

ICS 73.080
CCS Q 69



中华人民共和国国家标准

GB/T 43488—2023

累 托 石

Rectorite

2023-12-28 发布

2024-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出。

本文件由全国非金属矿产品及制品标准化技术委员会(SAC/TC 406)归口。

本文件起草单位：中国地质大学(武汉)、咸阳非金属矿研究设计院有限公司、中国国检测试控股集团咸阳有限公司、顺德职业技术学院、瑞洲建设集团有限公司、湖北钟祥名流累托石开发有限公司。

本文件主要起草人：杨华明、段亚萍、张红林、冯才敏、汪庆豪、陈洪运、朱欣洁、黄健光、张振、傅梁杰、左小超、董雄波、杨菲、兰运堂。

累托石

1 范围

本文件规定了累托石的分类、技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输与贮存。

本文件适用于石油催化裂化载体用累托石、铸造涂料悬浮助剂用累托石、钻井泥浆用累托石的生产与检验,其他工业用累托石参照使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 5005 钻井液材料规范

GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 19587 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

GB/T 23771 无机化工产品中堆积密度的测定

DZ/T 0118 实验室用标准筛振荡机技术条件

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

累托石 rectorite

由二八面体钠云母和二八面体蒙脱石组成的规则间层含水层状硅酸盐矿物。

4 分类

累托石按用途分为3类:石油催化裂化载体用累托石、铸造涂料悬浮助剂用累托石及钻井泥浆用累托石,其中铸造涂料悬浮助剂用累托石按照累托石属性分为钠基累托石和锂基累托石。

5 技术要求

5.1 石油催化裂化载体用累托石的理化性能应符合表1规定。

表 1 石油催化裂化载体用累托石的理化性能

项 目	要 求
累托石含量(质量分数)	≥80%
比表面积/(m ² /g)	≥10.0
三氧化二铁(质量分数)	≤3.50%
氧化钠(质量分数)	≤2.00%
盐酸不溶物(质量分数)	≥80.00%
灼烧失重(质量分数)	≤15.00%
过筛率(75 μm,干筛)	≥90.00%
水分(质量分数)	≤8.00%
堆积密度/(g/mL)	≤0.50

5.2 铸造涂料悬浮助剂用累托石的理化性能应符合表 2 规定。

表 2 铸造涂料悬浮助剂用累托石的理化性能

项 目	要 求	
	钠基累托石	锂基累托石
累托石含量(质量分数)	≥70%	
过筛率(75 μm,干筛)	≥80.00%	
悬浮液 pH 值	8.5~10.0	
水分(质量分数)	≤8.00%	
5%黏度/(mPa·s)	≥260.0	
分散体	无分层	
挥发分(质量分数)	≤10.00%	
膨胀值/mL	≥70.0	≥80.0

5.3 钻井泥浆用累托石的理化性能应符合表 3 规定。

表 3 钻井泥浆用累托石的理化性能

项 目	要 求
筛余量(75 μm)(质量分数)	≤5.00%
水分(质量分数)	≤13.00%
黏度(600 r/min)/(mPa·s)	≥25.0
动塑比/[Pa/(mPa·s)]	≤1.50
滤失量/mL	≤5.0

6 试验方法

6.1 化学成分的测定

6.1.1 本文件所用水在未注明其他要求时,仅使用确认为蒸馏水、去离子水或与其纯度相当的水。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

6.1.2 除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯或者优级纯的试剂,用于标定的试剂,仅使用确认为基准试剂或者光谱纯、高纯的试剂、有证标准溶液。在分析中所用氨水中 NH_3 含量(质量分数)为 25.0%~28.0%,硫酸密度为 1.84 g/cm^3 ,盐酸密度为 1.19 g/cm^3 ,氢氟酸密度为 1.15 g/cm^3 。

6.1.3 除非另有说明(灼烧失重测定除外)均应进行空白试验。空白试验应与测定平行进行,采用相同的分析步骤,取相同量的所有试剂(滴定法中标准滴定溶液用量除外),但空白试验不加样品。

6.2 累托石含量

6.2.1 方法提要

矿物晶体对 X 射线的衍射效应,取决于晶体内部结构,不同矿物晶体产生不同的 X 射线衍射图。如试样内含有几种不同矿物相,则各矿物相产生具有本身特征的 X 射线衍射系列峰。

