

团体标准

T/CSTM 00350—2021

改性重晶石粉

Modified barite powder

2021-09-10 发布

2021-12-10 实施

中关村材料试验技术联盟

发布

前 言

本文件参照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。

本文件由中国材料与试验团体标准委员会建筑材料领域委员会（CSTM/FC03）提出。

本文件由中国材料与试验团体标准委员会建筑材料领域委员会非金属矿产品及制品技术委员会（CSTM/FC03/TC12）归口。

CSTM标准发布使用

改性重晶石粉

1 范围

本文件规定了改性重晶石粉的术语和定义、要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于改性重晶石粉。

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 5950 建筑材料与非金属矿产品白度测量方法

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

改性重晶石粉理化性能应符合表1规定。

表1 性能要求

项目	要求
硫酸钡/%	≥90.00
全铁（以三氧化二铁计）/%	≤0.12
105℃挥发物/%	≤0.50
水溶物/%	≤0.80
白度/%	≥85.0
吸油量/(g/100g)	10.0~30.0
pH值	6.5~9.5

5 试验方法

5.1 一般规定

5.1.1 本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 规定的三级水。

5.1.2 除特殊规定外，分析结果的数值，按 GB/T 8170 修约至小数点后两位数。

5.2 硫酸钡含量

5.2.1 方法提要

将试样与稀酸反应，经过滤、烘干、灰化，灼烧后残渣与混合熔剂在高温下熔融，硫酸钡转化成碳酸钡，用盐酸将碳酸钡溶解生成氯化钡，然后用硫酸钡重量法测定。

5.2.2 试剂

5.2.2.1 混合熔剂：将无水碳酸钠和碳酸钾按 1+1 混合。

5.2.2.2 氨水溶液（1+1）。

5.2.2.3 硫酸溶液（1+9）。

5.2.2.4 盐酸溶液（1+4）。

5.2.2.5 盐酸溶液（1+9）。

5.2.2.6 无水碳酸钠溶液（2 g/L）。

5.2.2.7 氯化钡溶液（120 g/L）。

5.2.2.8 硝酸银溶液（20 g/L）。

5.2.2.9 甲基橙指示液（1 g/L）。

5.2.3 仪器设备

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

5.2.3.2 天平：感量不大于 0.1 mg。

5.2.3.3 高温炉：最高温度不低于 1000 °C，控温精确度 ± 20 °C 以内。

5.2.3.4 铂坩埚：25 mL~50 mL。

5.2.3.5 瓷坩埚：25 mL~30 mL。

5.2.3.6 烧杯：400 mL、200 mL。

5.2.3.7 水浴锅：控温精确度 ± 2 °C 以内。

5.2.3.8 电炉：带有调压器。

5.2.3.9 漏斗：直径约 11 cm。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 称取烘干后的试样约 1 g（精确至 0.0001 g）置于 200 mL 烧杯中，加入 80 mL 盐酸溶液（1+9），盖上表面皿，在电热板加热煮沸 30 min，加水至 100 mL 再煮沸 3 min，冷却，用慢速定量滤纸过滤，用水洗涤至滤液无氯离子（检验方法：取 2 mL 滤液，加 0.5 mL 硝酸银溶液（20 g/L），5 min 后应保持透明）。

5.2.4.2 将滤纸及不溶残渣置于铂坩埚中，放入高温炉内，半开炉门，从低温升起进行灰化，待灰化完成后，继续升温，至 750 °C 时取出冷却。

5.2.4.3 加入 4.0 g 混合熔剂于铂坩埚中，混匀。然后在它上面再盖 4.0 g 混合熔剂，盖上盖子，留一缝隙。将坩埚置于高温炉内，于 800 °C ± 20 °C 下熔融 40 min，取出冷却。

5.2.4.4 用 100 mL~150 mL 热水浸取熔融物于 400 mL 烧杯中，用包橡皮头的玻璃棒将全部熔融物转移至烧杯中。加热煮沸至熔融物松散，静置片刻。用慢速定量滤纸先将上层清液过滤，然后以热的无水碳酸钠溶液（2 g/L）用倾析法洗涤不溶物，并将不溶物转移至滤纸上继续洗至无硫酸根为止（检验方法：取 2 mL 滤液，加 2 滴盐酸溶液（1+4）和 0.5 mL 氯化钡溶液（120 g/L），10 min 后溶液应保持透明），弃去滤液。

