

海泡石

1 主题内容与适用范围

1.1 本标准规定了海泡石产品的种类、等级、技术要求、试验方法及验收规则。

1.2 本标准适用于钻井泥浆和油脂脱色用海泡石的质量检验和验收,其他用途的海泡石亦可参照采用。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

3 术语

3.1 活性度

表明海泡石的活化程度。以每百克海泡石样品消耗 0.1mol/L 氢氧化钠标准溶液的体积(m L)来表示。

3.2 游离酸

海泡石粘土中以游离状态存在的酸,按 H₂SO₄ 计,以%表示。

4 产品的种类、等级

4.1 产品根据用途分为钻井泥浆用海泡石和油脂脱色用海泡石两类。

4.2 油脂脱色用海泡石根据脱色力分为优级品、一级品和合格品。

5 技术要求

5.1 钻井泥浆用海泡石的技术要求见表 1。

表 1 钻井泥浆用海泡石技术要求

悬浮体性能, 粘度计 600r/min 的读数	≥	30.0
孔径 0.071mm 筛筛余量, %	≤	8.0
水分(从生产厂装运时), %	≤	16.00

5.2 油脂脱色用海泡石的技术要求见表 2。

表 2 油脂脱色用海泡石技术要求

		优级品	一级品
合格品			
115	脱色力 \geq	300	220
	活性度 \geq	80.0	
	游离酸(以 H ₂ SO ₄ 计), % \leq	0.20	
	孔径 0.071mm 筛筛余量, % \leq	5.0	
	水分(从生产厂装运时), % \leq	11.00	

6 试验方法

6.1 仪器及装置

- a. 天平: 感量, 0.001 和 0.000 1g;
- b. 高速搅拌机: 承载状态下转速 11 000 \pm 300r/min, 带有直径为 2.5cm 的单个波纹状叶轮;
- c. 搅拌筒: 高 180mm, 顶端内径 97mm, 底端内径 70mm;
- d. 粘度计: 直读式, 读数在 0~300 之间, 转速为 600r/min;
- e. 分光光度计: 波长 510nm, 吸光度 0~1.5, 1cm 比色杯, 蒸馏水作参比;

- f. 磁力搅拌器;
- g. 烘箱: 温度为 0~200℃;
- h. 标准筛: 孔径为 0.071mm;
- i. 恒温水浴: 温度在 95~100℃;
- j. 水压表: 表压可调至 700kPa;
- k. 电炉;
- l. 中速定量滤纸。

6.2 试剂

- a. 盐酸: 0.5%(V/V);
- b. 氯化钠饱和溶液: 将约 40g 氯化钠加到 100mL 蒸馏水中, 充分搅拌, 并过滤;
- c. 正辛醇: 分析纯;
- d. 中性磷酸盐;
- e. 氢氧化钠: 分析纯;
- f. 氢氧化钠标准溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$, 按 GB 601 配制;
- g. 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=0.03\text{mol/L}$;

配制方法: 称取 1.2g 氢氧化钠, 溶于 100mL 水中, 移入 1 000mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。

标定: 准确称取于 105~110℃ 烘 1h 的基准苯二甲酸氢钾 0.1~0.2g, 称准至 0.000 1g, 溶于 50mL 新煮沸过的冷水中, 加 2~3 滴 1% 酚酞指示剂, 用 0.03mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定溶液显微红色。氢氧化钠溶液浓度按式(1)计算:

$$\text{氢氧化钠溶液浓度 (mol/L)} = \frac{M}{V \times 204.2} \dots\dots\dots (1)$$

式中: M——苯二甲酸氢钾的质量, g;

V——滴定时消耗的氢氧化钠标准溶液的体积, mL;

204.2——苯二甲酸氢钾的摩尔质量。

h. 乙酸钠标准溶液: $c(\text{CH}_3\text{COONa})=0.1\text{mol/L}$, 称取 136.08g 乙酸钠 ($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$), 称准至 0.001g, 溶于 100mL 蒸馏水中, 混匀;

i. 1%酚酞指示剂;

j. 标准土: 脱色力 110;

k. 标准菜油: 将市售菜油置于铝锅内, 在电炉上加热(控制油温不要超过 100°C) 1h。在加热过程中, 每隔 10min 左右加入适量海泡石, 并不断用玻璃棒搅拌, 过滤, 将滤液摇匀, 取出少许在分光光度计上比色。滤液的吸光度小于 0.80 为宜, 再加入适量菜油混匀, 使其吸光度 0.80 ± 0.01 , 此即为标准菜油介质, 装入棕色磨口瓶中保存备用。