累托石属含水层状硅酸盐矿物,X 射线衍射分析的主要特征面网间距为: $d(001)2.38 \text{ nm}$ 、 $d(002)1.19 \text{ nm}$ 、 $d(007)0.34 \text{ nm}$ 、 $d(008)0.30 \text{ nm}$ 。累托石黏土的主要矿物成分为累托石、埃洛石,可根据 $d(001)2.38 \text{ nm}$ 衍射峰的出现及其强度进行累托石矿物的定性和定量分析。

6.2.2 仪器设备

6.2.2.1 X 射线衍射仪。

6.2.2.2 分析天平:精度 0.0001 g 。

6.2.2.3 电热干燥箱:调温范围为室温至 $300 \text{ }^\circ\text{C}$,控温精度 $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.2.2.4 干燥器: $\phi 160 \text{ mm}$,内置变色硅胶。

6.2.2.5 玛瑙研钵: $\phi 40 \text{ mm}$ 。

6.2.3 材料

6.2.3.1 累托石纯矿物:纯度大于 95%。

6.2.3.2 刚玉($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$):纯度大于 99.9%,粒径小于 $40 \mu\text{m}$ 。

6.2.4 分析步骤

6.2.4.1 累托石矿物含量分析峰的选择

在累托石矿物的 X 射线衍射图中,最强的衍射峰为 $d(001)2.38 \text{ nm}$,中等强的衍射峰为 $d(002)1.19 \text{ nm}$,还有一些弱衍射峰。选择最强衍射峰 $d(001)2.38 \text{ nm}$ 作为累托石矿物的特征含量分析峰。

6.2.4.2 内标物质的选择

内标法是一种适应性较好的 X 射线衍射定量分析方法,选择刚玉($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$)作为累托石矿物含量分析的内标物质。

6.2.4.3 试样的压片制备

将试样和内标物质刚玉置于 $30 \text{ }^\circ\text{C}$ 电热干燥箱中恒温 2 h,取出,放在干燥器中冷却备用。在分析天

平上按质量比 1:1 分别称取一定质量的累托石矿物样品和刚玉。将称量后的样品放在玛瑙研钵中研磨,使其充分混合均匀。将研磨好的混合物立即放入 X 射线衍射仪试样装置中,用玻璃片压平,制成试样片。

6.2.4.4 测试

将装有试样的装置放入 X 射线衍射仪中,按仪器设定的测试条件,测定试样的 X 射线衍射图,由累托石标准曲线求得试样累托石矿物含量(质量分数)。

6.2.4.5 累托石标准曲线

采用提纯的累托石纯矿物和提纯的刚玉,按试样的压片制备方法,配制一套不同含量的累托石标准矿物系列,再按测试步骤同样操作,得到累托石标准曲线。累托石标准矿物系列制备和使用后,存放在干燥器中备用。

6.2.4.6 结果计算

6.2.4.6.1 X 射线衍射仪配有矿物定量分析的内标法软件程序。测试过程中,在取得试样的 X 射线衍射图的同时,可取得试样累托石矿物含量(质量分数)的分析结果,分析结果取个位数。

6.2.4.6.2 累托石矿物含量以 2 次有效测定值的算术平均值作为最终结果,计算至个位数。2 次测定结果的允许差,在分析结果不小于 15% 时,差值不大于 3%;在分析结果小于 15% 时,差值不大于 2%。

6.3 三氧化二铁

6.3.1 比色法(仲裁法)

6.3.1.1 试剂及材料

6.3.1.1.1 磺基水杨酸溶液(250 g/L):准确称取 25.00 g 磺基水杨酸,溶于适量水中,用水稀释至 100 mL。

6.3.1.1.2 氨水溶液(1+1):将氨水与水等体积混合。

6.3.1.1.3 盐酸,密度为 1.19 g/cm³。

6.3.1.1.4 盐酸(1+1):将盐酸与水等体积混合。

6.3.1.1.5 三氧化二铁标准溶液(0.1 mg/mL):称取纯铁丝(或基准铁粉)0.069 9 g,以 25 mL 盐酸(1+1)溶解后移入 1 L 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 相当于 0.1 mg 三氧化二铁(Fe₂O₃)。或购买有证标准溶液。

