



中华人民共和国国家标准

GB/T 5005—2001
eqv ISO 13500:1998

钻井液材料规范

Drilling fluid materials specifications

2001-12-30 发布

2002-08-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

目 次

前言	I
ISO 前言	II
1 范围	1
2 引用标准	1
3 重晶石粉	1
4 铁矿粉	8
5 钻井膨润土.....	14
6 未处理膨润土.....	17
7 OCMA 膨润土	20
8 凹凸棒土.....	23
9 海泡石.....	26
10 技术级低粘羧甲基纤维素	28
11 技术级高粘羧甲基纤维素	31
12 淀粉	34
附录 A（标准的附录） 产品实验报告格式	38
附录 B（标准的附录） 产品质量检验单格式	41
附录 C（标准的附录） 计算方法示例	43
附录 D（标准的附录） 粘度效应的测定	45
附录 E（提示的附录） 重晶石中的矿物杂质	46
附录 F（提示的附录） 定义与缩略语	46

前 言

本标准规定了钻井液用重晶石粉、铁矿粉、钻井膨润土,未处理膨润土、OCMA 膨润土、凸凹棒土、海泡石、技术级低粘羧甲基纤维、技术级高粘羧甲基纤维和淀粉的技术要求、实验方法、检验规则及包装、标志。

本标准等效采用 ISO 13500:1998《石油和天然气工业 钻井液材料 规范和测试》。

本标准编写中对标准格式和编号等按要求进行了修正。对 ISO 13500 中第 2 章规范参考目录(涉及到的国际标准目录)、第 4 章要求(为实验标准材料要求)、第 5 章校正(为仪器校正的方法)、第 6 章包装材料等四章因我国有关法规均有明确规定,故予以删除。第 3 章定义与缩略语作为提示的附录收在标准中,将附录 A 重晶石中的矿物杂质作为提示的附录保留下来,将附录 B 实验精度的内容作为标准的条文分散列于各种材料的章节之中,将附录 C 计算方法示例作为标准的附录保留下来。

本标准从生效之日起,同时代替 GB/T 5005—1994、SY/T 5351—1991、SY 5508—1992、SY/T 5060—1993、SY/T 5603—1993、SY/T 5093—1992、SY/T 5353—1991。

- 本标准中的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 都是标准的附录;
- 本标准中的附录 E、附录 F 都是提示的附录。
- 本标准由中国石油天然气集团公司提出。
- 本标准由石油钻井工程专业标准化委员会归口。
- 本标准起草单位:承德石油高等专科学校。
- 本标准参加起草单位:石油勘探开发科学研究院钻井所。
- 本标准主要起草人:张国钊、潘小镛、黄步耕、王奎才、杨竞、谈伯生、何耀春、邵小模、郑若芝。

ISO 前言

本国际标准包括石油和天然气钻井液常用材料。这些材料均被大批量使用,并可以从现存商品中以多种渠道购到,本国际标准不包括单一或限定来源的产品,也不包括特制品。

出版国际标准是为了便于用户和生产商之间的沟通,是为从不同生产商和/或不同时间购买的同类仪器和材料提供可靠替换性,当仪器和材料以某种方式被使用以期达到预期目的时为之提供足够的安全标准。本国际标准给出了最低要求,但并不企图阻止任何人购买和生产符合其他规范的材料。

本国际标准实质是以 API Spec 13A,1993 年 5 月 1 日第 15 版为基准的,本国际标准的目的是为重晶石、赤铁矿、钻井膨润土、未处理膨润土、石油公司材料协会(OCMA)级膨润土、凹凸棒土、海泡石、技术级低粘羧甲基纤维素、技术级高粘羧甲基纤维素和淀粉,提供产品规范。

本文件的意图是把各种钻井液材料的国际标准合并成一个 ISO 版本文件。行业调查发现只有 API 公布了这些材料的实验步骤和规范标准。

由于 OCMA 与后来的执行委员会,均被宣布无效,相关的 OCMA 材料已包括在 API 文卷中,并且 OCMA 所有规范已于 1983 年提交给 API。

1 范围

本标准规定了重晶石粉、铁矿粉、钻井膨润土、未处理膨润土、OCMA 膨润土、凹凸棒土、海泡石、技术级低粘羧甲基纤维素、技术级高粘羧甲基纤维素和淀粉的技术要求、测试程序、检验规则及包装、标志。

本标准适用于油井和气井钻井液用重晶石粉、铁矿粉、钻井膨润土、未处理膨润土、OCMA 膨润土、凹凸棒土、海泡石、技术级低粘羧甲基纤维素、技术级高粘羧甲基纤维素和淀粉等材料。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682—1997 分析实验室用水规格和试验方法

GB 8170 数值修约规则

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛

GB/T 16783—1997 水基钻井液现场测试程序

3 重晶石粉

3.1 概述

3.1.1 重晶石粉是用含硫酸钡的商业矿石生产的,生产厂家应保存商业重晶石粉的分析 and 类似文件的证书。它可以是单一矿石,也可以是混合矿石;可以是直接开采出的产品,也可以用各种增效方法如洗选、摇床、淘汰或浮选的产品。除了硫酸钡外,还有其他附带矿物。由于这些矿物的存在,使得商业重晶石粉的颜色变化各异,从灰白到灰色、红色或棕色。常见的附带矿物有石英、燧石等硅酸盐及菱铁矿和白云岩等,以及金属氧化物和硫化物。尽管这些矿物在通常情况下是不溶解的,但在某种情况下,它可以和某些钻井液中的其他成分发生反应而对钻井液性能产生不良影响。

3.1.2 按本标准提供的重晶石粉应符合表 1 中规定的技术指标。

表 1 重晶石粉技术指标

性 能	指 标
密度/(g/cm ³)	≥ 4.20
水溶性碱土金属(以钙计)/(mg/kg)	≤ 250
75 μm 筛余物质量分数/%(m/m)	≤ 3.0
小于 6 μm 颗粒/%(m/m)	≤ 30

