105℃烘干并称重,最后算出悬浮物的重量。根据下式可以计算膨润土中蒙脱石的含量百分数:

$$M = \frac{G \times 100}{0.500} \%$$

其中 M——蒙脱石含量百分比

G——悬浮物重量

3. 离心机转速的选择

进行这项试验时选用比重为2.10的溴仿酒精溶液。试验先在LG10—2.4型离心机上进行,每次离心分离的时间为20分钟,对三种膨润土的分离结果见图1。从试验结果看,转速超过5000转/分以后,上浮物的重量不再随转速的增高而改变,基本上稳定在一定值上。虽然LG10—2.4型离心机的最高转速可以达到10000转/分,但考虑到许多工厂及地质部门现在大多使用的是类似LXJ—64—01的低速离心机,所以作者再在LXJ—64—01离心机上用最高速度5000转/分再次对上面的三种膨润土进行离心分离。将用这两种离心机离心分离的结果同列于表2。为了检验试验数据的稳定性,每次膨润土做三个样品。

由表2可以看出,在LXJ—64—01型离心机上用5000转/分分离的效果与在LG10—2.4型离心机上用5000转/分以上转速分离的结果很接近,分离后上悬物与沉淀物的分层很清楚,中部的溶液完全澄清透明,由此证明分离是充分的。所以,以后的试验都在LXJ—64—01离心机上用5000转/分的转速进行分离。

4. 试验结果

根据图1及表2中的试验结果,选定蒙脱石分离试验的条件为:溴仿酒精溶液的比重为2.10,采用电动机振荡方法进行分散处理,用LXJ—64—

01型离心机,试验时转速为5000转/分。对国内外的十一种膨润土用这种方法分离的结果数据见表3。又测定了这十一种膨润土的吸兰量一并列于表3中。由表3中可以看出,大多数膨润土的吸兰量换算系数都比现在普遍采用的0.442大。

膨润土5—1(平山)及1—1(托克逊)分离后的上部悬浮物及底部沉淀物的X光衍射曲线见图2。X光衍射试验是在日本制造的理学3015型仪器上进行的,试验条件为:狭缝系统1°—0.3mm—1°,扫描速度2°/分,时间常数为1秒,X光管的电压为40KV,电流25mA。

从图2中曲线I及II可以看出,1—1(托克逊)膨润土经离心分离后,离心管底部的沉淀物大部分为杂质,只有很少量的蒙脱石,而上悬物中绝大部分为蒙脱石,只有极微量的石英、方英石等杂质,可见分离是较彻底的。

从表3中可以看出,5—1(平山)膨润土经离心分离后膨润土全部沉在底部,没有悬浮物漂起。采用超声波分散方法,仍没有悬浮物被分离出来。

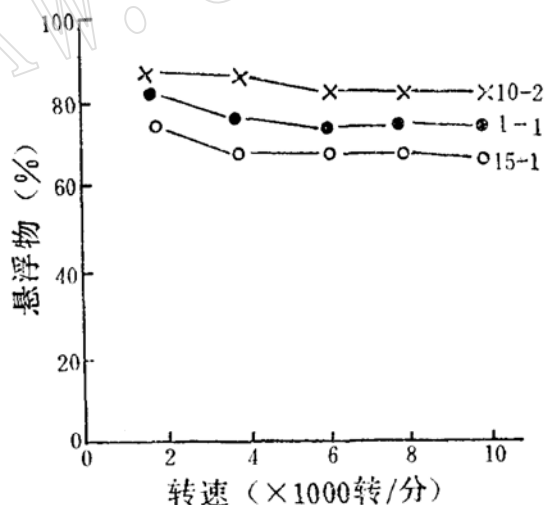


图1 离心机速度对分离效果的影响

Fig. 1. Influence of speed of centrifugal on the results of separation

注: 1—1(托克逊) 15—1(宣化) 10—2(鄂城)

又增大溴仿酒精的比重,分别为2.20,2.30和2.39,还是采用超声波及机械振荡两种分散方法处理,但是经离心机分离后只有重液比重为2.39的重液中才有一些悬浮物出现。对其悬浮物与沉淀物分别进行X光衍射检查,其结果见图2中的曲线III、IV。从X光衍射曲线看,分离后沉淀物中几乎没有蒙脱石存在,绝大部分杂质为石英、方英石。但是,在悬浮物中仍然有许多杂质存在,可见分离还是不彻

表2 两种离心机分离效果比较(%)

Table 2 Effect of separation by two different types of centrifugal (%)