- 5.2.4.5 将盛有不溶物的滤纸放在漏斗内，用 30 mL 热的盐酸溶液（1+4）分六次加到漏斗内溶解沉淀，迅速将表面皿盖在漏斗上。滤液收集在 500 mL 烧杯中，每加一次盐酸溶液（1+4）后用热水洗涤一次，盐酸溶液（1+4）全部加完后，用热水洗涤表面皿及漏斗上的滤纸至无氯离子为止（检验方法：取 2 mL 滤液，加 0.5 mL 硝酸银溶液（20 g/L），5 min 后应保持透明）。加 2 滴~3 滴甲基橙指示液（1 g/L）于滤液中，用氨水溶液（1+1）中和至恰成淡黄色，加 2 mL 盐酸溶液（1+4），最后加水调整溶液体积为 400 mL。
- 5.2.4.6 将溶液加热至沸，在搅拌下以均匀速度加 20 mL 热硫酸溶液（1+9），控制在 2 min~2.5 min 内加完，盖上表面皿，把烧杯放在沸水浴上保持 2 h 或室温放置 12 h 以上。用慢速定量滤纸过滤，沉淀以热水洗涤至滤液无氯离子为止（检验方法同前）。
- 5.2.4.7 将沉淀连同滤纸置于已灼烧至质量恒定的瓷坩埚内，干燥、灰化，并在高温炉内于 600 ℃ ±20 ℃ 下灼烧至质量恒定。
- 5.2.4.8 随同进行空白试验。

5.2.5 结果计算

硫酸钡的含量 ω (BaSO_4) 按公式(1)计算：

$$\omega(\text{BaSO}_4) = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $\omega(\text{BaSO}_4)$ ——硫酸钡的含量，%；
- m_1 ——恒重坩埚和沉淀的质量，单位为克（g）；
- m_2 ——恒重坩埚的质量，单位为克（g）；
- m_3 ——空白试验恒重坩埚和沉淀的质量，单位为克（g）；
- m_4 ——空白试验恒重坩埚的质量，单位为克（g）；
- m ——试样的质量，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算数平均值为报告值。

5.2.6 允许差

两个平行测定结果之间的绝对误差应符合表2的规定，否则，应重新测定。

表2 硫酸钡含量的允许差

硫酸钡含量/%	允许差/%
<97.00	0.40
≥97.00	0.50

5.3 全铁含量

5.3.1 邻菲罗啉比色法

5.3.1.1 方法提要

用盐酸羟胺将三价铁还原为二价铁，在pH>2.5时，二价铁与邻菲罗啉生成桔红色络合物，用分光光度计于510 nm处测定其吸光度。

5.3.1.2 试剂

5.3.1.2.1 氢氧化铵溶液（1+1）。

- 5.3.1.2.2 盐酸溶液(1+1)。
- 5.3.1.2.3 盐酸羟胺溶液(50 g/L)：现用现配。
- 5.3.1.2.4 邻菲罗啉溶液(1 g/L)：将0.1 g邻菲罗啉溶解于10 mL无水乙醇中，加90 mL水混匀。
- 5.3.1.2.5 酒石酸溶液(100 g/L)。
- 5.3.1.2.6 硫酸钠溶液(100 g/L)。
- 5.3.1.2.7 三氧化二铁标准溶液甲(1 mL溶液含有0.05 mg三氧化二铁)：准确称取0.1000 g三氧化二铁(高纯试剂)于300 mL烧杯中，加入少许水润湿，加30 mL盐酸溶液(1+1)，2 mL硝酸，低温加热至微沸，待完全溶解后，冷至室温，移入2000 mL容量瓶中，加水稀释至标线，摇匀。
- 5.3.1.2.8 三氧化二铁标准溶液乙(1 mL溶液含有0.01 mg三氧化二铁)：准确分取20.0 mL三氧化二铁标准溶液甲于100 mL容量瓶中，加水稀释至标线，混匀。现用现配。
- 5.3.1.2.9 对硝基酚指示剂(5 g/L)。