6.3 试样及其制备

将按 7.2 条取得的试样倒在牛皮纸上, 用翻滚法混匀(至少翻滚 15 次), 用四分法分成两份, 分别装入两个磨口瓶中, 一份为备样, 一份为试验样, 各个试验用样量根据需求称取, 称样时用牛角勺在瓶里搅匀。

6.4 水分测定

6.4.1 试验步骤

称取 2g 试样, 准确到 0.000 1g, 放入已干燥称量的称量瓶中, 在 $105 \pm 3^\circ\text{C}$ 的烘箱中烘 1~2h, 取出放入干燥器中, 冷却 30min, 称量。再放入烘箱中烘 30min, 按同样的方法冷却, 称量, 直至差量不大于 0.000 3g 为止, 以最后一次数据为准。

6.4.2 结果计算

水分含量(%)按式(2)计算, 精确至小数点后三位。

$$\text{水分含量}(\%) = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: m——干燥前试样质量, g;

m₁——干燥后试样质量, g。

同一试样应进行平行测定，若平行样间之差不大于 0.5%，取其算术平均值为试验结果，否则重新进行测定。

6.5 筛余量测定

6.5.1 试验步骤

称取 10g 试样，准确到 0.001g，加到 350mL 含有 0.2g 中性磷酸盐的水中，在高速搅拌机上以 $11\ 000 \pm 300$ r/min 的转速搅拌 20min。把试样倒入孔径 0.071mm 的标准筛中，以压力 68.9kPa 的水流冲洗筛子上的试样 2min 左右，把筛余物冲洗到已知质量的蒸发皿中，在 105 ± 3 °C 的烘箱中烘干至恒重并称量。

6.5.2 结果计算

筛余量 (%) 按式 (3) 计算：精确至小数点后二位。

$$\text{筛余量 (\%)} = \frac{m_2}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：m₂——筛余物质量，g；

m₃——试样质量，g。

同一试样应进行平行测定，取测定结果的算术平均值为最终结果。

6.6 悬浮体性能测定

6.6.1 一边用玻璃搅拌一边逐渐把 20g 试样加入 350mL 氯化钠饱和溶液中，然后用高速搅拌机在 $11\ 000 \pm 300$ r/min 的转速下搅拌 20min。把制成的悬浮体倒入适当的容器中，加入 2 滴正辛醇，并且用刮勺搅拌，把容器放到粘度计上，记录在 600r/min 转速下刻度盘的读数。

6.6.2 同一试样应进行平行测定，若平行测定读数之差不大于 4，取其算术平均值为最终结果，否则应重新测定。

6.7 脱色力测定

6.7.1 试验步骤

6.7.1.1 用移液管取 15mL 标准菜油，移入干燥比色管内，加入 0.060 0~0.200 0g 于 150 ± 3 °C 下烘干 30min 的海泡石试样，加塞摇动，使试样均匀分散于散油介质中。

6.7.1.2 净比色管置于温度 95~100℃的水浴中加热 1h, 每间隔 10min 取出摇动 1min, 冷却后, 用双层滤纸过滤于 50mL 的烧杯内。

6.7.1.3 全部过滤完后, 在分光光度计上比色, 读取吸光度 A。

6.7.1.4 分别准确称取 0, 0.030 0, 0.050 0, 0.070 0, 0.090 0, 0.110 0, 0.150 0 和 0.200 0g 标准土, 各按上述方法测定其脱色后的吸光度, 绘制标准土的用量与吸光度相对应的标准土脱色曲线。在曲线上查出与试样吸光度 A 相对应的标准土质量。

6.7.2 结果计算

脱色力按式(4)计算, 精确至小数点后二位。

$$\text{脱色力} = \frac{m_4}{m_5} \times T_0 \dots\dots\dots (4)$$

m₄

式中: m₄——与试样吸光度相对应的标准土质量, g;

m₅——试样质量, g;