离心机种类	上浮物重量	粘土号	1—1(托克逊)	15—1(宣化)	10—2(鄂城)
	百分比 分散方法				
LG10—2.4	机械振荡		70.5 72.3 68.5	63.3 69.1 68.5	78.2 83.1 81.0
	超声波振荡		69.6 71.3 68.5	65.4 66.8 67.6	80.1 78.9 80.1
LXJ—64—01	机械振荡		69.4 73.8 70.4	68.0 70.4 64.0	79.1 82.2 85.1
	超声波振荡		71.1 70.2 67.6	69.4 68.8 65.3	79.6 80.3 82.3

注：离心机转速为5000转/分，每种情况做三个样品。

表3 用溴仿酒精溶液分离法测定几种膨润土的蒙脱石含量

Table 3 Measure the content of montmorillonite of some bentonites by using an alcoholic mixture of bromoform

粘土编号	1—1	6—1	7—1	14—1	11—1	12—4	15—1	18—2	10—2	5—1	110—1
蒙脱石含量(%)	69.4	52.2	82.6	66.8	60.1	70.2	68.0	58.5	79.0	0.0	87.1
	73.8	50.6	81.6	69.0	62.3	71.8	70.4	61.3	82.2	0.0	89.2
	70.4	53.1	80.2	69.6	60.2	75.4	64.0	56.1	85.1	0.0	90.0
蒙脱石含量平均值	71.2	51.9	81.5	68.5	60.8	72.5	67.5	58.6	82.0	0.0	88.8
膨润土吸兰量(毫升)	35	24.5	40	32.5	27	30	31	27	36.5	26	40
纯蒙脱石吸兰量 (克亚甲兰/100克土)	0.491	0.472	0.490	0.475	0.444	0.414	0.459	0.461	0.445		0.451

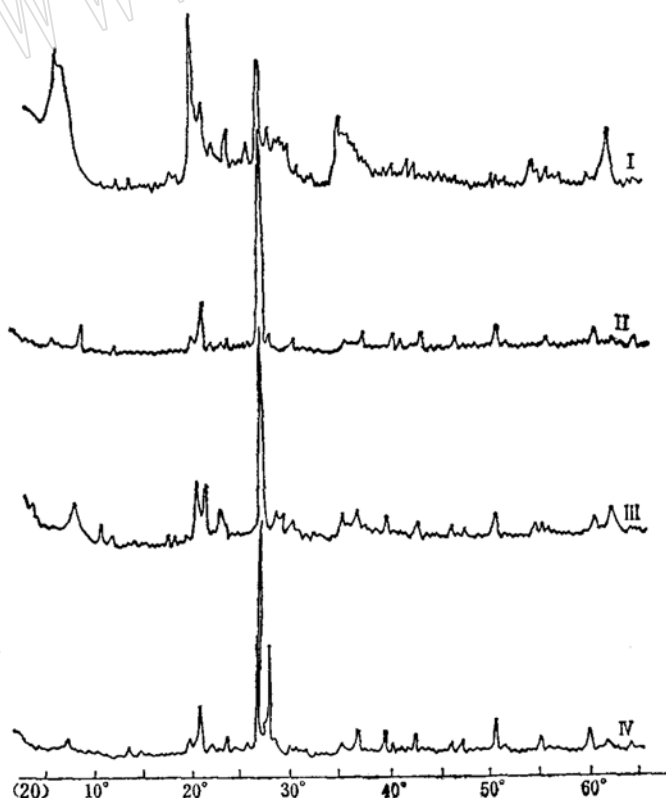


图2 上浮物和沉淀物的X光衍射曲线

Fig. 2. X-ray diffraction of sediments and suspension

I 1—1(托克逊)上浮物 II 1—1(托克逊)沉淀物 III 5—1(平山)上浮物 IV 5—1(平山)沉淀物

表4 几种膨润土的化学成分(%)

Table 4 Chemical analyses of bentonites (%)

	5—1 (平山)	110—1 (怀俄明)	1—1 (托克逊)	10—2 (鄂城)	12—6 (罗山)
SiO ₂	69.8	62.2	61.6	57.3	64.8
CaO	1.5	0.8	1.0	1.4	1.4
MgO	2.48	2.7	3.55	3.65	3.33
Fe ₂ O ₃	1.0	3.4	2.5	1.95	1.12
K ₂ O	1.25	1.32	1.93	1.05	0.95
Na ₂ O	2.0	2.2	1.9	0.4	0.4
Al ₂ O ₃	13.63	17.8	15.4	17.0	12.2