6.3.1.1.6 氢氧化钠(粒状或片状)。

6.3.1.1.7 无水乙醇。

6.3.1.2 仪器设备

6.3.1.2.1 分光光度计。

6.3.1.2.2 容量瓶:100 mL、200 mL。

6.3.1.2.3 移液管:20 mL。

6.3.1.2.4 分析天平:精度 0.000 1 g。

6.3.1.2.5 马弗炉:最高温度不低于 1 000 °C,控温精确度±5 °C。

6.3.1.2.6 银坩埚。

6.3.1.2.7 烘箱:最高温度不低于 120 °C,控温精确度±2 °C。

6.3.1.3 分析步骤

6.3.1.3.1 标准曲线的绘制

用分析天平(6.3.1.2.4)移取 0 mL、1 mL、3 mL、5 mL、7 mL、10 mL、15 mL 三氧化二铁标准溶液(0.1 mg/mL)(6.3.1.1.5)分别置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至 40 mL,加入磺基水杨酸溶液(250 g/L)(6.3.1.1.1)10 mL,在不断摇动下逐滴加入氨水溶液(1+1)(6.3.1.1.2)至溶液出现黄色并过量 2 mL,以水稀释至刻度,摇匀,在分光光度计上于 420 nm 波长处以 5 cm 比色槽测定吸光度,并绘制标准曲线。

6.3.1.3.2 样品的测定

样品按以下步骤测定。

- 准确称取在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h 的样品 0.500 0 g 放入银坩埚(6.3.1.2.6)中,加数滴无水乙醇(6.3.1.1.7)使样品润湿,加氢氧化钠(6.3.1.1.6)4 g~6 g,加坩埚盖并将坩埚置于马弗炉(6.3.1.2.5)中,逐渐升温至 $600\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 650\text{ }^{\circ}\text{C}$,在此温度保持 10 min,取出冷却。
- 将坩埚外部擦净,连盖一同放入 250 mL 烧杯中,以沸水浸取熔块,用热水洗净坩埚及坩埚盖,在不断搅拌下一次加入 25 mL 盐酸(6.3.1.1.3)使沉淀全部溶解,冷至室温,将溶液移入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液为(A)。
- 用移液管移取溶液(A)20 mL 于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至 40 mL,以下按 6.3.1.3.1 标准曲线绘制操作步骤进行,在分光光度计上测定吸光度,进行测定时,应快速加入氨水溶液(1+1)(6.3.1.1.2),显色后在 15 min 完成比色,以防止溶液出现浑浊。

6.3.1.4 结果计算

三氧化二铁含量(质量分数)(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 \times n}{m_0 \times 1\ 000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X_1 ——三氧化二铁的含量,以质量分数计;

m_1 ——自标准曲线中查得三氧化二铁质量,单位为毫克(mg);

n ——稀释倍数;

m_0 ——样品质量,单位为克(g)。

取 2 次平行测定结果的算术平均值,结果按 GB/T 8170 修约至小数点后两位有效数字。

6.3.1.5 允许差

2 次平行测定结果的允许差应符合表 4 的规定,否则应重新测定。

表 4 三氧化二铁含量的允许差

三氧化二铁含量(质量分数)	允许差
<0.50%	≤0.06%
≥0.50%	≤0.10%

6.3.2 络合滴定法

6.3.2.1 试剂与材料

6.3.2.1.1 氨水: NH_3 含量(质量分数)为 25.0%~28.0%。

6.3.2.1.2 氯酸钾。

6.3.2.1.3 氨水溶液(1+1):将氨水与水等体积混合。

6.3.2.1.4 盐酸溶液[$c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$]:将 84 mL 盐酸与 916 mL 水混合。

6.3.2.1.5 磺基水杨酸溶液(100 g/L):准确称取 10.00 g 磺基水杨酸,溶于适量水中,用水稀释至 100 mL。

6.3.2.1.6 乙二胺四乙酸二钠。

6.3.2.1.7 氧化锌标准溶液[$c(\text{ZnO})=0.01 \text{ mol/L}$]:称取经 900 °C 灼烧过的基准氧化锌 0.813 8 g 于 250 mL 烧杯中,以 20 mL 盐酸溶液(1+1)溶解,移入 1 L 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。或购买有证标准溶液。

6.3.2.1.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=6):将 136.00 g 乙酸钠($\text{NaAc} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)溶于适量水中,加冰乙酸 3.3 mL,再用水稀释至 1 L。

6.3.2.1.9 二甲酚橙指示剂(2 g/L):将 0.200 0 g 二甲酚橙溶于 100 mL 水中。

6.3.2.1.10 EDTA 标准溶液[$c(\text{EDTA})=0.01 \text{ mol/L}$]:将 3.700 0 g 乙二胺四乙酸二钠溶于 200 mL 水中,再用水稀释至 1 L,准确吸取氧化锌标准溶液 10 mL 于 250 mL 烧杯中,以水稀释至 100 mL,加乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH=6)20 mL 及二甲酚橙指示剂(2 g/L)3 滴,以 EDTA 标准溶液进行滴定,溶液由红色变为黄色为终点。