3.2 仪器或设备

- 3.2.1 烘箱:可控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 3.2.2 干燥器:装有干燥剂。
- 3.2.3 李氏密度瓶:夹紧或压住,以防在水槽中浮起。
- 3.2.4 透明恒温槽:控温范围在 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ (配有加热和循环辅助设备的 40 dm^3 水槽或功能等效物)。
- 3.2.5 天平:精度为 0.01 g 。
- 3.2.6 移液管: 10 cm^3 。
- 3.2.7 放大镜。
- 3.2.8 木棒:直径约 8 mm ,长度 30 cm ,或功能等效物。
- 3.2.9 扁式称量瓶, $\phi 50\text{ mm}\times 30\text{ mm}$ 。
- 3.2.10 硬细毛刷。
- 3.2.11 具塞锥形瓶: 250 cm^3 。
- 3.2.12 量筒: 100 cm^3 ,刻度 1 cm^3 。
- 3.2.13 锥形瓶: 100 cm^3 至 150 cm^3 。
- 3.2.14 血清移液管或滴定管:刻度为 0.1 cm^3 。
- 3.2.15 移液管: 10 cm^3 。
- 3.2.16 滤失仪或过滤漏斗。
- 3.2.17 振荡器:任选。
- 3.2.18 容量瓶: $1\text{ }000\text{ cm}^3$ 。
- 3.2.19 搅拌棒。
- 3.2.20 搅拌器:负载转速为 $11\text{ }000\text{ r/min}\pm 300\text{ r/min}$,转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm ,且其凹面朝上。
- 3.2.21 搅拌杯:深 180 mm ,上口内径 97 mm ,下底内径 70 mm 。
- 3.2.22 $75\text{ }\mu\text{m}$ 筛子:直径 76 mm ,从上边框到筛布高 69 mm 。
- 3.2.23 喷嘴:接到带有 90 ° 弯管的水管上的喷嘴体(或等效产品)。
- 3.2.24 水压调节器,能调节至 $69\text{ kPa}\pm 7\text{ kPa}$ 。
- 3.2.25 蒸发皿。
- 3.2.26 玻璃沉降量筒:高约 457 mm ,直径 63 mm ,刻度体积为 $1\text{ }000\text{ cm}^3$ 。
- 3.2.27 橡胶塞:13 号。
- 3.2.28 温度计:可测温范围 $16\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 32\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 3.2.29 密度计:具有读悬浮液密度的刻度。
- 3.2.30 计时器:机械或电子型,最小刻度 1 s 。
- 3.2.31 泥浆密度秤: $2.0\text{ g/cm}^3\sim 3.0\text{ g/cm}^3$ 。

3.3 试剂或材料

- 3.3.1 无水煤油:市售煤油 5 kg ,加入无水氯化钙 200 g ,摇动 5 min 后放置 24 h ,取上层清液(如浑浊应过滤)。
- 3.3.2 EDTA 水溶液: $3.12\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 二水合乙二胺四乙酸二钠盐,在容量瓶中用去离子水稀释至 $1\text{ }000\text{ cm}^3$,使用前标定。
- 3.3.3 缓冲溶液: $63.5\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 氯化铵及 $510\text{ cm}^3\pm 1\text{ cm}^3$, 15 mol/dm^3 的氢氧化铵溶液,在容量瓶中用去离子水稀释至 $1\text{ }000\text{ cm}^3$ 。
- 3.3.4 铬黑 T 指示剂:称取 0.5 g 铬黑 T,加 20 cm^3 三乙醇胺,加水稀释至 100 cm^3 。
- 3.3.5 六偏磷酸钠:化学纯。
- 3.3.6 分散剂溶液:每 $1\text{ }000\text{ cm}^3$ 溶液含 $40\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 六偏磷酸钠(化学纯)和 $3.6\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 无水碳酸

钠(化学纯)。用碳酸钠来调节溶液的 pH 值至约 9.0。

3.3.7 去离子水或蒸馏水。

3.3.8 硫酸钙:化学纯。

3.3.9 薄纱纸:吸收剂。

注:实验级薄纱纸无吸收剂,因而不适用于本测试过程。

3.3.10 滤纸:Whatman 50 型,或等效产品。

3.4 密度测试程序

3.4.1 在一干燥的李氏瓶中加入无水煤油,至零刻度线下约 2 cm³ 处。在木棒上斜卷薄纱纸,用此将李氏瓶颈部的内表面擦干。木棒及薄纱纸不得与瓶内煤油接触。

3.4.2 将李氏瓶直立放入恒温槽中。槽中水面应高出瓶颈的 24 cm³ 刻度线,但应低于瓶塞位置。用夹子或重物确保李氏瓶稳定。

3.4.3 使李氏瓶及其所盛液体平衡至少 1 h。用放大镜仔细观察弯月面的位置,读出初始体积,读准至 0.05 cm³,但不许将李氏瓶取出恒温槽读数。

注:如果恒温后煤油液面不在-0.2 cm³ 至+1.2 cm³ 范围内,则用移液管添加或移出一些煤油,以使液面落在该范围内。该瓶子平衡至少 1 h,记录初始体积。

3.4.4 从恒温槽中取出李氏瓶,擦干并取下瓶塞。

3.4.5 在干燥的 100 mL 烧杯中称取 80 g±0.05 g 在 105℃±3℃干燥 2 h 的重晶石粉,通过干燥洁净的短颈漏斗小心地加入到李氏瓶中。注意避免煤油溅出,或重晶石粉堵塞瓶径圆球部分。这个过程较费时,需要将重晶石粉一点一点地加入,然后盖好瓶塞。

