



# 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。

# 中华人民共和国国家标准

## 钻井液材料规范

Drilling fluid materials specifications

GB/T 5005—2001  
eqv ISO 13500:1998

代替 GB/T 5005—1994

### 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 <sup>3</sup> ) ≥	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  $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 。
- 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  $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$  (配有加热和循环辅助设备的  $40\text{ dm}^3$  水槽或功能等效物)。
- 3.2.5 天平:精度为  $0.01\text{ g}$ 。
- 3.2.6 移液管: $10\text{ cm}^3$ 。
- 3.2.7 放大镜。
- 3.2.8 木棒:直径约  $8\text{ mm}$ ,长度  $30\text{ cm}$ ,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: $250\text{ cm}^3$ 。
- 3.2.12 量筒: $100\text{ cm}^3$ ,刻度  $1\text{ cm}^3$ 。
- 3.2.13 锥形瓶: $100\text{ cm}^3$  至  $150\text{ cm}^3$ 。
- 3.2.14 血清移液管或滴定管:刻度为  $0.1\text{ cm}^3$ 。
- 3.2.15 移液管: $10\text{ cm}^3$ 。
- 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: $1\ 000\text{ cm}^3$ 。
- 3.2.19 搅拌棒。
- 3.2.20 搅拌器:负载转速为  $11\ 000\text{ r/min} \pm 300\text{ r/min}$ ,转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约  $25\text{ mm}$ ,且其凹面朝上。
- 3.2.21 搅拌杯:深  $180\text{ mm}$ ,上口内径  $97\text{ mm}$ ,下底内径  $70\text{ mm}$ 。
- 3.2.22  $75\ \mu\text{m}$  筛子:直径  $76\text{ mm}$ ,从上边框到筛布高  $69\text{ mm}$ 。
- 3.2.23 喷嘴:接到带有  $90^{\circ}$  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  $457\text{ mm}$ ,直径  $63\text{ mm}$ ,刻度体积为  $1\ 000\text{ cm}^3$ 。
- 3.2.27 橡胶塞:13号。
- 3.2.28 温度计:可测温范围  $16^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C} \sim 32^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。
- 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  $1\text{ s}$ 。
- 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  $5\text{ kg}$ ,加入无水氯化钙  $200\text{ g}$ ,摇动  $5\text{ min}$  后放置  $24\text{ h}$ ,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  $1\ 000\text{ cm}^3$ ,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  $510\text{ cm}^3 \pm 1\text{ cm}^3$ ,  $15\text{ mol/dm}^3$  的氢氧化铵溶液,在容量瓶中用去离子水稀释至  $1\ 000\text{ cm}^3$ 。
- 3.3.4 铬黑 T 指示剂:称取  $0.5\text{ g}$  铬黑 T,加  $20\text{ cm}^3$  三乙醇胺,加水稀释至  $100\text{ cm}^3$ 。
- 3.3.5 六偏磷酸钠:化学纯。
- 3.3.6 分散剂溶液:每  $1\ 000\text{ cm}^3$  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  $2\text{ cm}^3$  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  $24\text{ cm}^3$  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  $0.05\text{ cm}^3$ ,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  $-0.2\text{ cm}^3$  至  $+1.2\text{ cm}^3$  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  $80\text{ g}\pm 0.05\text{ g}$  在  $105^\circ\text{C}\pm 3^\circ\text{C}$  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  $45^\circ$  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:

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

式中:  $\rho$ ——重晶石粉的密度,  $\text{g}/\text{cm}^3$ ;

$m$ ——加入重晶石粉的质量,  $\text{g}$ ;

$V_1$ ——李氏瓶的最终体积,  $\text{cm}^3$ ;

$V_0$ ——李氏瓶的初始体积,  $\text{cm}^3$ 。

### 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  $100\text{ g}\pm 0.05\text{ g}$  干燥过的重晶石粉,加入  $100\text{ cm}^3\pm 1\text{ cm}^3$  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  $50\text{ cm}^3\pm 1\text{ cm}^3$  去离子水至  $150\text{ cm}^3$ (或  $100\text{ cm}^3$ )锥形瓶中。加约  $2\text{ cm}^3$  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<sup>3</sup> 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<sup>3</sup>;

V——消耗 EDTA 标准溶液的体积,cm<sup>3</sup>;

40.08——每摩尔钙离子的质量,g/mol。

3.6 75 μm 筛余物测试程序

3.6.1 称取 50 g ± 0.01 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<sup>3</sup> 去离子水中,在搅拌器上搅拌 5 min ± 1 min。

3.6.2 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 ± 7 kPa 的水流冲洗筛网上的物料 2 min ± 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。

3.6.3 将筛余物从筛子冲洗到已在 105℃ ± 3℃ 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℃ ± 3℃ 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 μm 筛余物计算方法:

按(3)式计算 75 μm 筛余:

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

式中:  $S_{75}$ ——75 μm 筛余物质量分数,%;

$m_1$ ——蒸发皿及 75 μm 筛余物质量,g;

$m_0$ ——蒸发皿质量,g;

$m$ ——称取重晶石粉质量,g。

3.7 等效球状直径小于 6 μm 颗粒测试程序

3.7.1 称取 80 g ± 0.1 g 在 105℃ ± 3℃ 下干燥 24 h 的重晶石粉至搅拌杯中。

3.7.2 加入 125 cm<sup>3</sup> ± 2 cm<sup>3</sup> (127 g ± 2 g) 分散溶液至搅拌杯中,用去离子水稀释至约 400 cm<sup>3</sup>。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 min ± 30 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 1 000 cm<sup>3</sup> 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 ± 6 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 min ± 6 s, 20 min ± 6 s, 30 min ± 6 s 和 40 min ± 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。

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

3.7.9 对于每一时间间隔,从表2和表3确定水粘度( $\eta$ )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 $6\ \mu\text{m}$ 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;

$\rho$ ——样品密度, $\text{g}/\text{cm}^3$ ;

$m$ ——样品质量, $\text{g}$ 。

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, $\mu\text{m}$ ;

$\eta$ ——水的粘度, $\text{mPa} \cdot \text{s}$ ;

$L$ ——深度, $\text{cm}$ 。

$\rho$ ——样品密度, $\text{g}/\text{cm}^3$ ;

$t$ ——时间,min。

3.7.10.4 按(8)式计算等效颗粒直径( $de$ )略大于 $6\ \mu\text{m}$ 实验点的细颗粒累积百分数( $SH$ )和等效颗粒直径( $de$ )略小于 $6\ \mu\text{m}$ 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, $^{\circ}\text{C}$ ;

$Bc$ ——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。

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

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:

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

式中:  $\eta_{20}=1.002$ ;  
 $\eta_T$ ——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 <sup>3</sup> )	样品常数, $K_s$	样品密度/(g/cm <sup>3</sup> )	样品常数, $K_s$	样品密度/(g/cm <sup>3</sup> )	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 <sup>3</sup> )	0.022	0.030
水溶性碱土金属(以钙计)/(mg/kg)	9.2	23.0
75 $\mu\text{m}$ 筛余/%	0.22	0.50
小于6 $\mu\text{m}$ 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( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )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/( $\text{g}/\text{cm}^3$ ) $\geq$	5.05
水溶性碱土金属(以钙计)/( $\text{mg}/\text{kg}$ ) $\leq$	100
75 $\mu\text{m}$ 筛余/%( $m/m$ ) $\leq$	1.5
45 $\mu\text{m}$ 筛余/%( $m/m$ ) $\leq$	15
小于 6 $\mu\text{m}$ 颗粒/%( $m/m$ ) $\leq$	15
见附录 D	

## 4.2 仪器或设备

4.2.1 烘箱:控制在  $105^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 。

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: $32^\circ\text{C}$ 控制在  $\pm 0.1^\circ\text{C}$ (配有加热和循环辅助设备的  $40 \text{ dm}^3$  水槽或功能等效物)。

4.2.5 天平:精度为  $0.01 \text{ g}$ 。

4.2.6 移液管: $10 \text{ cm}^3$ 。

4.2.7 放大镜。

4.2.8 木棒:直径约  $8 \text{ mm}$ ,长度  $30 \text{ cm}$ ,或功能等效物。

4.2.9 扁式称量瓶: $\phi 50 \text{ mm} \times \phi 30 \text{ mm}$ 。

4.2.10 具塞锥形瓶: $250 \text{ cm}^3$ 。

4.2.11 量筒: $100 \text{ cm}^3$ ,刻度  $1 \text{ cm}^3$ 。

4.2.12 锥形瓶: $100 \text{ cm}^3 \sim 150 \text{ cm}^3$ 。

4.2.13 血清移液管或滴定管:刻度为  $0.1 \text{ cm}^3$ 。

4.2.14 移液管: $10 \text{ cm}^3$ 。

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 cm<sup>3</sup>。
- 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 cm<sup>3</sup>。
- 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/cm<sup>3</sup>~3.0 g/cm<sup>3</sup>。