6.3.2.1.11 EDTA 标准溶液的浓度和 EDTA 标准溶液对三氧化二铁的滴定度分别按式(2)~式(3)计算:

$$c = \frac{M_{\text{ZnO}} \cdot V_{\text{ZnO}}}{V_{\text{EDTA}}} \dots\dots\dots (2)$$

$$T = c \times 79.85 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c — EDTA 标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_{ZnO} — 氧化锌标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_{ZnO} — 吸取氧化锌标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V_{EDTA} — 滴定时消耗 EDTA 标准溶液体积,单位为毫升(mL);

T — EDTA 标准溶液对三氧化二铁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

79.85 — 1/2 三氧化二铁摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

6.3.2.2 仪器设备

6.3.2.2.1 电炉。

6.3.2.2.2 移液管:20 mL。

6.3.2.2.3 烧杯:250 mL。

6.3.2.2.4 烘箱:最高温度不低于 120 °C,控温精确度 ± 2 °C。

6.3.2.3 分析步骤

以移液管吸取溶液(A)20 mL 于 250 mL 烧杯中,加氯酸钾(6.3.2.1.2)0.1 g,以水稀释到 100 mL,将烧杯置于电炉上加热,使氯酸钾溶液溶解并继续加热近沸,取下烧杯以氨水溶液(1+1)(6.3.2.1.3)中和至 pH 为 6~7,加盐酸溶液(1 mol/L)(6.3.2.1.4)3 mL~4 mL,搅拌使沉淀溶解,加磺基水杨酸溶液(100 g/L)(6.3.2.1.5)2 mL,以盐酸溶液(1 mol/L)(6.3.2.1.4)调节溶液酸度使 pH 为 1.3~1.5 范围内,以 EDTA 标准溶液(0.01 mol/L)(6.3.2.1.10)进行滴定,溶液由紫红色突变为亮黄色(含铁较低时为无色)为终点。

6.3.2.4 结果计算

三氧化二铁含量(X_2)按式(4)计算:

$$X_2 = \frac{T \times V_1 \times n}{m_0 \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots(4)$$

式中:

X_2 ——三氧化二铁的含量;

T ——EDTA 标准溶液对三氧化二铁的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——滴定时消耗 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

n ——稀释倍数;

m_0 ——样品质量,单位为克(g)。

分析结果取 2 次平行测定结果的算术平均值,结果按 GB/T 8170 修约至小数点后两位有效数字。

6.3.2.5 允许差

同 6.3.1.5。

6.4 氧化钠

6.4.1 方法提要

试样经酸分解后,过滤于 100 mL 容量瓶中,稀释,摇匀,在火焰光度计上分别测定钠发射光谱强度,自标准曲线中查出相应毫克数,计算试样中氧化钠含量(质量分数)。

6.4.2 试剂与材料

6.4.2.1 硫酸:密度为 1.84 g/cm³。

6.4.2.2 硫酸溶液(1+1):将硫酸在不断搅拌下慢慢倒入等体积的水中。

6.4.2.3 氢氟酸:密度为 1.15 g/cm³。

6.4.2.4 盐酸(1+1):将盐酸与水等体积混合。

6.4.2.5 氧化钠标准溶液(0.1 mg/mL):称取在 600 °C 灼烧过的基准氯化钠 0.188 6 g 溶于 100 mL 水中,移入 1 L 容量瓶,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 相当于 0.1 mg 氧化钠(Na₂O)。或购买有证标准溶液。

6.4.3 仪器设备

6.4.3.1 火焰光度计。

6.4.3.2 分析天平:精度 0.000 1 g。

6.4.3.3 马弗炉:最高温度不低于 1 000 °C,控温精确度±5 °C。

6.4.3.4 容量瓶:100 mL。

6.4.3.5 铂坩埚。

6.4.3.6 烘箱:最高温度不低于 120 °C,控温精确度±2 °C。

6.4.4 试验步骤

6.4.4.1 标准曲线的绘制

准确移取氧化钠标准溶液(0.1 mg/mL)(6.4.2.5)0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL、6 mL、7 mL 分别置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。在火焰光度计(6.4.3.1)上测定溶液氧化钠