5.3.1.3 材料及仪器

- 5.3.1.3.1 烘箱：最高温度不低于120℃，控温精确度 $\pm 2^\circ\text{C}$ 以内。
- 5.3.1.3.2 天平：感量不大于0.1 mg。
- 5.3.1.3.3 高温炉：最高温度不低于1000℃，控温精确度 $\pm 20^\circ\text{C}$ 以内。
- 5.3.1.3.4 分光光度计。
- 5.3.1.3.5 电炉：带有调压器。

5.3.1.4 分析步骤

5.3.1.4.1 制备试样溶液

称取烘干后的试样约0.5 g(精确至0.0001 g)于银坩埚中，加2 g无水碳酸钠(固体)混匀，加4 g氢氧化钾(固体)覆盖，放入高温炉中，从低温升起在750℃熔融10 min，取出冷却。将坩埚放入300 mL烧杯中，用热水浸取熔块，电炉上低温加热使熔块溶解，用热水及少量盐酸溶液(1+9)洗净坩埚，在搅拌下将溶液移入预先盛有30 mL盐酸溶液(1+1)的300 mL烧杯中，然后移入250 mL容量瓶中，加入10 mL硫酸钠溶液(100 g/L)，冷却后稀释至刻度，摇匀。静置2 h，用慢速滤纸干过滤，弃去最初10 mL滤液，滤液收集于250 mL烧杯中，此溶液为A。

5.3.1.4.2 工作曲线的绘制

准确分取0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL三氧化二铁标准溶液甲(分别含有0.00 mg、0.05 mg、0.15 mg、0.25 mg、0.35 mg三氧化二铁)或准确分取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL三氧化二铁标准溶液乙(分别含有0.00 mg、0.005 mg、0.01 mg、0.03 mg、0.05 mg三氧化二铁)，分别放入100 mL容量瓶中，用水稀释至约50 mL，加4 mL酒石酸溶液(100 g/L)，1滴~2滴对硝基酚指示剂(5 g/L)，滴加氢氧化铵溶液(1+1)至溶液呈黄色，随即滴加盐酸溶液(1+1)至溶液由黄色刚变至无色，加4 mL盐酸羟胺溶液(50 g/L)，10 mL邻菲罗啉溶液(1 g/L)，用水稀释至标线，混匀。放置20 min，在分光光度计上，于波长510 nm处，选择适宜的比色皿，以水作参比，测定溶液的吸光度。然后，以测得的吸光度为纵坐标，比色溶液的浓度为横坐标，绘制工作曲线。

5.3.1.4.3 工作曲线的绘制

准确分取适量按5.3.1.4.1制备的试样溶液(A)于100 mL容量瓶中，用水稀释至约50 mL，以下操作步骤同5.3.1.4.2。

5.3.1.4.4 工作曲线的绘制

全铁的含量 $\omega(Fe_2O_3)$ 按公式 (2) 计算:

$$\omega(Fe_2O_3) = \frac{c(Fe_2O_3) \times n}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $\omega(Fe_2O_3)$ ——全铁 (以三氧化二铁计) 的含量, %;
- $c(Fe_2O_3)$ ——由工作曲线上查得的100 mL比色溶液中三氧化二铁含量的数值, 单位为毫克 (mg);
- n ——试样溶液的总体积与所分取试样溶液体积之比;
- m ——试样质量, 单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告值。若结果小于0.1 %, 按GB/T 8170修约至小数点后三位数。

5.3.1.4.5 工作曲线的绘制

两次平行测定结果之间的绝对误差应符合表3的规定, 否则, 应重新测定。

表3 全铁含量的允许差

全铁含量 (以三氧化二铁计) /%	允许差/%
0.01~0.09	0.007
0.10~0.90	0.03
1.00~3.50	0.10

5.4 105 °C挥发物

5.4.1 仪器设备

- 5.4.1.1 恒温干燥箱: 控温精确度±2 °C以内。
- 5.4.1.2 分析天平: 感量不大于 0.0001 g。
- 5.4.1.3 称量瓶。

5.4.2 分析步骤

- 5.4.2.1 称取约 5 g 试样 (精确至 0.0001 g), 放入已恒重的称量瓶中, 使试样在瓶底均匀的铺开。
- 5.4.2.2 将称量瓶置入 105 °C的恒温干燥箱中, 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 0.0001 g)。
- 5.4.2.3 反复烘干, 冷却, 称量, 直至恒重。