#### 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 cm<sup>3</sup>,使用前标定。
- 4.3.3 缓冲溶液:67.5 g±0.1 g 氯化铵及 570 cm<sup>3</sup>±1 cm<sup>3</sup> 15 mol/dm<sup>3</sup> 的氢氧化铵溶液,在容量瓶中用去离子水稀释至 1 000 cm<sup>3</sup>。
- 4.3.4 铬黑 T 指示剂:称取 0.5 g 铬黑 T,加 20 cm<sup>3</sup> 三乙醇胺,加水稀释至 100 cm<sup>3</sup>。
- 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 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup>,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 cm<sup>3</sup> 至+1.2 cm<sup>3</sup> 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:

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

式中:  $\rho$ ——密度, g/cm<sup>3</sup>;

$m$ ——样品质量, g;

$V_1$ ——最终体积, cm<sup>3</sup>;

$V_0$ ——初始体积, cm<sup>3</sup>。

#### 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 cm<sup>3</sup> ± 1 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> ± 1 cm<sup>3</sup> 去离子水至 150 cm<sup>3</sup> 锥形瓶中。加约 2 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> 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:

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

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/dm<sup>3</sup>;

$V$ ——消耗 EDTA 标准溶液的体积, cm<sup>3</sup>;

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 cm<sup>3</sup> 水中,在搅拌器上搅拌 5 min ± 1 min。

4.6.2 将样品转移至 75  $\mu\text{m}$  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 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  $\mu\text{m}$  筛余物计算方法:

按(13)式计算 75  $\mu\text{m}$  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  $\mu\text{m}$  筛余物的质量分数,%;

$m_1$ ——蒸发皿及 75  $\mu\text{m}$  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  $\mu\text{m}$  筛代替 75  $\mu\text{m}$  筛重复 4.6.1~4.6.5 步骤。

4.7 等效球状直径小于 6  $\mu\text{m}$  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 cm<sup>3</sup> $\pm$ 2 cm<sup>3</sup>(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<sup>3</sup>。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<sup>3</sup> 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  $\mu\text{m}$  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。

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( $\eta$ )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  $\mu\text{m}$  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；

$\rho$ ——样品密度，g/cm<sup>3</sup>；

$m$ ——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， $\mu\text{m}$ ；

$\eta$ ——水的粘度，mPa·s；

$L$ ——深度，cm；

$\rho$ ——样品密度，g/cm<sup>3</sup>；

$t$ ——时间，min。

4.7.10.4 按(18)式计算等效颗粒直径( $d_e$ )略大于6  $\mu\text{m}$  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  $\mu\text{m}$  实验点的细颗粒累积百分数( $SL$ )。

$$S = K_s[(Mc \cdot T) - B_c + (H - 1)1000] \quad \dots\dots\dots(18)$$

式中： $S$ ——小于某尺寸的细颗粒累积百分数；

$K_s$ ——样品常数；

$Mc$ ——密度计校正斜率；

$T$ ——悬浮液温度， $^{\circ}\text{C}$ ；

$B_c$ ——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  $\mu\text{m}$  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  $\mu\text{m}$  颗粒累积百分数；

$SH$ ——略大于6  $\mu\text{m}$  实验点细颗粒累积百分数；

$SL$ ——略小于6  $\mu\text{m}$  实验点细颗粒累积百分数；

$dH$ ——略大于6  $\mu\text{m}$  实验点细颗粒等效直径；

$dL$ ——略小于6  $\mu\text{m}$  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：

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

式中： $\eta_{20}=1.002$ ；

$\eta_T$ ——实验温度下的粘度；

$T$ ——摄氏温度， $^{\circ}\text{C}$ 。



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/cm <sup>3</sup> )	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

4.10.1 袋装铁矿粉的取样,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700g样品,合并作为该批铁矿粉的试样。

4.10.2 取样方法采用取样器或从每一袋的中部取样。

4.10.3 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。

4.10.4 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6的规定时,应进行复验,复验结果仍不符合表6规定的技术指标时,则该产品为不合格品。

4.10.5 供需双方发生质量异议需要仲裁应按原国家标准局国标发[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。

#### 4.11 包装、标志及质量检验单

##### 4.11.1 包装

4.11.1.1 氧化铁矿粉的包装应具有足够的强度,最少应有两层,外层为聚丙烯编织袋,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。

4.11.1.2 包装袋的内外层封口应分别单独捆扎。

4.11.1.3 每袋净装25kg,允许差为±5%,但在每批产品中任意抽检40袋,其平均值应不少于25kg。

##### 4.11.2 标志

4.11.2.1 包装袋外层上方应印有粗体醒目的“铁矿粉”字样,袋的下方应印有生产厂名称、出厂批号,标准代号等。

4.11.2.2 生产厂的商标和每袋净装量应印在外层袋的中部和中下方。

##### 4.11.3 质量检验单

4.11.3.1 每批产品应附有该产品的质量检验单,其格式见附录B。

4.11.3.2 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。

## 5 钻井膨润土

### 5.1 概述

5.1.1 钻井膨润土是一种以蒙脱石为主的天然粘土矿物,它也可能含有诸如石英、云母、长石和方解石等这样的附属矿物。

5.1.2 按本标准提供的钻井膨润土应符合表10中规定的技术指标

表10 钻井膨润土技术指标

性 能	指 标
粘度计 600 r/min 读数	≥ 30
屈服值/塑性粘度	≤ 3
滤失量/cm <sup>3</sup>	≤ 15.0
75 μm 筛余/(m/m)	≤ 4.0

### 5.2 仪器或设备

5.2.1 温度计:量程 0℃±0.5℃~105℃±0.5℃。

5.2.2 天平:精度为 0.01 g。

5.2.3 烘箱:可控制在 105℃±3℃。

5.2.4 搅拌器:负载转速 11 000 r/min±300 r/min,转轴应装有单正弦波形叶片,叶片直径约 25 mm,

并且其凹面朝上。

5.2.5 搅拌杯:180 mm 深,上口内径 97 mm,下底内径 70 mm。

5.2.6 刮刀。

5.2.7 直读式粘度计:Fann35 型或同类产品。

5.2.8 滤失仪:容积  $200\text{ cm}^3\sim 400\text{ cm}^3$ ,滤出面积  $45.8\text{ cm}^2\pm 0.6\text{ cm}^2$ ,及压力源。

5.2.9 量筒: $500\text{ cm}^3\pm 5\text{ cm}^3$  和  $10\text{ cm}^3\pm 0.1\text{ cm}^3$ 。

5.2.10 计时器:机械或电子型,精度为 1 s。

5.2.11  $75\ \mu\text{m}$  筛子:直径 76 mm,从上边框到筛布高 69 mm。

5.2.12 喷嘴:接到带有 90 度弯管的水管上的喷嘴体或等效产品。

5.2.13 水压调节器,能调节至  $69\text{ kPa}\pm 7\text{ kPa}$ 。

5.2.14 蒸发皿。

5.2.15 干燥器:装有干燥剂。

5.2.16 养护罐: $500\text{ cm}^3$ ,带盖。

5.3 试剂或材料

5.3.1 六偏磷酸钠:化学纯。

5.3.2 去离子水或蒸馏水。

5.3.3 滤纸:Whatman 50 号滤纸或同类产品。

5.4 流变性测试程序

5.4.1 钻井膨润土悬浮液的配制:在搅拌器搅拌下,向  $350\text{ cm}^3\pm 5\text{ cm}^3$  去离子水中加入  $22.5\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$  钻井膨润土(收到的样品)。

5.4.2 在搅拌  $5\text{ min}\pm 30\text{ s}$  后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有钻井膨润土。务必将粘在刮刀上的所有钻井膨润土混到悬浮液中。

5.4.3 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌,每隔 5 min 需要从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有钻井膨润土。总搅拌时间应等于  $20\text{ min}\pm 1\text{ min}$ 。

5.4.4 在  $25\text{ C}\pm 1\text{ C}$ ,将钻井膨润土悬浮液在密封或带盖容器中养护 16 h。

5.4.5 当悬浮液养护后,摇匀并倒入搅拌杯中,在搅拌器上将悬浮液搅拌  $5\text{ min}\pm 30\text{ s}$ 。

5.4.6 将悬浮液倒入与直读式粘度计配套的样品杯中,在  $25\text{ C}\pm 1\text{ C}$  下测定粘度计 600 r/min 和 300 r/min 的读数,应在读数达到稳定后记录。

5.4.7 流变性计算方法:

按(21)、(22)和(23)式计算流变性:

$$PV = [600\text{ r/min 读值}] - [300\text{ r/min 读值}] \quad \dots\dots\dots(21)$$

$$YP = [300\text{ r/min 读值}] - PV \quad \dots\dots\dots(22)$$

$$YP/PV = [\text{式 25}]/[\text{式 26}] \quad \dots\dots\dots(23)$$

式中:  $PV$ ——塑性粘度;