3.4.6 必要时轻拍瓶颈部或同时仔细摇动,以刷下粘在瓶壁上的重晶石粉。不要使煤油接触磨口玻璃塞与瓶子的接触面。

3.4.7 沿着一个斜度不超过 45°的光滑平面缓缓滚动瓶子,或将直立的瓶子放在两手掌间快速转动,以除去重晶石粉样品中夹带的空气。重复上述步骤,直到看不见重晶石粉中再有气泡出现为止。

3.4.8 将李氏瓶放回恒温槽中,恒温至少 30 min。

3.4.9 将李氏瓶从恒温槽中取出,重复 3.4.7 实验步骤,以除去重晶石粉中的所有残留空气。

3.4.10 再次将李氏瓶放回恒温槽中,恒温至少 1 h。

3.4.11 按照 3.4.3 中所述的方式读出最终体积。

3.4.12 密度计算方法:

按(1)式计算重晶石粉的密度:

$$\rho = \frac{m}{V_1 - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中: ρ——重晶石粉的密度,g/cm³;

m——加入重晶石粉的质量,g;

V₁——李氏瓶的最终体积,cm³;

V₀——李氏瓶的初始体积,cm³。

3.5 水溶性碱土金属(以钙计)测试程序

3.5.1 在具塞锥形瓶中称取 100 g±0.05 g 干燥过的重晶石粉,加入 100 cm³±1 cm³ 去离子水。盖好塞子,在 1 h 内振摇 4~6 次,每次不间断地振摇 5 min,或者用振荡器振摇 20 min~30 min。

3.5.2 振摇之后,用低压滤失仪(或过滤漏斗)加两层滤纸将悬浮液过滤,将滤液收集到一玻璃容器中。

3.5.3 加 50 cm³±1 cm³ 去离子水至 150 cm³(或 100 cm³)锥形瓶中。加约 2 cm³ 缓冲液和 3~5 滴铬黑 T 指示剂,以达到明显的蓝色。摇动使之混匀。

如这时溶液具有明显蓝色以外的颜色,则表明设备、水有污染。寻找并消除污染源并再重新进行实验。

3.5.4 用移液管移取 10 cm^3 滤液至锥形瓶中,摇匀。若溶液呈蓝色则表明钙、镁为零,实验结束。如果有钙和镁存在将出现酒红色。

3.5.5 如果钙、镁存在,开始摇动锥形瓶并用 EDTA 溶液滴定至蓝色终点。滴定的终点最好是再加 EDTA 不再产生由红到蓝的颜色变化的时刻。产生蓝色终点时所用 EDTA 的体积将用于 3.5.6 节中的计算。

如果终点不清晰或达不到终点,就必须进行其他实验,并记下所用方法及所得结果。

3.5.6 水溶性碱土金属(以钙计)含量计算方法:

按(2)式计算水溶性碱土金属(以钙计)含量:

$$Ca = 100 \times c_B V \times 40.08 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: Ca ——水溶性碱土金属(以钙计)含量, mg/kg ;

c_B ——EDTA 标准溶液的浓度, mol/dm^3 ;

V ——消耗 EDTA 标准溶液的体积, cm^3 ;

40.08——每摩尔钙离子的质量, g/mol 。

3.6 $75\text{ }\mu\text{m}$ 筛余物测试程序

3.6.1 称取 $50\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 干燥过的重晶石粉,加到大约含有 0.2 g 六偏磷酸钠的 350 cm^3 去离子水中,在搅拌器上搅拌 $5\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。

3.6.2 将样品转移至 $75\text{ }\mu\text{m}$ 筛中,用洗瓶将容器中的全部物料转移至筛子上,用从喷嘴出来的压力为 $69\text{ kPa} \pm 7\text{ kPa}$ 的水流冲洗筛网上的物料 $2\text{ min} \pm 15\text{ s}$ 。冲洗时,使喷嘴放在筛子顶部的一个近似平面上,并且在样品上方反复移动水流。

3.6.3 将筛余物从筛子冲洗到已在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$ 下烘干冷却后称量的蒸发皿中,并缓慢倒出多余的清水。

3.6.4 在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$ 的烘箱中将蒸发皿和筛余物烘干 2 h ,取出在干燥器中冷却 30 min ,称量蒸发皿及筛余物的质量。

3.6.5 $75\text{ }\mu\text{m}$ 筛余物计算方法:

按(3)式计算 $75\text{ }\mu\text{m}$ 筛余:

$$S_{75} = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: S_{75} —— $75\text{ }\mu\text{m}$ 筛余物质量分数, %;

m_1 ——蒸发皿及 $75\text{ }\mu\text{m}$ 筛余物质量, g ;

m_0 ——蒸发皿质量, g ;

m ——称取重晶石粉质量, g 。

3.7 等效球状直径小于 $6\text{ }\mu\text{m}$ 颗粒测试程序

3.7.1 称取 $80\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥 24 h 的重晶石粉至搅拌杯中。

3.7.2 加入 $125\text{ cm}^3 \pm 2\text{ cm}^3$ ($127\text{ g} \pm 2\text{ g}$) 分散溶液至搅拌杯中,用去离子水稀释至约 400 cm^3 。将粘附在刮刀上的所有颗粒冲洗至悬浮液中。

3.7.3 在搅拌器上搅拌 $5\text{ min} \pm 30\text{ s}$ 。

3.7.4 将悬浮液转至沉降量筒中。用去离子水冲洗搅拌杯,保证所有样品颗粒转移至沉降量筒中。

3.7.5 加去离子水至 $1\text{ }000\text{ cm}^3$ 刻度线。握紧量筒上端的 13 号橡胶塞,坚持不断地上下反复颠倒量筒 $60\text{ s} \pm 6\text{ s}$,以使样品充分混匀。