的发射光谱强度,并绘制标准曲线。

6.4.4.2 样品的测定

用分析天平(6.4.3.2)称取在 105 °C ± 2 °C 烘干 2 h 的试样 0.500 0 g 放入铂坩埚(6.4.3.5)中,以少量水润湿。加硫酸溶液(1+1)(6.4.2.2)5 mL 及氢氟酸(6.4.2.3)10 mL,加热分解试样并蒸发至冒白烟,继续加热使白烟冒尽并在 600 °C ~ 700 °C 灼烧 5 min,取出铂坩埚(6.4.3.5)冷却。加水 20 mL,以玻璃棒将铂坩埚中残渣捣碎,加热煮沸,以慢速滤纸过滤,滤液以 100 mL 容量瓶承接,以热水洗铂坩埚 3 次~4 次,洗沉淀 5 次~6 次,以水稀释至刻度,摇匀。在火焰光度计(6.4.3.1)上测定溶液氧化钠的发射光谱强度。

注:如滤液有浑浊,加数滴盐酸(1+1)(6.4.2.4)使其澄清。

6.4.5 结果计算

氧化钠含量(X_3)按式(5)计算:

$$X_3 = \frac{m_2}{m_0 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

X_3 —氧化钠的含量,以质量分数计;

m_2 —自标准曲线中查得氧化钠质量,单位为毫克(mg);

m_0 —试样质量,单位为克(g)。

分析结果取 2 次平行测定结果的算术平均值,结果按 GB/T 8170 修约至小数点后两位有效数字。

6.4.6 允许差

2 个平行测定结果的允许误差应符合表 5 的规定,否则,应重新测定。

表 5 氧化钠含量的允许差

氧化钠含量(质量分数)	允许差
<0.20%	≤0.04%
≥0.20%	≤0.10%

6.5 盐酸不溶物

6.5.1 方法提要

定量试样与定量盐酸在沸水浴上加热 1 h,将其不溶物过滤,洗涤,称量。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 质量分数 95%乙醇。

6.5.2.2 盐酸溶液(1+3)。

6.5.2.3 盐酸溶液(1+99)。

6.5.3 仪器

6.5.3.1 烘箱:最高温度不低于 120 °C,控温精确度 ± 2 °C。

6.5.3.2 分析天平:精度 0.000 1 g。

6.5.3.3 高温炉:最高温度不低于 1 200 ℃,控温精确度±5 ℃。

6.5.3.4 瓷坩埚。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 称取在 105 ℃±2 ℃烘干 2 h 的试样约 2 g,精确至 0.000 1 g,放入 500 mL 烧杯中,加 3 mL~4 mL 95%乙醇(6.5.2.1)湿润,再加 300 mL 盐酸溶液(1+3)(6.5.2.2),搅拌,盖上表面皿并在沸水浴上加热 1 h,其间应不断搅拌。用致密定量滤纸过滤,用盐酸溶液(1+99)(6.5.2.3)和热水分别洗涤杯壁及不溶物 5 次~6 次。

6.5.4.2 将滤纸及不溶物移入预先灼烧恒重的瓷坩埚(6.5.3.4)中,干燥,灰化,再放入高温炉(6.5.3.3)中,在 800 ℃下灼烧 1 h,取出稍冷,放入干燥器中冷至室温,称量,反复灼烧,直至恒重。

6.5.5 结果计算

盐酸不溶物含量(X_4)按式(6)计算:

$$X_4 = \frac{m_3}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

X_4 ——盐酸不溶物的含量以质量分数计;

m_3 ——灼烧后不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——试样质量,单位为克(g)。

分析结果取 2 次平行测定结果的算术平均值,结果按 GB/T 8170 修约至小数点后两位有效数字。

6.5.6 允许差

2 次平行测定结果之间的允许差应符合表 6 的规定,否则,应重新测定。

表 6 盐酸不溶物含量的允许差

盐酸不溶物含量	允许差
<80.00%	≤0.40%
≥80.00%	≤0.50%

6.6 灼烧失重

6.6.1 仪器设备

6.6.1.1 分析天平:精度 0.000 1 g。

6.6.1.2 马弗炉:最高温度不低于 1 200 ℃,控温精确度±5 ℃。

6.6.1.3 瓷坩埚。

6.6.2 分析步骤

用分析天平(6.6.1.1)称取 1.000 0 g 试样放入已恒重的瓷坩埚(6.6.1.3)中,将瓷坩埚放入马弗炉(6.6.1.2),自低温逐渐升至 950 ℃~1 000 ℃并保温 1 h,取出瓷坩埚置于干燥器中冷至室温,称量,反复灼烧至恒重。

6.6.3 结果计算

灼烧失重(X_5)按式(7)计算:

$$X_5 = \frac{m_4 - m_5}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

- X_5 -- 灼烧失重,以质量分数计;
- m_4 -- 灼烧前坩埚及样品质量,单位为克(g);
- m_5 -- 灼烧后坩埚及样品质量,单位为克(g);
- m_0 -- 样品质量,单位为克(g)。