$YP$ ——屈服值。

5.5 滤失量测试程序

5.5.1 重新混合 5.4 节配制和测试过的所有悬浮液,装在搅拌杯中在搅拌器上搅拌  $1\text{ min}\pm 30\text{ s}$ ,调整悬浮液温度至  $25\text{ C}\pm 1\text{ C}$ 。

5.5.2 将悬浮液倒入滤失仪样品杯中,在倒入悬浮液之前,要保证滤失仪样品杯的所有部件都是干燥的,并且密封圈没有变形或磨损。将悬浮液倒至离样品杯顶端 13 mm 以内,组装滤失仪样品杯,将滤失仪样品杯安装在支架上,并关闭减压阀,在排液管下放一量筒。

5.5.3 将一个计时器定在  $7\text{ min}30\text{ s}\pm 6\text{ s}$ ,而另一个定在  $30\text{ min}\pm 6\text{ s}$ ,同时启动两个计时器,并将样品杯压力调至  $690\text{ kPa}\pm 35\text{ kPa}$ 。这两步操作应在 15 s 内完成。压力应由压缩的空气,氮气和氦气提供。

5.5.4 在第一个计时器的 7 min 30 s ± 6 s 时,移开量筒并除去粘附在排液管端的液滴。在排液管下放一个干燥的 10 cm<sup>3</sup> 的量筒,继续收集滤液至第二个计时器的 30 min 终点,取下量筒并记录收集的滤液体积。

5.5.5 滤失量计算方法:

按(24)式计算膨润土悬浮液的滤失量:

$$FL = 2 \times V_c \quad \dots\dots\dots(24)$$

式中: FL——滤失量,cm<sup>3</sup>;

V<sub>c</sub>——在 7 min 30 s 至 30 min 之间收集的滤液体积,cm<sup>3</sup>。

5.6 75 μm 筛余物测试程序

5.6.1 称取 10 g ± 0.01 g 钻井膨润土。

5.6.2 在搅拌器搅拌下,将称取的钻井膨润土样品加到约含有 0.2 g 六偏磷酸钠的 350 cm<sup>3</sup> 去离子水中。

5.6.3 在搅拌器上搅拌 30 min ± 1 min。

5.6.4 将样品转移至筛中,用洗瓶将容器中的全部物料转移至筛子内,用从喷嘴出来的压力为 69 kPa ± 7 kPa 水流冲洗筛网上的物料 2 min ± 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。

5.6.5 将筛余物从筛子冲洗到已在 105℃ ± 3℃ 烘干冷却后称量的蒸发皿中,并缓慢倒出多余的清水。

5.6.6 在 105℃ ± 3℃ 的烘箱中将蒸发皿和筛余物烘干 2 h,取出放入干燥器内冷却 30 min,称量

5.6.7 75 μm 筛余物计算方法:

按(25)式计算 75 μm 筛余物:

$$S_{75} = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(25)$$

式中: S<sub>75</sub>——75 μm 筛余百分数,%;

m<sub>1</sub>——蒸发皿及 75 μm 筛余物质量,g;

m<sub>0</sub>——蒸发皿质量,g;

m——称取的膨润土质量,g。

5.7 精度要求

各项平行测定值在表 11 允许差值范围内时取其算术平均值。

表 11 钻井膨润土实验精度

项 目	重复性	再现性
粘度计 600 r/min 读数	2.9	6.3
屈服值/塑性粘度值	0.16	0.25
滤失量/cm <sup>3</sup>	0.8	1.3
75 μm 的筛余/%(m/m)	0.7	1.3

5.8 实验报告

实验报告单,其格式见附录 A。

5.9 检验规则

5.9.1 膨润土应用取样器取样,根据堆码高度、形状和数量,在每一面上、中、下三个部位布置取样点,每批不得少于 15 个,在每个取样点取约 50 g 样品,合并作为试样。

5.9.2 从卡车或(25~100) t 的储仓中取散装膨润土样品时,应用取样器,从顶部到底部在不同部位布置取样点,每批应取 15 个样品,每点取样品量约 50 g,合并作为试样。从一批少于 25 t 的卡车或储仓中取样时,所取样品总数不应少于 10 个,每点取样品约 50 g,合并作为试样。

5.9.3 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。

5.9.4 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 10 的规定时,应进行复验,复验结果仍不符合表 10 规定的技术指标时,则该产品为不合格品。

5.9.5 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。

## 5.10 包装、标志及质量检验单

### 5.10.1 包装

5.10.1.1 钻井膨润土的包装应具有足够的强度,最少应有两层。外层为编织袋,内层为薄膜袋,以达到防潮和不破损的要求。

5.10.1.2 包装袋的内外层封口应分别单独捆扎。

5.10.1.3 每袋净重 25 kg,允许误差为 $\pm 5\%$ 。但在每批产品中任意抽查 40 袋,其平均值应不少于 25 kg。

### 5.10.2 标志

5.10.2.1 包装袋上方印有粗体醒目的标志:钻井膨润土。袋下方印有生产厂名、出厂批号、标准代号等。

5.10.2.2 生产厂的商标和每袋净重量应分别印在外层的中部或下方。

5.10.2.3 散装运输的膨润土应在运货单上填明材料名称、运输方式、运载量、生产厂名及出厂批号。

### 5.10.3 质量检验单

5.10.3.1 每批产品应附有该产品的质量检验单,其格式见附录 B。

5.10.3.2 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。

## 6 未处理膨润土

### 6.1 概述

6.1.1 未处理膨润土是经过干燥和粉碎的但未经化学处理的,其主要成分是蒙脱石矿物,它也可能含有某些附属矿物,如石英、云母、长石和方解石等。

6.1.2 按本标准提供的未处理膨润土应符合表 12 中规定的技术指标。

表 12 未处理膨润土技术指标

性 能	指 标
屈服值/塑性粘度 $\leq$	1.5
分散后的塑性粘度/mPa $\geq$	10
分散后的滤失量/cm <sup>3</sup> $\leq$	12.5

### 6.2 仪器或设备

6.2.1 天平:精度为 0.01 g。

6.2.2 搅拌器:负载转速为 11 000 r/min $\pm$ 300 r/min,转轴应装有单正弦波形叶片,叶片直径约 25 mm,且其凹面朝上。

6.2.2 搅拌杯:深 180 mm,上口内径 97 mm,下底内径 70 mm。

6.2.4 直读式粘度计:Fann 35 型或同类产品。

6.2.5 滤失仪:容积为 200 cm<sup>3</sup>~400 cm<sup>3</sup>,滤出面积 45.8 cm<sup>2</sup> $\pm$ 0.6 cm<sup>2</sup> 及压力源。

6.2.6 刮刀。

- 6.2.7 温度计:量程  $0^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C} \sim 105^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.2.8 量筒: $500\text{ cm}^3 \pm 5\text{ cm}^3$  和  $10\text{ cm}^3 \pm 0.1\text{ cm}^3$ 。
- 6.2.9 养护罐: $500\text{ cm}^3$ ,带盖。
- 6.2.10 注射器或移液管: $5\text{ cm}^3 \pm 0.01\text{ cm}^3$ 。
- 6.2.11 计时器:机械或电子型,精度为  $1\text{ s}$ 。
- 6.3 试剂或材料
- 6.3.1 六偏磷酸钠:化学纯,配制成质量分数为  $10\% \pm 0.5\%$  溶液。
- 6.3.2 去离子水或蒸馏水。
- 6.3.3 滤纸:Whatman 50 型,或等效产品。
- 6.4 流变性测试程序
- 6.4.1 未处理膨润土悬浮液制备,在搅拌器搅拌下,向  $350\text{ cm}^3 \pm 5\text{ cm}^3$  去离子水中加入  $25\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  膨润土(收到的样品)。
- 6.4.2 在搅拌  $5\text{ min} \pm 30\text{ s}$  后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有未处理膨润土。务必将粘在刮刀上的所有未处理膨润土混到悬浮液中。
- 6.4.3 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌,每隔  $5\text{ min}$  需要从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有未处理膨润土。总搅拌时间应等于  $20\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。
- 6.4.4 在  $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  下,将膨润土悬浮液在密封容器中养护  $16\text{ h}$ 。
- 6.4.5 当悬浮液养护后,摇匀并倒入搅拌杯中,在搅拌器上将悬浮液搅拌  $5\text{ min} \pm 30\text{ s}$ 。
- 6.4.6 将悬浮液倒入与直读式粘度计配套的样品杯中,在  $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  下测定粘度计在  $600\text{ r/min}$  和  $300\text{ r/min}$  的读数,应在读数达到稳定后记录。
- 6.4.7 流变性计算方法:

按(26)、(27)和(28)式计算流变性:

$$PV = [600\text{ r/min 读值}] - [300\text{ r/min 读值}] \quad \dots\dots\dots(26)$$

$$YP = [300\text{ r/min 读值}] - PV \quad \dots\dots\dots(27)$$

$$YP/PV = [\text{式 30}]/[\text{式 31}] \quad \dots\dots\dots(28)$$

式中:  $PV$ ——塑性粘度;