这是一个关键性步骤。沉降开始时悬浮液必须是均匀的。由于重晶石粉的密度高,这很难达到。

3.7.6 将量筒放在恒温室柜台上(或恒温槽内),同时启动计时器。在悬浮液中悬挂一支温度计。

3.7.7 以 $10\text{ min} \pm 6\text{ s}$, $20\text{ min} \pm 6\text{ s}$, $30\text{ min} \pm 6\text{ s}$ 和 $40\text{ min} \pm 6\text{ s}$ 的间隔读取密度计数值(或一直到 $6\text{ }\mu\text{m}$ 下的第 1 个实验点)。读密度计数值时,在松手前仔细并缓慢将密度计下降至约 1.020 刻度线。当密度计稳定后,在规定时间读取弯月面的顶端。仔细慢慢取出密度计,在每次读值后用去离子水冲洗密

度计并擦干。每次读值后必须马上取出密度计,以消除颗粒在密度计台肩上的沉积,因为这会导致错误的结果。必须以对流体最小的扰动读取所有密度计数值,以保护悬浮液的沉降平衡。

3.7.8 在数据卡上记录时间(t),min;温度(T),℃;和密度计读数(H)。

3.7.9 对于每一时间间隔,从表 2 和表 3 确定水粘度(η)和密度计有效深度(L),并记录在数据卡上。

3.7.10 等效球状直径小于 $6\text{ }\mu\text{m}$ 颗粒实验的计算方法:

3.7.10.1 密度计校正斜率(Mc)和密度计校正截距(Bc)的计算:

按(4)、(5)式计算密度计校正斜率(Mc)和密度计校正截距(Bc)。

$$Mc = 1\,000 \frac{(R_1 - R_2)}{(T_2 - T_1)} \dots\dots\dots(4)$$

式中: Mc ——修正曲线的斜率;

R_1 ——较低温度时密度计的平均读数;

R_2 ——较高温度时密度计的平均读数;

T_1 ——较低温度时温度计的平均读数;

T_2 ——较高温度时温度计的平均读数。

$$Bc = (Mc \times T_1) + [(R_1 - 1) \times 1\,000] \dots\dots\dots(5)$$

式中: Bc ——修正曲线的截距;

T_1 ——较低温度时温度计的平均读数;

R_1 ——较低温度时密度计的平均读数。

3.7.10.2 样品常数(Ks)的计算:

按(6)式计算样品常数(Ks),并记录在数据卡上。

$$Ks = \frac{100 \times \rho}{m(\rho - 1)} \dots\dots\dots(6)$$

式中: Ks ——样品常数;

ρ ——样品密度,g/cm³;

m ——样品质量,g。

3.7.10.3 等效球状直径(de)的计算:

按(7)式计算等效球状直径(de),并记录在数据卡上。

$$de = 17.5 \sqrt{\frac{\eta L}{(\rho - 1)t}} \dots\dots\dots(7)$$

式中: de ——等效球状直径, μm ;

η ——水的粘度,mPa·s;

L ——深度,cm。

ρ ——样品密度,g/cm³;

t ——时间,min。

3.7.10.4 按(8)式计算等效颗粒直径(de)略大于 $6\text{ }\mu\text{m}$ 实验点的细颗粒累积百分数(SH)和等效颗粒直径(de)略小于 $6\text{ }\mu\text{m}$ 实验点的细颗粒累积百分数(SL),并记录在数据卡上。

$$S = Ks[(Mc \cdot T) - Bc + (H - 1)1\,000] \dots\dots\dots(8)$$

式中: S ——小于某尺寸的细颗粒累积百分数;

Ks ——样品常数;

Mc ——密度计校正斜率;

T ——悬浮液温度,℃;

Bc ——密度计校正截距;

H ——密度计读数。

3.7.10.5 按(9)式计算小于 6 μm 颗粒累积百分数(S_6),并记录在数据卡上。

$$S_6 = \left[\left(\frac{SH - SL}{dH - dL} \right) (6 - dL) \right] + SL \dots\dots\dots (9)$$

式中: S_6 ——小于 6 μm 颗粒累积百分数;
 SH ——略大于 6 μm 实验点细颗粒累积百分数;
 SL ——略小于 6 μm 实验点细颗粒累积百分数;
 dH ——略大于 6 μm 实验点细颗粒等效直径;
 dL ——略小于 6 μm 实验点细颗粒等效直径。

3.7.10.6 按(10)式计算实验温度下的粘度:

$$\lg(\eta_{20}/\eta_T) = [1.37023(T - 20) + 0.000836(T - 20)^2]/(109 + T) \dots\dots\dots (10)$$

式中: η_{20} = 1.002;
 η_T ——实验温度下的粘度;
 T ——摄氏温度,℃。

表 2 水在不同温度下的粘度

温度/℃	粘度/(mPa·s)	温度/℃	粘度/(mPa·s)	温度/℃	粘度/(mPa·s)
15.6	1.121 1	20.0	1.002 0	24.4	0.901 8
16.1	1.105 0	20.6	0.988 5	25.0	0.890 4
16.7	1.089 3	21.1	0.975 3	25.6	0.879 2
17.2	1.073 9	21.7	0.962 4	26.1	0.868 3
17.8	1.058 9	22.2	0.949 8	26.7	0.857 6
18.3	1.044 2	22.8	0.937 4	21.2	0.847 0
18.9	1.029 8	23.3	0.925 3	21.8	0.836 7
19.4	1.015 8	23.9	0.913 4	28.3	0.826 6