分析结果取 2 次平行测定结果的算术平均值,结果按 GB/T 8170 修约至小数点后两位有效数字。

6.6.4 允许差

2 次平行测定结果的允许差应不大于 0.50%, 否则应重新测定。

6.7 过筛率(75 μm, 干筛)

6.7.1 仪器设备

6.7.1.1 试验筛:筛孔直径为 149 μm,其筛孔和丝网偏差应符合 GB/T 6003.1 规定。

6.7.1.2 羊毛刷:毛长约 3 cm,刷宽约 5 cm。

6.7.1.3 天平:精度为 0.001 g。

6.7.1.4 振荡机:偏心振动式振荡机,振动频率为 221 次/min,振击频率为 147 次/min,其他应符合 DZ/T 0118 的规定。

6.7.1.5 烘箱:最高温度不低于 120 °C,控温精确度±2 °C。

6.7.2 试验步骤

6.7.2.1 称取在 105 °C±2 °C 烘干 2 h 的试样约 10 g,精确至 0.001 g。移入装有底盘的试验筛(6.7.1.1)中,盖上筛盖,放进振荡机(6.7.1.4)中,旋紧。

6.7.2.2 启动振荡机,筛分 15 min 后停机。取出标准筛(包括筛盖和筛底)。

6.7.2.3 用毛刷将筛底中的试样仔细收集到已知质量的称量瓶中,称量,精确到 0.001 g。

6.7.3 计算方法

过筛率(X_6)(75 μm, 干筛)按式(8)计算:

$$X_6 = \frac{m_6 - m_7}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

- X_6 -- 过筛率(75 μm, 干筛);
- m_6 -- 称量瓶和筛底中样品质量,单位为克(g);
- m_7 -- 称量瓶质量,单位为克(g);
- m_0 -- 样品质量,单位为克(g)。

6.7.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,2 次平行测定的相对偏差不大于 2%,结果按 GB/T 8170 修约至小数点后两位有效数字。

6.8 水分

6.8.1 仪器设备

6.8.1.1 天平:精度 0.001 g。

6.8.1.2 烘箱:最高温度不低于 120 °C,控温精确度±2 °C。

6.8.1.3 称量瓶:φ50 mm×30 mm。

6.8.2 试验步骤

6.8.2.1 用天平(6.8.1.1)称取约 10 g 试样,精确至 0.001 g,放入已恒重的称量瓶(6.8.1.3)中,使试样在瓶底均匀的铺开。

6.8.2.2 将称量瓶置入 105 °C±2 °C 的烘箱(6.8.1.2)中,取下瓶盖,烘 2 h 后,再将瓶盖盖上,取出,置于干燥器中冷却至室温,称量,精确至 0.001 g。

6.8.3 计算方法

水分的质量分数(X_7)按式(9)计算:

$$X_7 = \frac{m_8 - m_9}{m_8 - m_{10}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

X_7 ——水分的质量分数;

m_8 ——烘干前称量瓶和样品质量,单位为克(g);

m_9 ——烘干后称量瓶和样品质量,单位为克(g);

m_{10} ——称量瓶的质量,单位为克(g)。

6.8.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,2次平行测定的相对偏差不大于 2%,结果按 GB/T 8170 修约至小数点后两位有效数字。

6.9 悬浮液 pH 值

6.9.1 仪器设备

6.9.1.1 分析天平:精度 0.001 g。

6.9.1.2 烘箱:最高温度不低于 120 °C,控温精确度±2 °C。

6.9.1.3 pH 计:精度不小于 0.1。

6.9.1.4 量筒:100 mL。

6.9.1.5 烧杯:150 mL。

6.9.1.6 磁力搅拌机:0 r/min~2 500 r/min。

6.9.2 试验步骤

6.9.2.1 用分析天平(6.9.1.1)称取在 105 °C±2 °C 烘干 2 h 的试样 4 g,精确到 0.001 g,置于 150 mL 的烧杯(6.9.1.5)中,加入 100 mL 蒸馏水,置于磁力搅拌机(6.9.1.6)分散不少于 10 min,配制成悬浮液。