$YP$ ——屈服值。

#### 6.5 分散后的塑性粘度测试程序

- 6.5.1 重新混合 6.4 节制备和测试过的所有悬浮液,装在搅拌杯中在搅拌器上搅拌  $1\text{ min} \pm 30\text{ s}$ 。
- 6.5.2 在悬浮液中加入  $5\text{ cm}^3 \pm 0.1\text{ cm}^3$  10% 的六偏磷酸钠溶液,在搅拌器上搅拌  $3\text{ min} \pm 30\text{ s}$ 。
- 6.5.3 将悬浮液倒入与直读式粘度计配套的样品杯中,在  $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  下测量粘度计在  $600\text{ r/min}$  和  $300\text{ r/min}$  的读数,应在读数达到稳定后记录。
- 6.5.4 按照式(30)计算分散后的塑性粘度并记录。

#### 6.6 分散后的滤失量测试程序

- 6.6.1 重新混合 6.5 节测试过的所有悬浮液,装在搅拌杯中在搅拌器上搅拌  $1\text{ min} \pm 30\text{ s}$ 。调整悬浮液温度至  $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.6.2 将悬浮液倒入滤失仪样品杯中,在倒入悬浮液之前,要保证滤失仪样品杯的所有部件都是干燥的,并且密封圈没有变形或磨损。将悬浮液倒至离样品杯顶端  $13\text{ mm}$  以内,组装滤失仪样品杯,将滤失仪样品杯安装在支架上,并关闭减压阀,在排液管下放一容器。
- 6.6.3 将一个计时器定在  $7\text{ min}30\text{ s} \pm 6\text{ s}$ ,而另一个定在  $30\text{ min} \pm 6\text{ s}$ ,同时启动两个计时器,并将样品杯压力调至  $690\text{ kPa} \pm 35\text{ kPa}$ 。这两步操作应在  $15\text{ s}$  内完成。压力应由压缩的空气,氮气和氦气提供。
- 6.6.4 在第一个计时器的  $7\text{ min}30\text{ s} \pm 6\text{ s}$  时,移开容器并除去粘附在排液管端的液滴。在排液管下放一个干燥的  $10\text{ cm}^3$  的量筒,继续收集滤液至第二个计时器的  $30\text{ min}$  终点,取下量筒并记录收集的滤液

体积。

#### 6.6.5 分散后的滤失量计算方法：

按式(29)计算膨润土悬浮液分散后的滤失量：

$$FL = 2 \times V_c \quad \dots\dots\dots(29)$$

式中：FL——滤失量，cm<sup>3</sup>；

V<sub>c</sub>——在 7 min30 s 至 30 min 之间收集的滤液体积，cm<sup>3</sup>。

#### 6.7 精度要求

各项平行测定值在表 13 允许差值范围内时取其算术平均值。

表 13 未处理膨润土实验精度

项 目	重 复 性	再 现 性
分散后的塑性粘度/(mPa·s)	2.1	3.1
分散后的滤失量/cm <sup>3</sup>	0.9	1.5

#### 6.8 实验报告

实验报告单，其格式见附录 A。

#### 6.9 检验规则

6.9.1 未处理膨润土应用取样器取样，根据堆码高度、形状和数量，在每一面上、中、下三个部位布置取样点，每批不得少于 15 个，在每个取样点取约 50 g 样品，合并作为试样。

6.9.2 从卡车或(25~100) t 的储仓中取散装未处理膨润土样品时，应用取样器，从顶部到底部在不同部位布置取样点，每批应取 15 个样品，每点取样品量约 50 g，合并作为试样。从一批少于 25 t 的卡车或储仓中取样时，所取样品总数不应少于 10 个，每点取样品约 50 g，合并作为试样。

6.9.3 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。

6.9.4 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 12 的规定时，应进行复验，复验结果仍不符合表 12 规定的技术指标时，则该产品为不合格品。

6.9.5 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。

#### 6.10 包装、标志及质量检验单

##### 6.10.1 包装

6.10.1.1 未处理膨润土的包装应具有足够的强度，最少应有两层。外层为编织袋，内层为薄膜袋，以达到防潮和不破损的要求。

6.10.1.2 包装袋的内外层封口应分别单独捆扎。

6.10.1.3 每袋净重 25 kg，允许误差±5%。但在每批产品中任意抽查 50 袋，其平均值应不少于 25 kg。

##### 6.10.2 标志

6.10.2.1 包装袋上方印有粗体醒目的标志：未处理膨润土。袋下方印有生产厂名、出厂批号、标准代号等。

6.10.2.2 生产厂的商标和每袋净重量应分别印在外层的中部或下方。

6.10.2.3 散装运输的未处理膨润土应在运货单上填明材料名称、运输方式、运载量、生产厂名及出厂批号。

##### 6.10.3 质量检验单

6.10.3.1 每批产品应附有该产品的质量检验单，其格式见附录 B。

6.10.3.2 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。

## 7 OCMA 膨润土

### 7.1 概述

7.1.1 OCMA 膨润土是一种以蒙脱石为基础的粘土,其原土性能不能满足第 5 节的所有要求。这种膨润土可能已经用苏打、聚合物或其它化学品处理过,以改善悬浮液性能。

7.1.2 按本标准提供的 OCMA 膨润土应符合表 14 中规定的技术指标

7.1.3 生产商和有许可证者应在商品容器上材料名称下方以最小 6 mm 黑体给出恰当的标示,即用聚合物、苏打或其它材料对膨润土的处理类型。

表 14 OCMA 膨润土技术指标

性 能	指 标
粘度计 600 r/min 读数 $\geq$	30
屈服值/塑性粘度 $\leq$	6
滤失量/cm <sup>3</sup> $\leq$	16.0
75 $\mu$ m 筛余/%(m/m) $\leq$	2.5
水分/%(m/m) $\leq$	13.0

### 7.2 仪器或设备

7.2.1 温度计:量程 0℃ $\pm$ 0.5℃~105℃ $\pm$ 0.5℃。

7.2.2 天平:精度为 0.01 g。

7.2.3 烘箱:可控制在 105℃ $\pm$ 3℃。

7.2.4 搅拌器:负载转速 11 000 r/min $\pm$ 300 r/min,转轴应装有单正弦波形叶片,叶片直径约 25 mm,且其凹面朝上。

7.2.5 搅拌杯:深 180 mm,上口内径 97 mm,下底内径 70 mm。

7.2.6 刮刀。

7.2.7 直读式粘度计:Fann35 型或同类产品。

7.2.8 滤失仪:容积 200 cm<sup>3</sup>~400 cm<sup>3</sup>,滤出面积 45.8 cm<sup>2</sup> $\pm$ 0.6 cm<sup>2</sup>,及压力源。

7.2.9 量筒:500 cm<sup>3</sup> $\pm$ 5 cm<sup>3</sup> 和 10 cm<sup>3</sup> $\pm$ 0.1 cm<sup>3</sup>。

7.2.10 计时器:机械或电子型,精度为 1 s。

7.2.11 75  $\mu$ m 筛子:直径 76 mm,从上边框到筛布高 69 mm。

7.2.12 喷嘴:接到带有 90 度弯管的水管上的喷嘴体或等效产品。

7.2.13 水压调节器,能调节至 69 kPa $\pm$ 7 kPa。

7.2.14 蒸发皿。

7.2.15 干燥器:装有干燥剂。

7.2.16 洗瓶。

7.2.17 称量瓶: $\phi$ 50 mm $\times$ 30 mm。

### 7.3 试剂或材料

7.3.1 去离子水或蒸馏水。

7.3.2 六偏磷酸钠:化学纯。

7.3.3 滤纸:Whatman 50 号滤纸或同类产品。

### 7.4 流变性测试程序

7.4.1 OCMA 膨润土悬浮液的配制。在搅拌器搅拌下,向 350 cm<sup>3</sup> $\pm$ 5 cm<sup>3</sup> 去离子水中加入 22.5 g $\pm$ 0.01 g OCMA 膨润土(收到的样品)。



7.4.2 在搅拌 5 min±30 s 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有膨润土。务必将粘在刮刀上的所有膨润土混到悬浮液中。

7.4.3 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌,每隔 5 min 需要从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有膨润土。总搅拌时间应等于 20 min±1 min。

7.4.4 在 25℃±1℃下,将膨润土悬浮液在密封或带盖容器中养护 16 h。

7.4.5 当悬浮液养护后,摇匀并倒入搅拌杯中,在搅拌器上将悬浮液搅拌 5 min±30 s。

7.4.6 将悬浮液倒入与直读式粘度计配套的样品杯中,在 25℃±1℃下测定粘度计 600 r/min 和 300 r/min 读数,应在读数达到稳定后记录。

7.4.7 流变性计算步骤:

按(30)、(31)和(32)式计算流变性:

$$PV = [600 \text{ r/min 读值}] - [300 \text{ r/min 读值}] \quad \dots\dots\dots(30)$$

$$YP = [300 \text{ r/min 读值}] - PV \quad \dots\dots\dots(31)$$

$$YP/PV = [\text{式 34}]/[\text{式 35}] \quad \dots\dots\dots(32)$$

式中:  $PV$ ——塑性粘度;

$YP$ ——屈服值。

7.5 滤失量测试程序

7.5.1 重新混合 7.4 节配制和测试过的所有悬浮液,装在搅拌杯中在搅拌器上搅拌 1 min±30 s 调整悬浮液温度至 25℃±1℃。

7.5.2 将悬浮液倒入滤失仪样品杯中,在倒入悬浮液之前,要保证滤失仪样品杯的所有部件都是干燥的,并且密封圈没有变形或磨损。将悬浮液倒至离样品杯顶端 13 mm 以内,组装滤失仪样品杯,将滤失仪样品杯安装在支架上,并关闭减压阀,在排液管下放一容器。

7.5.3 将一个计时器定在 7 min30 s±6 s,而另一个定在 30 min±6 s,同时启动两个计时器,并将样品杯压力调至 690 kPa±35 kPa。这两步操作应在 15 s 内完成。压力应由压缩的空气,氮气和氦气提供。

7.5.4 在第一个计时器的 7 min30 s±6 s 时,移开容器并除去粘附在排液管端的液滴。在排液管下放一个干燥的 10 cm<sup>3</sup> 的量筒,继续收集滤液至第二个计时器的 30 min 终点,取下量筒并记录收集的滤液体积。

7.5.5 滤失量计算方法:

按(33)计算膨润土悬浮液的滤失量:

$$FL = 2 \times V_c \quad \dots\dots\dots(33)$$

式中:  $FL$ ——滤失量,cm<sup>3</sup>;

$V_c$ ——在 7 min30 s 至 30 min 之间收集的滤液体积,cm<sup>3</sup>。

7.6 75 μm 筛余测试程序

7.6.1 称取 10 g±0.01 g 膨润土。

7.6.2 在搅拌器的搅拌下,将称取的膨润土样品加到约含有 0.2 g 六偏磷酸钠的 350 cm<sup>3</sup> 去离子水中。

7.6.3 在搅拌器上搅拌 30 min±1 min。

7.6.4 将样品转移至筛中,用洗瓶将容器中的全部物料转移至筛子内,用从喷嘴出来的压力为 69 kPa±7 kPa 水流冲洗筛网上的物料 2 min±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。

7.6.5 将筛余物从筛子冲洗到已在 105℃±3℃下烘干冷却后称量的蒸发皿中,并缓慢倒出多余的清水。

7.6.6 在 105℃±3℃烘箱中将蒸发皿和筛余物烘干 1.5 h,取出在干燥器中冷却 30 min,称量。

7.6.7 75 μm 筛余计算方法:

按(34)式计算 75 μm 筛余物的质量分数

$$S_{75} = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(34)$$

式中： $S_{75}$ ——75 μm 筛余百分数，%；  
 $m_1$ ——蒸发皿及 75 μm 筛余物质量，g；  
 $m_0$ ——蒸发皿质量，g；  
 $m$ ——称取 OCMA 膨润土质量，g。

7.7 水分测试程序

- 7.7.1 称取 10 g ± 0.01 g OCMA 膨润土样品至已在 105℃ ± 3℃ 下烘干冷却后称量的称量瓶中。
- 7.7.2 在 105℃ ± 3℃ 烘箱中将称量瓶和样品烘干 2 h，取出在干燥器中冷却 30 min，称量。
- 7.7.3 水分计算方法：

按(35)式计算水分的质量分数：

$$W = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(35)$$

式中： $W$ ——水分质量分数，%；  
 $m_2$ ——烘干后称量瓶和 OCMA 膨润土质量，g；  
 $m_1$ ——称量瓶质量，g；  
 $m$ ——称取的 OCMA 膨润土质量，g。

7.8 精度要求

各项平行测定值在表 15 允许差值范围内时取其算术平均值。

表 15 OCMA 膨润土实验精度

项 目	重 复 性	再 现 性
粘度计 600 r/min 读值	4.9	9.3
屈服值/塑性粘度	1.15	1.16
滤失量/cm <sup>3</sup>	0.8	1.6
75 μm 筛余/%	0.5	1.1
水分/%(m/m)	1.2	1.9

7.9 实验报告

实验报告单，其格式见附录 A。

7.10 检验规则

- 7.10.1 OCMA 膨润土应用取样器取样，根据堆码高度、形状和数量，在每一面上、中、下三个部位布置取样点，每批不得少于 15 个，在每个取样点取约 50 g 样品，合并作为试样。
- 7.10.2 从卡车或(25~100) t 的储仓中取散装 OCMA 膨润土样品时，应用取样器，从顶部到底部在不同部位布置取样点，每批应取 15 个样品，每点取样品量约 50 g，合并作为试样。从一批少于 25 t 的卡车或储仓中取样时，所取样品总数不应少于 10 个，每点取样品约 50 g，合并作为试样。
- 7.10.3 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 P 检测，一瓶保留三个月以备仲裁。
- 7.10.4 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 14 的规定时，应进行复验，复验结果仍不符合表 14 规定的技术指标时，则该产品为不合格品。
- 7.10.5 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。

## 7.11 包装、标志及质量检验单

## 7.11.1 包装

7.11.1.1 OCMA 膨润土的包装应具有足够的强度,最少应有两层。外层为编织袋,内层为薄膜袋,以达到防潮和不破损的要求。

7.11.1.2 包装袋的内外层封口应分别单独捆扎。

7.11.1.3 每袋净重 25 kg,允许误差 $\pm 5\%$ 。但在每批产品中任意抽查 50 袋,其平均值应不少于 25 kg。

## 7.11.2 标志

7.11.2.1 包装袋上方印有粗体醒目的标志:OCMA 膨润土。袋下方印有生产厂名、出厂批号、标准代号等。

7.11.2.2 生产厂的商标和每袋净重量应分别印在外层的中部或下方

7.11.2.3 散装运输的 OCMA 膨润土应在运货单上填明材料名称、运输方式、运载量、生产厂名及出厂批号。

## 7.11.3 质量检验单

7.11.3.1 每批产品应附有该产品的质量检验单,其格式见附录 B。

7.11.3.2 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。

## 8 凹凸棒土

## 8.1 概述

8.1.1 凹凸棒土是一种天然粘土矿物。附属矿物包括石英、长石和方解石等。

8.1.2 按本标准提供的凹凸棒土应符合表 16 中规定的技术指标。

表 16 凹凸棒土技术指标

性 能	指 标
粘度计 600 r/min 读数 $\geq$	30
75 $\mu\text{m}$ 筛余/ $\%(m/m)$ $\leq$	8.0
水分/ $\%(m/m)$ $\leq$	16.0

## 8.2 仪器或设备

8.2.1 温度计:刻度范围  $0^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C} \sim 105^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

8.2.2 烘箱:控制在  $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 。

8.2.3 天平:精度为 0.01 g。

8.2.4 搅拌器:负载转速为  $11000 \text{ r/min} \pm 300 \text{ r/min}$ ,转轴应装有单正弦波形叶片,叶片直径约 25 mm,且其凹面朝上。

8.2.5 搅拌杯:深 180 mm,上口内径 97 mm,下底内径 70 mm。

8.2.6 直读式粘度计:Fann 35 型或同类产品。

8.2.7 75  $\mu\text{m}$  筛子:直径 76 mm,从上边框到筛布高 69 mm。

8.2.8 喷嘴:接到带有 90 度弯管的水管上的喷嘴体或等效产品。

8.2.9 水压调节器,能调节至  $69 \text{ kPa} \pm 7 \text{ kPa}$ 。

8.2.10 干燥器:装有干燥剂。

8.2.11 刮刀。

8.2.12 量筒: $500 \text{ cm}^3 \pm 5 \text{ cm}^3$  和  $100 \text{ cm}^3 \pm 1 \text{ cm}^3$ 。

8.2.13 容器:玻璃的或塑料的,带塞或带盖,以便盛盐水溶液。

8.2.14 计时器:机械型或电子型,精度为 1 s。

8.2.15 漏斗。

8.2.16 蒸发皿。

8.2.17 称量瓶： $\phi 50\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

8.2.18 洗瓶。

8.3 试剂或材料

8.3.1 氯化钠：化学纯。

8.3.2 六偏磷酸钠：化学纯。

8.3.3 消泡剂：辛醇。

8.3.4 去离子水或蒸馏水。

8.3.5 滤纸：Whatman 50 号滤纸或同类产品。

8.4 粘度计在 600 r/min 的表观粘度的测试程序

8.4.1 每  $100\text{ cm}^3 \pm 1\text{ cm}^3$  去离子水中加 40 g~45 g 氯化钠，在一个合适的容器中充分搅拌，配制足量体积的饱和盐水溶液。使溶液静置 1 h。将溶液缓慢倒出或过滤至储存容器。