表 3 用于指定深度量筒的密度计数值对应的有效深度

未修正密度 计数值	有效深度 L/cm	未修正密度 计数值	有效深度 L/cm	未修正密度 计数值	有效深度 L/cm
1.000	16.3	1.013	12.9	1.026	9.4
1.001	16.0	1.014	12.6	1.027	9.2
1.002	15.8	1.015	12.3	1.028	8.9
1.003	15.5	1.016	12.1	1.029	8.6
1.004	15.2	1.017	11.8	1.030	8.4
1.005	15.0	1.018	11.5	1.031	8.1
1.006	14.7	1.019	11.3	1.032	7.8
1.007	14.4	1.020	11.0	1.033	7.6
1.008	14.2	1.021	10.7	1.034	7.3
1.009	13.9	1.022	10.5	1.035	7.0
1.010	13.7	1.023	10.2	1.036	6.8
1.011	13.4	1.024	10.0	1.037	6.5
1.012	13.1	1.025	9.7	1.038	6.2

表 4 80.0 g 样品质量的样品常数(K_s)

样品密度/(g/cm ³)	样品常数, K_s	样品密度/(g/cm ³)	样品常数, K_s	样品密度/(g/cm ³)	样品常数, K_s
4.20	1.641	4.27	1.633	4.34	1.624
4.21	1.640	4.28	1.631	4.35	1.623
4.22	1.639	4.29	1.630	4.36	1.622
4.23	1.637	4.30	1.629	4.37	1.621
4.24	1.636	4.31	1.628	4.38	1.620
4.25	1.635	4.32	1.627	4.39	1.619
4.26	1.634	4.33	1.625	4.40	1.618

3.8 精度要求

各项平均测定值在表 5 允许差值范围内时取其算术平均值。

表 5 重晶石粉实验精度

项 目	重复性	再现性
密度/(g/cm ³)	0.022	0.030
水溶性碱土金属(以钙计)/(mg/kg)	9.2	23.0
75 μ m 筛余/%	0.22	0.50
小于 6 μ m 的颗粒/%	1.7	2.5

3.9 实验报告

实验报告单,其格式见附录 A。

3.10 检验规则

3.10.1 袋装重晶石粉的取样,应根据堆码高度,形状和数量(最大量为一车皮),在每一面的上、中、下三个不同部位布置取样点,每批不得少于 15 个,在每个取样点取约 700 g 样品,合并作为该批重晶石粉的试样。

3.10.2 取样方法采用取样器或从每一袋的中部取样。

3.10.3 从卡车或装有 25 t~100 t 的贮仓中采取散装重晶石粉样品时,应采用取样器,从顶部到底部在不同部位布置取样点,每批应取 15 个样点,每个样点约 700 g,合并作为试样;从一批少于 25 t 的卡车或贮仓中取样时,所取样点的总数不应少于 10 个,每个样点量约 1 000 g,合并作为试样。

3.10.4 采集的试样经充分混合后用四分法缩分为两份,分别装入洁净、干燥的广口瓶中,盖好瓶盖,贴上标签,标签上应填写取样日期、取样人、生产厂名称及出厂批号,一瓶送交检测,一瓶保留三个月以备仲裁。

3.10.5 取样和验收工作应在供需双方签定的合同规定期内完成,当产品有一项技术指标不符合表 1 的规定时,应进行复验,复验结果仍不符合表 1 规定的技术指标时,则该产品为不合格品。

3.10.6 供需双方发生质量异议需要仲裁应按国家标准局国标发[1985]035 号《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定仲裁,仲裁时应按本标准规定的检验方法进行仲裁分析。

3.11 包装、标志及质量检验单

3.11.1 包装

3.11.1.1 重晶石粉的包装袋应具有足够的强度,最少应有两层。外层为涂胶编织袋或聚丙烯编织袋,内层为高强度聚乙烯薄膜袋,以达到防水和不易破损的要求。

3.11.1.2 包装袋的内外层封口应分别单独捆扎。

3.11.1.3 每袋净装 25 kg,允许差为 $\pm 5\%$,但在每批产品中任意抽检 40 袋,其平均值不少于 25 kg。

- 3.11.2 标志
- 3.11.2.1 包装袋外层上方应印有粗体醒目的“重晶石粉”字样,袋的下方应印有生产厂名称、出厂批号,标准代号等。
- 3.11.2.2 生产厂的商标和每袋净重量应印在外层袋的中部和中下部。
- 3.11.2.3 散装运输的重晶石粉应在运货单上填明材料名称、运输方式、运载量、生产厂名称及出厂批号。
- 3.11.3 质量检验单
- 3.11.3.1 每批产品应附有该产品的质量检验单,其格式见附录 B。
- 3.11.3.2 每批产品运达需方时如无生产厂的产品质量检验单,需方可拒收或拒付货款,并按合同追究经济责任。

4 铁矿粉

- 4.1 概述
- 4.1.1 铁矿粉是用商业矿石生产的,也可以是铁矿粉单一矿石或混合矿石。铁矿粉矿石可以是直接开采出的产品,或处理过的产品。它还会含有除氧化铁(Fe_2O_3)外的少量其他副矿物,如氧化硅、氧化铝和氧化镁等。
- 4.1.2 按本标准提供的铁矿粉应符合表 6 中规定的技术指标。

表 6 铁矿粉技术指标

性 能		指 标 *
密度/(g/cm ³)	≥	5.05
水溶性碱土金属(以钙计)/(mg/kg)	≤	100
75 μm 筛余/%(m/m)	≤	1.5
45 μm 筛余/%(m/m)	≤	15
小于 6 μm 颗粒/%(m/m)	≤	15
见附录 D		