5.4.3 结果计算

105 °C挥发物含量 w_h 按公式 (3) 计算:

$$w_h = \frac{m_5 - m_6}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- w_h ——105°C挥发物含量, %;
 - m_5 ——烘干前称量瓶及试样的质量, 单位为克 (g);
 - m_6 ——烘干恒重后称量瓶及试样的质量, 单位为克 (g);
- 取两次平行测定结果的算术平均值为报告值。

5.4.4 允许差

两次平行测定结果之间的绝对误差应符合表4的规定，否则，应重新测定。

表4 105℃挥发物允许差

105℃挥发物/%	允许差/%
≤0.40	0.03
>0.40	0.04

5.5 水溶物

5.5.1 材料与仪器设备

- 5.5.1.1 恒温干燥箱：控温精确度±2℃以内。
- 5.5.1.2 分析天平：感量不大于0.001g。
- 5.5.1.3 瓷蒸发皿：125mL。
- 5.5.1.4 烧杯：250mL。
- 5.5.1.5 水浴锅：控温精确度±2℃以内。

5.5.2 分析步骤

- 5.5.2.1 称取烘干后的试样20g（精确至0.001g），置于250mL烧杯中，加入100mL蒸馏水，搅拌均匀，并在烧杯外壁标出液面高度。
- 5.5.2.2 置烧杯于电炉上，煮沸后微沸5min（在微沸过程中，应不断搅拌并补充蒸发的水量），取下，迅速冷却至室温，移入200mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，静置20min，用慢速定量滤纸干过滤，弃去最初的10mL滤液（若滤液浑浊，重新过滤）。
- 5.5.2.3 准确吸取50mL清澈的滤液，置于已恒重的瓷蒸发皿中，在水浴上或低温电炉上蒸发至干，置于恒温干燥箱中，于105℃±2℃烘干至恒重，称量盛蒸干物的瓷蒸发皿（精确至0.001g）。

5.5.3 结果计算

水溶物含量 w_s 按公式（4）计算：

$$w_s = \frac{(m_7 - m_8) \times n}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- w_s ——水溶物的含量，%；
- m_7 ——蒸发皿和水溶物的质量，单位为克（g）；
- m_8 ——蒸发皿的质量，单位为克（g）；
- n ——试样溶液的总体积与所分取试样溶液体积之比；
- m ——试样的质量，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告值。

5.5.4 允许差

两次平行测定结果之间的绝对误差应符合表5的规定，否则，应重新测定。

表5 水溶物允许差

水溶物/%	允许差/%
0.01~0.50	0.05
0.50~1.00	0.08

5.6 白度

按GB/T 5950 的规定进行测定。

5.7 吸油量

5.7.1 方法提要

吸油量是指干燥改性重晶石粉用精制亚麻油调和成恰好润湿粉体团块时，所需要的精制亚麻油的量，用100 g改性重晶石粉所需要的精制亚麻油的克数表示。

5.7.2 材料和仪器

- 5.7.2.1 平板：磨砂玻璃或大理石板，尺寸不小于 300 mm×400 mm。
- 5.7.2.2 调刀：钢制，锥形刀身，长约 140 mm×150 mm，最宽处 20 mm~25 mm，最窄处不小于 12.5 mm。
- 5.7.2.3 精制亚麻油：酸值（以 KOH 计）为 5.0 mg/g~7.0 mg/g。
- 5.7.2.4 天平：感量不大于 0.001 g。

5.7.3 分析步骤

- 5.7.3.1 准确称量装精制亚麻仁油的滴瓶的质量（精确至 0.001 g）。
- 5.7.3.2 称取烘干后的试样 10 g（精确至 0.001 g），置于平板上。
- 5.7.3.3 将滴瓶中的精制亚麻仁油用点滴的方式加入平板上的试样中，一次加 4 滴~5 滴，每次加完油后用调刀用力压研，使油渗入试样中，继续缓慢滴加至油和试样可成团块为止。从此时起，每加一滴油后需用调刀充分研磨，形成稠度均匀，恰好润湿粉体的团块，不裂不碎，又能粘附在平板上即为终点。全部操作应在 20 min~25 min 内完成。
- 5.7.3.4 称量终点后滴瓶和精制亚麻仁油的质量（精确至 0.001 g）。