表5 几种膨润土的真比重(g/cm³)Table 5 The true specific gravity of bentonites (g/cm³)

粘土编号	5—1 (平山)	15—1 (宣化)	17—1 (黑山)	11—1 (信阳)	12—6 (罗山)	1—1 (托克逊)
比 重	2.50	2.32	2.31	2.37	2.25	2.35

底的。

三、讨论及结论

从以上重液法测定蒙脱石含量的结果看,这种方法对于大多数的膨润土的蒙脱石定量分析是可行的,而且数据比较准确、稳定。除5—1(平山)膨润土外,其余十种膨润土按此方法测得的蒙脱石含量与各膨润土吸兰量之间的换算系数平均值为0.4636(克亚甲基兰/100克蒙脱石),最高值为0.4937,都比现在普遍使用的换算系数0.442高。

试验还表明,各种膨润土中蒙脱石的吸附亚甲基兰色素的能力不一样,这表现在各种蒙脱石的吸兰量换算系数有所差异。

5—1(平山)膨润土用溴仿酒精溶液分离的结果与其它膨润土很不一致,这是什么原因呢?从表4中膨润土的化学分析结果可以看出,5—1(平山)膨润土的SiO₂含量比其它膨润土高很多。又测定了几种膨润土的真比重,其结果见表5。由表5可以看出,5—1(平山)膨润土的真比重比其它膨润土大。从X光衍射曲线上看出该膨润土的主要杂质是石英。根据这些试验结果,认为用重液分离方法不能分离出5—1(平山)膨润土中的蒙脱石矿物的原因可能是由于该膨润土中的石英与蒙脱石存在某种特殊的结合,而且这种结合不是用机械振动或超声波振荡等方法所能破坏得了的。

由以上重液法测蒙脱石含量的结果以及与吸兰量法测定蒙脱石含量的结果对比,作者认为用溴仿酒精溶液分离膨润土的蒙脱石是一种精确、可靠的蒙脱石定量方法,不仅对于铸造生产部门是适用的,而且对于地质部门的实验室更有它的实际意义。

作者推荐以下的试验方法:把经105℃烘干的膨润土0.500克和比重为2.10克/厘米³的溴仿酒精溶液15毫升加入离心管中,先在电动振荡器上振荡两小时,然后静置半小时,再放入最高转速为5000转/分的LXJ-64—01离心机上离心半小时。将上浮物小心倒入抽滤器上的坩埚漏斗并抽滤,最后连同漏斗、悬浮物一起经105℃烘干再称重,就可以计算出该膨润土的蒙脱石含量。

参 考 文 献

- [1] Patterson, W, Boenisch D, 1961, Die Bedeutung der Festigkeit feuchter, tongebundener Formsandte, besondere der Nassfestigkeit. Giesserei Techni-Wiss. 13, S. 157—193.
- [2] Tilch, W, Flemming, E, 1981, Charakteristika pouziti slévarenských jílových pojiv pro formování na syrovo. Slév. 29, p. 251—256.
- [3] Loughnan, F. C, 1957, A technique for the isolation of Mont. and Halloysite. Amer. mineral. 42, p. 239—397.
- [4] Meyer, W, 1972, A Method of Bentonite

Determination. AFS Cast Metals Resrech. dec. p.
161—163.

〔5〕 近藤輝, 1980, 5, プントメイト 中の不
純物の分離, 铸件第97回演讲会概要集。

〔6〕 CIATF Commission 1A: 1977, Recnoml-
endations of Commission 1A (foundry bonding c-
ays) on methods of contral of bentonite. 60. p48—
55.

Separation of Montmorillonite from Bentonite with an Alcoholic Mixture of Bromoform

Huang Tianyou, Yu Zhenzong

Abstract

Bentonite quality depends largely on its content of montmorillonite. Method of methylene blue adsorption has been used usually to estimate the approximate montmorillonite content. But the heavy liquid separation method is considered to be the most precision process to separate the montmorillonite from other minerals. The specific gravity of alcoholic bromoform mixture, the speed and types of centrifugal equipment and other technical parameiers were studied in detail. An optimum testing procedure is described in this paper. More than 10 chinese bentonites have been separated, and the contents of montmorillonite have been determined. A new coefficient of methylene blue adsorption for bentonite is found by comparing them with those of the methylene blue adsorption. It is considered in this paper, that this new method is important for examing the quality of bentonite. The above method is technically practical not only for fon-dry industry but also for geologic examination.