- 4.2 仪器或设备
- 4.2.1 烘箱:控制在 105℃±3℃。
- 4.2.2 干燥器:装有干燥剂。
- 4.2.3 李氏密度瓶:夹紧或压住,以防在水槽中浮起。
- 4.2.4 透明恒温槽:32℃控制在±0.1℃(配有加热和循环辅助设备的 40 dm³ 水槽或功能等效物)。
- 4.2.5 天平:精度为 0.01 g。
- 4.2.6 移液管:10 cm³。
- 4.2.7 放大镜。
- 4.2.8 木棒:直径约 8 mm,长度 30 cm,或功能等效物。
- 4.2.9 扁式称量瓶:φ50 mm×φ30 mm。
- 4.2.10 具塞锥形瓶:250 cm³。
- 4.2.11 量筒:100 cm³,刻度 1 cm³。
- 4.2.12 锥形瓶:100 cm³~150 cm³。
- 4.2.13 血清移液管或滴定管:刻度为 0.1 cm³。
- 4.2.14 移液管:10 cm³。
- 4.2.15 滤失仪或过滤漏斗。

- 4.2.16 振荡器:任选。
- 4.2.17 容量瓶:1 000 cm³。
- 4.2.18 搅拌棒。
- 4.2.19 搅拌器:负载转速为 11 000 r/min±300 r/min,转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,且其凹面朝上。
- 4.2.20 搅拌杯:180 mm 深,上口内径 97 mm,下底内径 70 mm。
- 4.2.21 75 μm 筛子:直径 76 mm,从上边框到筛布高 69 mm。
- 4.2.22 45 μm 筛子:直径 76 mm,从上边框到筛布高 69 mm。
- 4.2.23 喷嘴:接到带有 90 度弯管的水管上的喷嘴体或等效产品。
- 4.2.24 水压调节器:能调节至 69 kPa±7 kPa。
- 4.2.25 蒸发皿。
- 4.2.26 玻璃沉降量筒:高 457 mm,直径 63 mm,刻度体积为 1 000 cm³。
- 4.2.27 橡胶塞:13 号。
- 4.2.28 温度计:测温范围 16℃±0.5℃~32℃±0.5℃。
- 4.2.29 密度计:具有读悬浮液密度的刻度。
- 4.2.30 计时器:机械或电子型,其精度为 1 s。
- 4.2.31 泥浆密度秤:2.0 g/cm³~3.0 g/cm³。

4.3 试剂或材料

- 4.3.1 无水煤油:市售煤油 5 kg,加入无水氯化钙 200 g,摇动 5 min 后放置 24 h,取上层清液(如浑浊应过滤)。
- 4.3.2 EDTA 水溶液:3.72 g±0.01 g 二水合乙二胺四乙酸二钠盐,在容量瓶中用去离子水稀释至 1 000 cm³,使用前标定。
- 4.3.3 缓冲溶液:67.5 g±0.1 g 氯化铵及 570 cm³±1 cm³ 15 mol/dm³ 的氢氧化铵溶液,在容量瓶中用去离子水稀释至 1 000 cm³。
- 4.3.4 铬黑 T 指示剂:称取 0.5 g 铬黑 T,加 20 cm³ 三乙醇胺,加水稀释至 100 cm³。
- 4.3.5 去离子水或蒸馏水。
- 4.3.6 六偏磷酸钠:化学纯。
- 4.3.7 分散剂溶液:每 1 000 cm³ 溶液含 40 g±0.1 g 六偏磷酸钠(化学纯)和 3.6 g±0.1 g 无水碳酸钠(化学纯)。用碳酸钠来调节溶液的 pH 值至约 9.0。
- 4.3.8 薄纱纸:吸收剂。

注:实验级薄纱纸无吸收剂,因而不适用于本测试过程。

- 4.3.9 滤纸:Whatman 50 型,或等效产品。

4.4 密度测试程序

- 4.4.1 在一干燥的李氏瓶中加入无水煤油,至零刻度线下约 2 cm³ 处。在木棒上斜卷薄纱纸,用此将李氏瓶颈部的内表面擦干,木棒及薄纱纸不得与瓶内煤油接触。
- 4.4.2 将李氏瓶直立放入恒温槽中。槽中水面应高出瓶颈的 24 cm³ 刻度线,但应低于瓶塞位置。用夹子或重物确保李氏瓶稳定。
- 4.4.3 使李氏瓶及其所盛液体平衡至少 1 h。用放大镜仔细观察弯月面的位置,读出初始体积,读准至 0.05 cm³,但不许将李氏瓶取出恒温槽读数。

注:如果恒温后煤油液面不在-0.2 cm³ 至+1.2 cm³ 范围内,则用移液管添加或移出一些煤油,以使液面落在该范围内。该瓶子平衡至少 1 h,记录初始体积。

- 4.4.4 从恒温槽中取出李氏瓶,擦干并取下瓶塞。
- 4.4.5 在干燥的 100 mL 烧杯中称取 100 g±0.01 g 已在 105℃±3℃ 下干燥 2 h 的铁矿粉,通过干燥

洁净的短颈漏斗小心地加入到李氏瓶中。注意避免煤油溅出,或铁矿粉堵塞瓶颈的圆球部分。这个过程较费时,需要将铁矿粉一点一点地加入。然后盖好瓶塞。

4.4.6 必要时轻拍瓶颈部或同时仔细摇动,以赶下粘在瓶壁上的铁矿粉。不要使煤油接触磨口玻璃塞与瓶子的接触面。

4.4.7 沿着一个斜度不超过 45°的光滑平面缓缓滚动瓶子,或将直立的瓶子放在两手掌间快速转动,以除去铁矿粉样品中夹带的空气。重复上述步骤,直到看不见铁矿粉中再有气泡出现为止。

4.4.8 将李氏瓶放回恒温槽中,恒温至少 30 min。

4.4.9 将李氏瓶从恒温槽中取出,重复 4.4.7 实验步骤,以除去铁矿粉中的所有残留空气。

4.4.10 再次将李氏瓶放回恒温槽中,恒温至少 1 h。

4.4.11 按照 4.4.3 中所述的同样方式记录最终体积。

4.4.12 密度计算方法:

按(11)式计算铁矿粉的密度:

$$\rho = \frac{m}{V_1 - V_0} \dots\dots\dots (11)$$

式中: ρ ——密度, g/cm³;

m ——样品质量, g;