6.9.2.2 测量悬浮液的 pH 值,记录数据,结果按 GB/T 8170 修约至小数点后一位有效数字。

6.9.3 允许差

对同一试样的 2 次平行测量,其绝对误差不应大于 0.2%。

6.10 5%黏度

6.10.1 仪器设备

6.10.1.1 高速搅拌机:在负载情况下转速不低于 5 000 r/min±200 r/min,具有波纹形搅拌叶片,悬浮

液杯深 180 mm,顶端内径 97 mm,底端内径 70 mm。

6.10.1.2 黏度计:旋转黏度计(NDJ 型或同类型)。

6.10.1.3 分析天平:精度为 0.001 g。

6.10.2 试验步骤

6.10.2.1 将 200 mL 水加入 500 mL 烧杯内,放置在高速搅拌机下开始分散,转速不超过 2 000 r/min。

6.10.2.2 用分析天平(6.10.1.3)称取烘干后的试样 10.530 g,精确到 0.001 g,将试样缓慢倒入正在分散的 200 mL 水的烧杯中,(倒入试样过程不要碰到搅拌叶片),高速搅拌机转速提高至 3 000 r/min,继续分散 20 min。

6.10.2.3 将配置好的悬浮液倒入 250 mL 带盖 PET 瓶中拧盖封口放置在 20 °C ± 3 °C 的恒温室内静置 24 h。

6.10.2.4 用 NDJ-8S 型数显黏度计(6.10.1.2)测量黏度,测量时选用 3# 转子,转速为 60 r/min。

6.10.3 允许差

取 3 次检测结果的算术平均值为测定结果,3 次平行测定值与平均值之差不应超过平均值的 ± 5%,否则应重新测量,结果按 GB/T 8170 修约至小数点后一位有效数字。

6.11 分散体

将 6.10 配置好的 5% 的水悬浮液倒入试样罐放置在 20 °C 恒温室内静止 24 h 后观察是否分层。

6.12 挥发分

6.12.1 仪器设备

6.12.1.1 高温炉:最高温度不低于 850 °C,控温精确度 ± 3 °C。

6.12.1.2 分析天平:精度 0.001 g。

6.12.1.3 单盖瓷坩埚:25 mL。

6.12.1.4 干燥器。

6.12.2 试验步骤

用分析天平(6.12.1.2)称取约 2 g 试样,精确至 0.001 g。放入已恒重的单盖瓷坩埚(6.12.1.3)中,盖上盖子。将坩埚放入已升至 650 °C 的高温炉中,保持 1 h。取出坩埚,置于干燥器(6.12.1.4)中冷却 30 min,称量,精确至 0.001 g。

6.12.3 结果计算

挥发分(X_8)按式(10)计算:

$$X_8 = \frac{m_{11} + m_0 - m_{12}}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots(10)$$

式中:

X_8 —— 挥发分,以质量分数计;

m_{11} —— 坩埚的质量,单位为克(g);

m_{12} —— 灼烧后坩埚和样品的总质量,单位为克(g);

m_0 —— 样品质量,单位为克(g)。

6.12.4 允许差

2次平行测定所得结果之差不应超过0.8%，否则应重新称样测试。

挥发分的测定结果以2次平行结果的算术平均值表示，并按GB/T 8170修约至小数点后两位有效数字。

6.13 钠基累托石膨胀值

6.13.1 仪器设备

6.13.1.1 具塞量筒：100 mL，起始读数值1 mL，分度值1 mL，直径约25 mm。

6.13.1.2 分析天平：精度为0.000 1 g。

6.13.1.3 高速搅拌机：在负载情况下转速11 000 r/min±300 r/min，具有波纹形搅拌叶片，悬浮液杯深180 mm，顶端内径97 mm，底端内径70 mm。

6.13.1.4 玻璃棒

6.13.2 试验步骤

6.13.2.1 用分析天平(6.13.1.2)称取6 g试样(精确至0.000 1 g)，加入15 mL水，用玻璃棒搅拌均匀放置4 h。

6.13.2.2 在高速搅拌机(6.13.1.3)下，边搅拌边缓慢加入200 mL水，高速搅拌机转速提高至3 000 r/min，继续分散10 min。

6.13.2.3 将浆液缓慢倒入具塞量筒(6.13.1.1)中至100 mL刻度线，塞好盖子，在25℃静止24 h，读取悬浮剂沉淀界面的刻度值，精确至0.1 mL。

6.13.3 允许差

对同一试样的2次平行测量，平均值大于70 mL时，其绝对误差不应大于2 mL，平均值小于或等于70 mL时，其绝对误差不应大于1 mL，结果按GB/T 8170修约至小数点后一位有效数字。