T₀——标准土的脱色力。

同一试样应进行平行测定, 若平行测定结果之差不大于 20, 取其算术平均值为最终测定结果, 否则应重新进行测定。

6.8 活性度测定

6.8.1 试验步骤

6.8.1.1 称取 20.00g 试样, 置于 250mL 带磨口塞的锥形瓶中。加 100mL c(CH₃COONa)=0.1mol/L 乙酸钠标准溶液, 强烈振摇几次, 加热至 30℃, 迅速置于磁力搅拌器上, 搅拌 15min 取下, 再强烈振摇几下, 立即过滤于洁净干燥的锥形瓶中。用移液管取 50mL 滤液于另一锥形瓶中, 加入三滴酚酞指示剂, 用 c(NaOH)=0.1mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈微红色, 保持半分钟不消失为终点。

6.8.1.2 按同样步骤以蒸馏水代替乙酸钠标准溶液做一空白试验。

6.8.2 结果计算

活性度按式(5)计算, 精确至小数点后二位。

$$\text{活性度} = 2(V_1 - V_2) \frac{C_{\text{NaOH}}}{0.1} \times \frac{100}{m_6} \dots\dots\dots (5)$$

式中：V₁——样品消耗氢氧化钠标准溶液之体积，mL；

V₂——空白试验消耗氢氧化钠标准溶液体积，mL；

C_{NaOH}——标定的氢氧化钠标准溶液之浓度，mol/L；

m₆——试样质量，g；

2——取样倍率。

同一试样应进行平行测定，若平行样间之差不大于 3，取其算术平均值为最终结果，否则应重新测定。

6.9 游离酸测定

6.9.1 试验步骤

6.9.1.1 称取 1g 试样，称准至 0.000 1g，置于 150mL 烧杯中，加水约 50mL，加热煮沸 3min。将其过滤于 125mL 带磨口塞的锥形瓶中，以热蒸馏水洗涤烧杯和带有滤纸的漏斗 4~5 次，再将滤液煮沸以除去 CO₂，加盖盖严。冷却至室温后，加三滴酚酞指示液，用 c(NaOH)=0.03mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至溶液显微红色。

用蒸馏水按同样方法做一空白试验。

6.9.2 结果计算

游离酸含量(%)按式(6)计算，精确至小数点后三位。

$$\text{游离酸(以 H}_2\text{SO}_4 \text{ 计, \%)} = \frac{C_{\text{NaOH}}(V_1 - V_2) \times 49 \times 10^{-3}}{m_7} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中：C_{NaOH}——标定的氢氧化钠标准溶液浓度，mol/L；

V₁——滴定试样消耗氢氧化钠标准溶液之体积，mL；

V₂——空白试验消耗氢氧化钠标准溶液之体积，mL；

m₇——试样质量，g；

49×10^{-3} ——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液 ($c(\text{NaOH})=1.000\text{mol/L}$) 相当的, 以克表示的硫酸的质量。

同一试样应进行平行测定, 若平行样间之差不大于 0.04%, 取其算术平均值为最终结果, 否则应重新测定。

7 验收规则

7.1 批量

每 200 袋海泡石产品为一批: 散装产品每运输车为一批。不足一批量也按一批计。

7.2 取样

7.2.1 袋装海泡石产品采取等距抽样, 即在一批量中每隔 $n-1$ 袋, 在该袋中至少抽 50g, n 按式 (7) 计算:

$$n = \frac{N}{10} \dots\dots\dots (7)$$

式中: N ——每批产品的总袋数;

n ——取样间隔数。

当计算的 n 值为带有小数值时, 小数点以后部分舍去。当 $N \leq 10$ 时, 分别在批中每袋抽取。取样时, 用取样钎从袋口垂直插入袋中 1/2 处取样, 所取总样量不少于 500g。

7.2.2 散装海泡石产品取样分别从堆积的上、中、下多部位取, 所取总样量不少于 500g。

7.3 判定规则

7.3.1 每批产品均应经过检验。如经检验有一项指标不符合标准要求时, 应从同批量中重新取样, 复检, 全部检验指标合格方为合格品, 否则为不合格品。

7.3.2 收货一方在收到产品一个月内如对产品质量有异议时, 应以备样重新检验。如仍有异议, 由上级质量监督部门仲裁。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 包装要坚固、整洁, 每袋净重 $25 \pm 0.5\text{kg}$; 包装材料为: 内层塑料袋, 外层编织袋。

8.2 标志要明确,清晰,包装袋口应标有商标、生产单位、种类、等级。包装袋上应标有商标、生产单位、种类、等级、批号、生产日期。

8.3 贮存运输中应防雨、防潮、防破包,严禁与农药、化肥、化学药品等混放、混运。