V_1 ——最终体积, cm³;

V_0 ——初始体积, cm³。

4.5 水溶性碱土金属(以钙计)测试程序

4.5.1 在具塞锥形瓶中称取 100 g±0.05 g 已在 105℃±3℃下干燥 2 h 的铁矿粉,加 100 cm³±1 cm³ 去离子水。盖好塞子,在 1 h 内振摇(4~6)次,每次不间断地振摇 5 min,或者用振荡器振摇 20 min~30 min。

4.5.2 振摇之后,用低压滤失仪(或过滤漏斗)加两层滤纸将悬浮液过滤,将滤液收集到一玻璃容器中。

4.5.3 加 50 cm³±1 cm³ 去离子水至 150 cm³ 锥形瓶中。加约 2 cm³ 缓冲液和(3~5)滴铬黑 T 指示剂,以达到明显的蓝色。摇动使之混匀。

如这时溶液具有明显蓝色以外的颜色,则表明设备、水有污染。寻找并消除污染源并再重新进行试验。

4.5.4 用移液管移取 10 cm³ 滤液至锥形瓶中,摇匀。若溶液呈蓝色则表明钙、镁为零,实验结束。如果有钙和镁存在将出现酒红色。

4.5.5 如果钙、镁存在,开始摇动锥形瓶并用 EDTA 溶液滴定至蓝色终点。滴定的终点最好是再加 EDTA 不再产生由红到蓝的颜色变化的时刻。产生蓝色终点时所用 EDTA 的体积将用于 4.5.6 节中的计算。

如果终点不清晰或达不到终点,就必须进行其他实验,并记下所用方法及所得结果。

4.5.6 水溶性碱土金属(以钙计)含量计算方法:

按(12)式计算可溶性碱土金属(以钙计)的含量:

$$Ca = c_B V \times 100 \times 40.08 \dots\dots\dots (12)$$

式中: Ca ——水溶性碱土金属(以钙计)含量, mg/kg;

c_B ——EDTA 标准溶液的浓度, mol/dm³;

V ——消耗 EDTA 标准溶液的体积, cm³;

40.08——每摩尔钙离子的质量, g/mol。

4.6 75 μm 和 45 μm 筛余物测试程序

4.6.1 称取 50 g±0.01 g 干燥过的铁矿粉,加到大约含有 0.2 g 六偏磷酸钠的 350 cm³ 水中,在搅拌器上搅拌 5 min±1 min。

4.6.2 将样品转移至 75 μm 筛中,用洗瓶将容器中的全部物料转移至筛子上,用从喷嘴出来的压力为 69 kPa $\pm$ 7 kPa 的水流冲洗筛网上的物料 2 min $\pm$ 15 s。冲洗时,使喷嘴放在筛子顶部的一个近似平面上,并且在样品上方反复移动水流。

4.6.3 将筛余物从筛子冲洗到已在 105 $^{\circ}\text{C}\pm$ 3 $^{\circ}\text{C}$ 下烘干冷却称量的蒸发皿中,并缓慢倒出多余的清水。

4.6.4 在 105 $^{\circ}\text{C}\pm$ 3 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱中将蒸发皿筛余物烘干 2 h,取出在干燥器中冷却 30 min,称量蒸发皿及筛余物质量。

4.6.5 75 μm 筛余物计算方法:

按(13)式计算 75 μm 筛余物的质量分数:

$$S_{75} = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中: S_{75} ——75 μm 筛余物的质量分数, %;

m_1 ——蒸发皿及 75 μm 筛余物质量, g;

m_0 ——蒸发皿质量, g;

m ——称取铁矿粉质量, g。

4.6.6 用 45 μm 筛代替 75 μm 筛重复 4.6.1~4.6.5 步骤。

4.7 等效球状直径小于 6 μm 颗粒测试程序

4.7.1 称取 80 g $\pm$ 0.1 g 已在 105 $^{\circ}\text{C}\pm$ 3 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2 h 的铁矿粉至搅拌杯中。

4.7.2 加入 125 $\text{cm}^3\pm$ 2 cm^3 (127 g $\pm$ 2 g)分散溶液至搅拌杯中,用去离子水稀释至约 400 cm^3 。将粘附在刮刀上的所有颗粒冲洗至悬浮液中。

4.7.3 在搅拌器上搅拌 5 min $\pm$ 30 s。

4.7.4 将悬浮液转移至沉降量筒中。用去离子水冲洗搅拌杯,保证所有样品颗粒转移至沉降量筒中。

4.7.5 加去离子水至 1 000 cm^3 刻度线。握紧量筒上端的 13 号橡胶塞,坚持不断地上下反复颠倒量筒 60 s $\pm$ 5 s,以使样品充分混匀。

这是一个关键性步骤。沉降开始时悬浮液必须是均匀的。由于铁矿粉的密度高,这很难达到。

4.7.6 将量筒放在恒温室柜台上(或恒温槽内),同时启动计时器。在悬浮液中悬挂一支温度计。

4.7.7 以 10 min $\pm$ 6 s, 20 min $\pm$ 6 s, 30 min $\pm$ 6 s 和 40 min $\pm$ 6 s 的间隔读取密度计数值(或一直到 6 μm 下的第 1 个实验点)。读密度计数值时,在松手前仔细并缓慢将密度计下降至约 1.020 刻度线。当密度计稳定后,在规定时间读取弯月面的顶端。仔细慢慢取出密度计,在每次读值后用去离子水冲洗密度计并擦干。每次读值后必须马上取出密度计,以消除颗粒在密度计台肩上的沉积,因为这会导致错误的结果。必须以对流体最小的扰动读取所有密度计数值,以保护悬浮液的沉降平衡。