5.7.4 结果计算

吸油量的含量 w_1 按公式（5）计算：

$$w_1 = \frac{m_9 - m_{10}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- w_1 ——吸油量的含量，每100 g试料所吸收油的质量，单位为克每一百克（g/100g）；
- m_9 ——滴油前滴瓶和精制亚麻仁油的质量，单位为克（g）；
- m_{10} ——滴油后滴瓶和精制亚麻仁油的质量，单位为克（g）；
- m ——试样质量，单位为克（g）。

5.7.5 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为报告值。若两次平行测定结果的绝对差值大于1.0 g/100 g，则重新进行测定。

5.8 pH 值

5.8.1 方法提要

将定量试样分散于一定量的水中，用酸度计测定悬浮液的pH值。

5.8.2 材料和仪器设备

5.8.2.1 酸度计：精度 0.1。

5.8.2.2 天平：感量不大于 0.01 g。

5.8.3 分析步骤

准确称取烘干后试样5.00 g，置于125 mL广口瓶中，加入45 mL新煮沸并冷却至室温的蒸馏水，盖上塞子，激烈震荡2 min，静置10 min，用酸度计测定悬浮液的pH值。

5.8.4 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值为报告值，结果按GB/T 8170修约至小数点后一位。若平行测定结果的绝对差值大于0.2，则重新进行测定。

6 检验规则

6.1 检验分类

产品检验分为出厂检验和型式检验。

6.1.1 出厂检验

出厂检验项目包括105℃挥发分和白度。

6.1.2 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) 新产品试制或老产品转厂生产的试制定型鉴定；
- b) 正常生产时，每年至少进行一次；
- c) 产品的原料、配方、工艺及生产装备有较大改变，可能影响产品质量时；
- d) 产品停产 6 个月以上，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。

6.2 组批

以同一批原材料、同一工艺生产的产品每 30 t 为一批，不足 30 t 仍按一批计。

6.3 抽样

将取得的粉状试样直接混匀，以四分法缩分至2 kg。取1 kg送试验室，其余部分封存备用。

6.4 判定规则

检验结果符合第4章全部要求时，则判该批产品合格。

有两项或两项以上指标不符合规定时，则判该批产品为不合格；若有一项指标不符合规定时，用备用样品进行单项复验，如该项仍不合格，则判该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

每个包装单元内应有牢固的不褪色标志，内容包括：

- a) 产品名称；
- b) 产品标记；
- c) 生产日期、批号；
- d) 净含量；
- e) 生产商名称和地址；
- f) 商标；
- g) 使用说明及注意事项。

7.2 包装

7.2.1 产品包装袋一般采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用塑料编织袋。包装的内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧，或用与其相当的方式封口；外袋应牢固缝合，缝线整齐，针距均匀，无漏缝或跳线现象。每袋的净质量和偏差分别为 $50\text{ kg} \pm 0.5\text{ kg}$ 、 $25\text{ kg} \pm 0.25\text{ kg}$ 。其他形式的包装净质量和偏差由供需双方协商确定。

7.2.2 包装箱除应有 7.1 标志外，还应有防雨、防尘、防晒标志，产品出厂时应附有产品合格证。

7.3 运输

7.3.1 运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮。

7.3.2 装卸过程中，严禁直接钩包或摔包。

7.4 贮存

7.4.1 一般应入库贮存，露天或堆棚只适宜短期存放。

7.4.2 应贮存于通风干燥的库房内，并需下垫垫层，防止受潮。

附录 A
(资料性)
起草单位和主要起草人

本文件起草单位：湖南楚天钼业有限公司、江门市康立泰新材料有限公司、良德纳米粉体创新科技（安徽）有限公司、咸阳非金属矿研究设计院有限公司、洛南县秦兴海泡石开发有限责任公司。

本文件主要起草人：侯彩红、黄向阳、方耿诗、沐守余、王宏、戴宏广。

CSTM标准发布使用