8.4.2 凹凸棒土悬浮液制备：在搅拌器搅拌下，向  $350\text{ cm}^3 \pm 5\text{ cm}^3$  饱和盐水溶液中加入  $20\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  凹凸棒土（收到的样品）。

8.4.3 在搅拌  $5\text{ min} \pm 30\text{ s}$  后，从搅拌器上取下搅拌杯，用刮刀刮下粘在杯壁上的所有凹凸棒土。务必将粘在刮刀上的所有凹凸棒土混到悬浮液中。

8.4.4 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌，每隔 5 min 需要从搅拌器上取下搅拌杯，刮下粘在杯壁上的所有凹凸棒土。总搅拌时间应等于  $20\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。

8.4.5 将悬浮液倒入与直读式粘度计配套的样品杯中，加 2~3 滴消泡剂并用刮刀搅拌，以消除表面的泡沫。将样品杯放到粘度计上，在  $25\text{ }^\circ\text{C} \pm 1\text{ }^\circ\text{C}$  下测量粘度在 600 r/min 时的读数，应在读数达到稳定后记录。

8.5 75  $\mu\text{m}$  筛余物的测试程序

8.5.1 称取  $10\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  凹凸棒土。

8.5.2 将称取的凹凸棒土样品加到约含有 0.2 g 六偏磷酸钠的  $350\text{ cm}^3$  蒸馏水中。

8.5.3 将悬浮液在搅拌器上搅拌  $30\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。

8.5.4 将样品转移至筛中，用洗瓶将容器中的全部物料转移至筛子内，用从喷嘴出来的压力为  $69\text{ kPa} \pm 7\text{ kPa}$  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。

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

8.5.6 在  $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$  烘箱中将蒸发皿和筛余物烘干 1.5 h，取出，在干燥器中冷却 30 min，称量蒸发皿和筛余物的质量。

8.5.7 75  $\mu\text{m}$  筛余物的计算方法：

按(36)式计算 75  $\mu\text{m}$  筛余物的质量分数：

$$S_{75} = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(36)$$

式中： $S_{75}$ ——75  $\mu\text{m}$  筛余百分数，%；

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

$m_0$ ——蒸发皿质量，g；

$m$ ——称取的凹凸棒土质量，g。

8.6 水分测试程序

8.6.1 称取  $10\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  凹凸棒土样品至已在  $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$  烘干冷却称量的称量瓶中。

8.6.2 在  $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$  烘箱中将称量瓶和样品烘干 2.5 h，取出在干燥器中冷却 30 min，称量称量瓶和

样品的质量。

8.6.3 水分计算方法：

按(37)式计算水分的质量分数：

$$W = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(37)$$

式中：W——水分质量分数，%；

$m_2$ ——烘干后称量瓶和凹凸棒土质量，g；

$m_1$ ——称量瓶质量，g；

$m$ ——称取的凹凸棒土质量，g。

8.7 精度要求

各项平行测定值在表 17 允许误差范围内时取其算术平均值。

表 17 凹凸棒土试验精度

项 目	重 复 性	再 现 性
粘度计 600 r/min 读值	3.2	6.8
75 μm 筛余/%	0.6	1.0
水分/%	1.5	2.1

8.8 实验报告

实验报告单，其格式见附录 A。

8.9 检验规则

8.9.1 凹凸棒土应用取样器取样，根据堆码高度、形状和数量，在每一面上、中、下三个部位布置取样点，每批不得少于 15 个，在每个取样点取约 50 g 样品，合并作为试样。

8.9.2 从卡车或(25~100) t 的储仓中取散装凹凸棒土样品时，应用取样器，从顶部到底部在不同部位布置取样点，每批应取 15 个样品，每点取样品量约 50 g，合并作为试样。从一批少于 25 t 的卡车或储仓中取样时，所取样品总数不应少于 10 个，每点取样品约 50 g，合并作为试样。

8.9.3 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。

8.9.4 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 16 的规定时，应进行复验，复验结果仍不符合表 16 规定的技术指标时，则该产品为不合格品。

8.9.5 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。

8.10 包装、标志及质量检验单

8.10.1 包装

8.10.1.1 凹凸棒土的包装应具有足够的强度，最少应有两层。外层为编织袋，内层为薄膜袋，以达到防潮和不破损的要求。

8.10.1.2 包装袋的内外层封口应分别单独捆扎。

8.10.1.3 每袋净重 25 kg，允许误差为±5%。但在每批产品中任意抽查 40 袋，其平均值应不少于 25 kg。

8.10.2 标志

8.10.2.1 包装袋上方印有粗体醒目的标志：凹凸棒土。袋下方印有生产厂名、出厂批号、标准代号等。

8.10.2.2 生产厂的商标和每袋净重量应分别印在外层的中部或下方。

8.10.2.3 散装运输的凹凸棒土应在运货单上填明材料名称、运输方式、运载量、生产厂名及出厂批号、

标准代号等。

### 8.10.3 质量检验单

8.10.3.1 每批产品应附有该产品的质量检验单,其格式见附录 B。

8.10.3.2 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。

## 9 海泡石

### 9.1 概述

9.1.1 钻井级海泡石是一种天然粘土矿物。附属矿物包括石英、长石和方解石等。

9.1.2 按本标准提供的海泡石应符合表 18 中规定的技术指标

表 18 海泡石技术指标

性 能	指 标
粘度计 600 r/min 读数 $\geq$	30
75 $\mu\text{m}$ 筛余/ $\%(m/m)$ $\leq$	8.0
水份/ $\%(m/m)$ $\leq$	16.0

### 9.2 仪器或设备

9.2.1 温度计:刻度范围  $0^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C} \sim 105^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 。

9.2.2 烘箱:可控制在  $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 。

9.2.3 天平:精度为 0.01 g。

9.2.4 搅拌器:负载转速为  $11000 \text{ r/min} \pm 300 \text{ r/min}$ ,转轴应装有单正弦波形叶片,叶片直径约 25 mm,并且其凹面朝上。

9.2.5 搅拌杯:深 180 mm,上口内径 97 mm,下底内径 70 mm。

9.2.6 直读式粘度计:Fann 35 型或同类产品。

9.2.7 75  $\mu\text{m}$  筛子:直径 76 mm,从上边框到筛布高 69 mm。

9.2.8 喷嘴:接到带有 90 度弯管的水管上的喷嘴体或等效产品。

9.2.9 水压调节器,能调节至  $69 \text{ kPa} \pm 7 \text{ kPa}$ 。

9.2.10 干燥器:装有干燥剂。

9.2.11 刮刀。

9.2.12 量筒: $500 \text{ cm}^3 \pm 5 \text{ cm}^3$  和  $100 \text{ cm}^3 \pm 1 \text{ cm}^3$ 。

9.2.13 容器:玻璃的或塑料的,带塞或带盖,以便盛盐水溶液。

9.2.14 计时器:机械型或电子型,精度为 0.1 min。

9.2.15 漏斗。

9.2.16 蒸发皿。

9.2.17 称量瓶: $\phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

9.2.18 洗瓶。

### 9.3 试剂或材料

9.3.1 氯化钠:化学纯。

9.3.2 六偏磷酸钠:化学纯。

9.3.3 消泡剂:辛醇。

9.3.4 去离子水或蒸馏水。

9.3.5 滤纸 Whatman 50 号滤纸或同类产品。

### 9.4 粘度计在 600 r/min 时读值测试程序

9.4.1 每  $100\text{ cm}^3 \pm 1\text{ cm}^3$  去离子水中加  $40\text{ g} \sim 45\text{ g}$  氯化钠,在一个合适的容器中充分搅拌,配制足量体积的饱和盐水溶液。使溶液静置  $1\text{ h}$ 。将溶液缓慢倒出或过滤至储存容器。

9.4.2 海泡石悬浮液的制备,在搅拌器搅拌下,向  $350\text{ cm}^3 \pm 5\text{ cm}^3$  饱和盐水溶液中加入  $20\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  海泡石(收到的样品)。

9.4.3 在搅拌  $5\text{ min} \pm 30\text{ s}$  后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有海泡石。务必将粘在刮刀上的所有海泡石混到悬浮液中。

9.4.4 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌,每隔  $5\text{ min}$  需要从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有海泡石。总搅拌时间应等于  $20\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。

9.4.5 将悬浮液倒入与直读式粘度计配套的样品杯中,加(2~3)滴消泡剂并用刮刀搅拌,以消除表面的泡沫。将样品杯放到粘度计上,在  $25\text{ }^\circ\text{C} \pm 1\text{ }^\circ\text{C}$  下测量粘度计在  $600\text{ r/min}$  时的读数,应在读数达到稳定后记录。