4.7.8 在数据卡上记录时间(t), min; 温度(T), $^{\circ}\text{C}$; 和密度计读数(H)。

4.7.9 对每一时间间隔,从表 7 和表 8 确定水粘度(η)和密度计有效深度(L),并记录在数据卡上。

4.7.10 等效球状直径小于 6 μm 颗粒的计算方法

4.7.10.1 密度计校正斜率(Mc)和密度计校正截距(Bc)的计算:

按(14)、(15)式计算密度计校正斜率(Mc)和密度计校正截距(Bc)。

$$Mc = 1\,000 \frac{(R_1 - R_2)}{(T_2 - T_1)} \quad \dots\dots\dots(14)$$

式中: Mc ——修正曲线的斜率;

R_1 ——较低温度时密度计的平均读数;

R_2 ——较高温度时密度计的平均读数;

T_1 ——较低温度时温度计的平均读数;

T_2 ——较高温度时温度计的平均读数。

$$Bc = (Mc \times T_1) + [(R_1 - 1) \times 1\,000] \quad \dots\dots\dots(15)$$

式中： B_c ——修正曲线的截距；

T_1 ——较低温度时温度计的平均读数；

R_1 ——较低温度时密度计的平均读数。

4.7.10.2 样品常数(K_s)的计算：

按(16)式计算样品常数，并记录在数据卡上。

$$K_s = \frac{100 \times \rho}{m(\rho - 1)} \quad \dots\dots\dots(16)$$

式中： K_s ——样品常数；

ρ ——样品密度，g/cm³；

m ——样品质量，g。

4.7.10.3 等效球状直径(d_e)的计算：

按(17)式计算等效球状直径，并记录在数据卡上。

$$d_e = 17.5 \sqrt{\frac{\eta L}{(\rho - 1)t}} \quad \dots\dots\dots(17)$$

式中： d_e ——等效球状直径， μm ；

η ——水的粘度，mPa·s；

L ——深度，cm；

ρ ——样品密度，g/cm³；

t ——时间，min。

4.7.10.4 按(18)式计算等效颗粒直径(d_e)略大于 6 μm 实验点的细颗粒累积百分数(SH)和等效颗粒直径(d_e)略小于 6 μm 实验点的细颗粒累积百分数(SL)。

$$S = K_s[(M_c \cdot T) - B_c + (H - 1)1\,000] \quad \dots\dots\dots(18)$$

式中： S ——小于某尺寸的细颗粒累积百分数；

K_s ——样品常数；

M_c ——密度计校正斜率；

T ——悬浮液温度，℃；

B_c ——密度计校正截距；

H ——密度计读数。

4.7.10.5 按(19)式计算小于 6 μm 颗粒累积百分数(S_6)，并记录在数据卡上。

$$S_6 = \left[\left(\frac{SH - SL}{dH - dL} \right) (6 - dL) \right] + SL \quad \dots\dots\dots(19)$$

式中： S_6 ——小于 6 μm 颗粒累积百分数；

SH ——略大于 6 μm 实验点细颗粒累积百分数；

SL ——略小于 6 μm 实验点细颗粒累积百分数；

dH ——略大于 6 μm 实验点细颗粒等效直径；

dL ——略小于 6 μm 实验点细颗粒等效直径。

4.7.10.6 按(20)式计算实验温度下的粘度：

$$\lg(\eta_{20}/\eta_T) = [1.370\,23(T - 20) + 0.000\,836(T - 20)^2]/(109 + T) \quad \dots\dots\dots(20)$$

式中： η_{20} ——1.002；

η_T ——实验温度下的粘度；

T ——摄氏温度，℃。

表 7 水在不同温度下的粘度

温度/℃	粘度/(mPa·s)	温度/℃	粘度/(mPa·s)	温度/℃	粘度/(mPa·s)
15.6	1.121 1	20.0	1.002 0	24.4	0.901 8
16.1	1.105 0	20.6	0.988 5	25.0	0.890 4
16.7	1.089 3	21.1	0.975 3	25.6	0.879 2
17.2	1.073 9	21.7	0.962 4	26.1	0.868 3
17.8	1.058 9	22.2	0.949 8	26.7	0.857 6
18.3	1.044 2	22.8	0.937 4	27.2	0.847 0
18.9	1.029 8	23.3	0.925 3	27.8	0.836 7
19.4	1.015 8	23.9	0.913 4	28.3	0.826 6

表 8 用于指定深度量筒的密度计数值对应的有效深度

未修正密度 计数值	有效深度 L/cm	未修正密度 计数值	有效深度 L/cm	未修正密度 计数值	有效深度 L/cm
1.000	16.3	1.013	12.9	1.026	9.4
1.001	16.0	1.014	12.6	1.027	9.2
1.002	15.8	1.015	12.3	1.028	8.9
1.003	15.5	1.017	12.1	1.029	8.6
1.004	15.2	1.018	11.8	1.030	8.4
1.005	15.0	1.018	11.5	1.031	8.1
1.006	14.7	1.019	11.3	1.032	7.8
1.007	14.4	1.020	11.0	1.033	7.6
1.008	14.2	1.021	10.7	1.034	7.3
1.009	13.9	1.022	10.5	1.035	7.0
1.010	13.7	1.023	10.2	1.036	6.8
1.011	13.4	1.024	10.0	1.037	6.5
1.012	13.1	1.025	9.7	1.038	6.2

4.8 精度要求

各项平均测定值在表 9 允许差值范围内时取其算术平均值。

表 9 铁矿粉实验精度

项 目	重复性	再现性
密度/(g/cm³)	0.026	0.050
水溶性碱土金属(以钙计)/(mg/kg)	9.2	23.0
45 μm 筛余/%	0.16	0.36
75 μm 筛余/%	0.6	3.2
直径小于 6 μm 的颗粒/%	0.9	3.4

4.9 实验报告

实验报告单,其格式见附录 A。

4.10 检验规则