6.14 锂基累托石膨胀值

同钠基累托石膨胀值的方法测定，在6.13.2.2中将200 mL水换为乙醇(95%，分析纯)。

6.15 比表面积

按GB/T 19587的规定执行。

6.16 堆积密度

按GB/T 23771的规定执行。

6.17 筛余量(75 μm)、黏度(600 r/min)、动塑比、滤失量

按GB/T 5005的规定执行。

7 检验规则

7.1 检验分类

7.1.1 出厂检验

7.1.1.1 石油催化裂化载体用累托石的出厂检验项目：比表面积、灼烧失重、过筛率(75 μm，干筛)、水

分、堆积密度。

7.1.1.2 铸造涂料悬浮助剂用累托石出厂检验项目：过筛率(75 μm ，干筛)、悬浮液 pH 值、水分、5%黏度、分散体、挥发分。

7.1.1.3 钻井泥浆用累托石出厂检验项目：筛余量(75 μm)、水分、黏度(600 r/min)、动塑比、滤失量。

7.1.2 型式检验

型式检验项目包括第 5 章的全部要求。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品投产或产品定型鉴定时；
- b) 正常生产时，每年进行一次；
- c) 原材料、生产工艺、设备等发生较大变化，可能影响产品质量时；
- d) 停产一年以上，重新恢复生产时；
- e) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时。

7.2 组批

同一标记的袋装累托石以 60 t 为一批，不足 60 t 按一批计；散装累托石以每一罐车或储仓为一批。

7.3 取样

7.3.1 袋装产品取样

以袋为取样单元。采用等距离抽样，每隔 $(n-1)$ ($n=N/20$, N 为本批产品总袋数, n 取整数) 袋抽取一袋，用可封闭的采样探子在该袋中抽取约 100 g 试样，将每袋所取试样混合，组成混合试样。批量在 200 袋以下时，适当增加每袋的取样量，使总试样量不少于 1 kg。

7.3.2 散装产品取样

散装累托石批量小于 12 t 时，采样点为 7 个，每点取样品量约 150 g；批量为 12 t~60 t 时，采样点数为 $\sqrt{M(t)} \times 20$ (M 为批量数, t 为吨数) 的整数，每点取样品量约 100 g；批量大于 60 t 时，采样点为 40 个，每点取样品量约 50 g。从卡车或储仓的不同开口点及顶部到底部的不同部位布置采样点，采用气动或真空探针等合适取样器取样。将各点所取试样混合，组成混合试样。

7.4 样品保存

采集的试样经充分混合后用堆锥四分法缩分为 2 份，分别装入洁净、干燥的广口瓶中，盖好瓶盖，贴上标签(标签上应注明取样日期、取样人、生产厂名称、出厂批号及批量)，一瓶送交检测，一瓶保留 6 个月以备仲裁。

7.5 判定规则

7.5.1 产品的指标全部符合文件要求时，判定该批产品合格。

7.5.2 产品某一项指标不符合文件要求时，应按原抽样量的 2 倍抽样，进行复检，复验结果全部符合文件要求，仍判定该批产品合格；若复验结果任何一项不符合文件要求，判定该批产品不合格。

8 标志、包装、运输与贮存

8.1 标志

8.1.1 累托石产品外包装上应标明产品名称、净重、生产厂名、厂址、本文件编号和防雨防潮标识。

8.1.2 每批产品应附有产品合格证。产品合格证应包括产品名称、生产日期、检验日期、生产厂名和检验结论,并加盖生产企业检验部门的检验章及检验人员印记。

8.1.3 散装运输的累托石应在货运单上注明产品名称、运输方式、运载量、生产厂名及出厂批号,同时附产品合格证。

8.2 包装

累托石产品包装可采用袋装和散装。袋装一般采用聚乙烯塑料薄膜袋为内包装和塑料编织袋为外包装的双层包装。每袋的净质量和偏差分别为 $50\text{ kg}\pm 0.5\text{ kg}$ 或 $25\text{ kg}\pm 0.25\text{ kg}$ 。袋装也可采用吨袋(集装袋),吨袋每袋的质量误差不大于 1.5%。散装容器应密封。其他形式的包装方法、净质量和允许偏差由供需双方协商确定。

8.3 运输与贮存

8.3.1 运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。

8.3.2 装卸过程中,不应直接钩包或摔包。

8.3.3 累托石产品应贮存于通风干燥的库房内,底部垫防潮板。露天或堆棚只适宜短期存放。

中华人民共和国
国家标准
累托石
GB/T 43488—2023

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 35 千字
2023年12月第1版 2023年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1 74496 定价 38.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 43488—2023