#### 9.5 75 $\mu\text{m}$ 筛余物的测试程序

9.5.1 称取  $10\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  海泡石。

9.5.2 将称取的海泡石样品加到约含有  $0.2\text{ g}$  六偏磷酸钠的  $350\text{ cm}^3$  蒸馏水中。

9.5.3 将悬浮液在搅拌器上搅拌  $30\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。

9.5.4 将样品转移至筛中,用洗瓶将容器中的全部物料转移至筛子内,用从喷嘴出来的压力为  $69\text{ kPa} \pm 7\text{ kPa}$  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。

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

9.5.6 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  $1.5\text{ h}$ ,取出在干燥器中冷却  $30\text{ min}$ ,称量蒸发皿和筛余物的质量。

9.5.7 75  $\mu\text{m}$  筛余物的计算方法:

按(38)式计算 75 筛余物的质量分数:

$$S_{75} = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(38)$$

式中:  $S_{75}$ ——75  $\mu\text{m}$  筛余百分数, %;

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

$m_0$ ——蒸发皿质量, g;

$m$ ——称取海泡石质量, g。

#### 9.6 水分测试程序

9.6.1 称取  $10\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  海泡石样品至已在  $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$  下烘干冷却后称量的称量瓶中。

9.6.2 在  $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$  的烘箱中将称量瓶和样品烘干  $2.5\text{ h}$ ,取出在干燥器中冷却  $30\text{ min}$ ,称量称量瓶和样品的质量。

9.6.3 水分计算方法:

按(39)式计算水分的质量分数:

$$W = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(39)$$

式中:  $W$ ——水分质量分数, %;

$m_2$ ——烘干后称量瓶和海泡石质量, g;

$m_1$ ——称量瓶质量, g;

$m$ ——称取的海泡石质量, g。

#### 9.7 精度要求

各项平行测定值在表 19 允许差值范围内时取其算术平均值。

表 19 海泡石试验精度

项 目	重 复 性	复 验 性
粘度计 600 r/min 读值	4.5	5.6
75 $\mu\text{m}$ 筛余质量分数/%(m/m)	0.3	0.8
水质量分数/%(m/m)	1.6	1.6

## 9.8 实验报告

实验报告单,其格式见附录 A。

## 9.9 检验规则

9.9.1 海泡石应用取样器取样,根据堆码高度、形状和数量,在每一面上、中、下三个部位布置取样点,每批不得少于 15 个,在每个取样点取约 50 g 样品,合并作为试样。

9.9.2 从卡车或(25~100) t 的储仓中取散装海泡石样品时,应用取样器,从顶部到底部在不同部位布置取样点,每批应取 15 个样品,每点取样品量约 50 g,合并作为试样。从一批少于 25 t 的卡车或储仓中取样时,所取样品总数不应少于 10 个,每点取样品约 50 g,合并作为试样。

9.9.3 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。

9.9.4 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 18 的规定时,应进行复验,复验结果仍不符合表 18 规定的技术指标时,则该产品为不合格品。

9.9.5 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。

## 9.10 包装、标志及质量检验单

### 9.10.1 包装

9.10.1.1 海泡石的包装应具有足够的强度,最少应有两层。外层为编织袋,内层为薄膜袋,以达到防潮和不破损的要求。

9.10.1.2 包装袋的内外层封口应分别单独捆扎。

9.10.1.3 每袋净重 25 kg,允许误差为 $\pm 5\%$ 。但在每批产品中任意抽查 40 袋,其平均值应不少于 25 kg。

### 9.10.2 标志

9.10.2.1 包装袋上方印有粗体醒目的标志:海泡石。袋下方印有生产厂名、出厂批号、标准代号等。

9.10.2.2 生产厂的商标和每袋净重量应分别印在外层的中部或下方。

9.10.2.3 散装运输的海泡石应在运货单上填明材料名称、运输方式、运载量、生产厂名及出厂批号。

### 9.10.3 质量检验单

9.10.3.1 每批产品应附有该产品的质量检验单,其格式见附录 B。

9.10.3.2 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。

## 10 技术级低粘羧甲基纤维素

### 10.1 概述

10.1.1 技术级低粘羧甲基纤维素(CMC-LVT)是一种羧甲基纤维素的碱金属盐,它是经过化学改性得到的水溶性聚合物。生产商应保留所使用的纤维素原材料的分析记录。

10.1.2 CMC-LVT 是一种自由流动的或颗粒状的粉末,通常不除去反应中生成的副产物。

10.1.3 按本标准提供的产品应符合表 20 的技术指标。



表 20 技术级低粘羧甲基纤维素技术指标

性 能	指 标
粘度计 600 r/min 读数	≤ 90
滤失量/cm <sup>3</sup>	≤ 10

## 10.2 仪器或设备

10.2.1 温度计:量程 0℃±0.5℃~105℃±0.5℃。

10.2.2 天平:精度为 0.01 g。

10.2.3 搅拌器:负载转速 11000 r/min±300 r/min,转轴应装有直径约 25 mm 的单正弦波形的叶片,且凹面朝上。

10.2.4 搅拌杯:高 180 mm,上口内径 97 mm,下底内径 70 mm。

10.2.5 刮刀。

10.2.6 试剂瓶:带塞子或带盖的玻璃或塑料容器,用于盛盐水溶液。

10.2.7 直读式粘度计:Fann-35 型或同类产品。

10.2.8 钻井液养护罐:500 cm<sup>3</sup> 的带盖容器。

10.2.9 容量瓶:1000 cm<sup>3</sup>。

10.2.10 计时器:机械或电子型,精度为 1 s。

10.2.11 滤失仪:容积为 300 cm<sup>3</sup>~400 cm<sup>3</sup>,过滤面积为 45.6 cm<sup>2</sup>±0.6 cm<sup>2</sup>,带有压力源。

10.2.12 量筒:10 cm<sup>3</sup>±0.1 cm<sup>3</sup>、100 cm<sup>3</sup>±1 cm<sup>3</sup> 和 500 cm<sup>3</sup>±5 cm<sup>3</sup>。

## 10.3 试剂或材料

10.3.1 氯化钠:化学纯。

10.3.2 API 标准评价基准土。

10.3.3 碳酸氢钠:化学纯。

10.3.4 去离子水或蒸馏水。

10.3.5 消泡剂。

10.3.6 滤纸:Whatman 50 号滤纸或同类产品

## 10.4 去离子水测试程序

10.4.1 制备 CMC-LVT 溶液。在搅拌器搅拌下,在 60 s 内,以均匀的速度向 350 cm<sup>3</sup>±5 cm<sup>3</sup> 去离子水中加入 1.05 g±0.01 g(3.0 g/dm<sup>3</sup>±0.03 g/dm<sup>3</sup>) CMC-LVT。

注意:加入 LV-CMC 时应避开搅拌机转轴,以减少损失。

10.4.2 搅拌 5 min±6 s 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 CMC-LVT。务必将粘在刮刀上的所有 CMC-LVT 混到溶液中。

10.4.3 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌,每隔 5 min,从搅拌器上取下搅拌杯刮下粘在杯壁上的所有 CMC-LVT。总搅拌时间等于 20 min±1 min。

10.4.4 在 25℃±1℃下,将溶液在养护罐中养护 2 h±5 min。

10.4.5 养护后,在搅拌器上将溶液搅拌 5 min±6 s。

10.4.6 将溶液倒入与直读式粘度计配套样品杯中。在 25℃±1℃时测量粘度计在 600 r/min 的读数。应在读数达到稳定后记录。

## 10.5 滤失量测试程序

10.5.1 每 100 cm<sup>3</sup>±1 cm<sup>3</sup> 去离子水中加入 40 g~45 g 氯化钠,在一个合适的容器中充分搅拌,配制足量体积的饱和盐水溶液。使溶液静置 1 h。将溶液缓慢倒出或过滤至储存容器中。

10.5.2 粘土基悬浮液制备。向盛有 350 cm<sup>3</sup>±5 cm<sup>3</sup> 饱和盐水的搅拌杯中,加入 1.0 g±0.1 g 碳酸氢钠并在搅拌器上搅拌约 1 min。

- 10.5.3 在搅拌器的搅拌下,缓慢加入 35.0 g±0.1 g API 标准评价基准土。
- 10.5.4 搅拌 5 min±6 s 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有评价土。务必将粘在刮刀上的所有评价土混到悬浮液中。
- 10.5.5 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌。每隔 5 min,从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有评价土,加评价土后总搅拌时间等于 20 min±1 min。
- 10.5.6 在搅拌器的搅拌下,在 60 s 内,以均匀的速度向悬浮液中加入 3.15 g±0.01 g(9.01 g/dm<sup>3</sup>±0.03 g/dm<sup>3</sup>)CMC-LVT。
- 10.5.7 搅拌 5 min±6 s 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 CMC-LVT。务必将粘在刮刀上的所有 CMC-LVT 混到悬浮液中。
- 10.5.8 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌,每隔 5 min,从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 CMC-LVT。总搅拌时间等于 20 min±1 min。
- 10.5.9 在 25℃±1℃下,将悬浮液在养护罐中养护 2 h±5 min。
- 10.5.10 养护后,将悬浮液在搅拌器上搅拌 5 min±6 s。
- 10.5.11 立即将悬浮液倒入滤失仪样品杯中,悬浮液倒至离样品杯顶端 13 mm 以内。组装滤失仪样品杯,并将其安装在支架上,关闭减压阀。在排液管下放一容器。
- 10.5.12 将一个计时器定在 7 min30 s±6 s,而另一个定在 30 min±6 s,在 15 s 内同时启动两个计时器,并将样品杯压力调至 690 kPa±35 kPa。压力由压缩的空气,氮气或氦气提供。
- 10.5.13 在第一个计时器的 7 min30 s±6 s 时,移开容器并除去粘附在排液管端的液滴。在排液管下放一个干燥的 10 cm<sup>3</sup> 量筒,继续收集滤液至第二个计时器的 30 min 终点,取下量筒并记录收集的滤液体积。
- 10.5.14 滤失量计算方法:

按(40)式计算经 CMC-LVT 处理的悬浮液的滤失量:

$$FL = 2 \times V_c \quad \dots\dots\dots(40)$$

式中: FL——滤失量,cm<sup>3</sup>;

V<sub>c</sub>——在 7 min30 s 至 30 min 之间收集的滤液体积,cm<sup>3</sup>。

10.6 精度要求

各项平行测定值在表 21 允许差值范围内时取其算术平均值。

表 21 技术级低粘羧甲基纤维素实验精度

项 目	重 复 性	再 现 性
粘度计 600 r/min 读值	2.6	3.1
滤失量/cm <sup>3</sup>	0.9	1.6

10.7 实验报告

实验报告单,其格式见附录 A。

10.8 检验规则

10.8.1 CMC-LVT 的取样,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。

10.8.2 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。

10.8.3 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 20 的规定时,应进行复验,复验结果仍不符合表 20 规定的技术指标时,则该产品为不合格品。

10.8.4 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。

10.9 包装、标志及质量检验单

10.9.1 包装

10.9.1.1 CMC-LVT 的包装袋应具有足够的强度,最少应有两层,外层为三合一复合包装袋,内层为薄膜袋,以达到防潮和不被破损的要求。

10.9.1.2 包装袋的内外层封口应分别单独捆扎。

10.9.1.3 每袋净重 25 kg,允许误差为 2%,但在每批产品中任意抽检 40 袋,其平均应不少于 25 kg。

10.9.2 标志

10.9.2.1 包装袋上方应印有粗体醒目的标志:技术级低粘羧甲基纤维素(也可用 CMC-LVT)字样,袋下方应印有生产厂家、出厂批号、标准代号等。

10.9.2.2 生产厂的商标和每袋净装量应分别印在外层的中部和下方。

10.9.3 质量检验单

10.9.3.1 每批产品应附有该产品的质量检验单,其格式见附录 B。

10.9.3.2 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。

11 技术级高粘羧甲基纤维素

11.1 概述

11.1.1 技术级高粘羧甲基纤维素(CMC-HVT)是一种羧甲基纤维素的碱金属盐,它是经过化学改性得到的水溶性聚合物。生产商应保留所使用的纤维素原材料的分析记录。

11.1.2 CMC-HVT 是一种自由流动的或颗粒状的粉末,通常不除去反应中生成的副产物。

11.1.3 按本标准提供的产品应符合表 22 的技术指标。

表 22 技术级高粘羧甲基纤维素技术指标

性 能		指 标
粘度计 600 r/min 读数	去离子水中	30
	40 g/dm <sup>3</sup> 盐水中	30
	饱和盐水中	30
滤失量/cm <sup>3</sup>	≤	10.0

11.2 仪器或设备

11.2.1 温度计:量程 0℃±0.5℃~105℃±0.5℃。

11.2.2 天平:精度为 0.01 g。

11.2.3 搅拌器:负载转速 11 000 r/min±300 r/min,转轴应装有直径约 25 mm 的单正弦波形的叶片,且凹面朝上。

11.2.4 搅拌杯:高 180 mm,上口内径 97 mm,下底内径 70 mm。

11.2.5 刮刀。

11.2.6 试剂瓶:带塞子或带盖的玻璃容器,用于盛盐水溶液。

11.2.7 直读式粘度计:Fann 35 型或同类产品。

11.2.8 钻井液养护罐:500 cm<sup>3</sup> 的带塞容器。

11.2.9 容量瓶:1000 cm<sup>3</sup>。

11.2.10 计时器:机械或电子型,精度为 1 s。

11.2.11 滤失仪:300 cm<sup>3</sup>~400 cm<sup>3</sup>,过滤面积为 45.6 cm<sup>2</sup>±0.6 cm<sup>2</sup>,带有压力源。

11.2.12 量筒:10 cm<sup>3</sup>±0.1 cm<sup>3</sup>、100 cm<sup>3</sup>±1 cm<sup>3</sup> 和 500 cm<sup>3</sup>±5 cm<sup>3</sup>。

11.3 试剂或材料

11.3.1 氯化钠:化学纯。

11.3.2 API 标准评价基准土。

11.3.3 碳酸氢钠:化学纯。

11.3.4 去离子水或蒸馏水。

11.3.5 消泡剂。

11.3.6 滤纸: Whatman 50 号滤纸或同类产品。

#### 11.4 去离子水中测试程序

11.4.1 制备 CMC-HVT 溶液。在搅拌器的搅拌下,在 60 s 内以均匀的速度向  $350\text{ cm}^3 \pm 5\text{ cm}^3$  去离子水中加入  $2.20\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  ( $6.29\text{ g/dm}^3 \pm 0.03\text{ g/dm}^3$ ) CMC-HVT。

注意:加入 CMC-HVT 时,应避开搅拌器转轴,以减少损失。

11.4.2 搅拌  $5\text{ min} \pm 6\text{ s}$  后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT。务必将粘在刮刀上的所有 CMC-HVT 混到溶液中。

11.4.3 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌,每隔 5 min 从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT。总搅拌时间等于  $20\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。

11.4.4 在  $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  下,将溶液在养护罐中养护 16 h。

11.4.5 养护后,在搅拌器上将溶液搅拌  $5\text{ min} \pm 6\text{ s}$ 。

11.4.6 将溶液倒入与直读式粘度计配套的样品杯中。在  $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  时测量粘度计 600 r/min 的读数。应在读数达到稳定后记录。

#### 11.5 $40\text{ g/dm}^3$ 盐水中测试程序

11.5.1 制备  $40\text{ g/dm}^3$  盐水。在一个洁净的烧杯中加入  $40\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$  氯化钠,用少量水溶解后转入  $1000\text{ cm}^3$  的容量瓶中,用去离子水稀释至刻度,摇匀备用。

11.5.2 制备 CMC-HVT 溶液。在搅拌器的搅拌下,在 60 s 内以均匀的速度向  $350\text{ cm}^3 \pm 5\text{ cm}^3$  的  $40\text{ g/dm}^3$  盐水中加入  $2.70\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  ( $7.72\text{ g/dm}^3 \pm 0.03\text{ g/dm}^3$ ) CMC-HVT。如产生泡沫较多可加入消泡剂。

11.5.3 搅拌  $5\text{ min} \pm 6\text{ s}$  后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 HV-CMC。务必将粘在刮刀上的所有 CMC-HVT 混到溶液中。

11.5.4 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌,每隔 5 min,从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT。总搅拌时间等于  $20\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。

11.5.5 在  $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  下,将溶液在养护罐中养护 16 h。

11.5.6 养护后,在搅拌器上将溶液搅拌  $5\text{ min} \pm 6\text{ s}$ 。

11.5.7 将溶液倒入与直读式粘度计配套的样品杯中。在  $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  时测量粘度计 600 r/min 的读数。应在读数达到稳定后记录。

#### 11.6 饱和盐水中测试程序

11.6.1 每  $100\text{ cm}^3 \pm 1\text{ cm}^3$  去离子水中加入  $40\text{ g} \sim 45\text{ g}$  氯化钠,在一个合适的容器中充分搅拌,配制足量体积的饱和盐水溶液。使溶液静置 1 h。将溶液缓慢倒出或过滤至储存容器中。

11.6.2 制备 CMC-HVT 溶液。在搅拌器的搅拌下,在 60 s 内以均匀的速度向  $350\text{ cm}^3 \pm 5\text{ cm}^3$  饱和盐水中加入  $2.50\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  ( $7.15\text{ g/dm}^3 \pm 0.03\text{ g/dm}^3$ ) CMC-HVT。

11.6.3 搅拌  $5\text{ min} \pm 6\text{ s}$  后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT。务必将粘在刮刀上的所有 CMC-HVT 混到溶液中。

11.6.4 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌。每隔 5 min,从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT,总搅拌时间为  $20\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。

11.6.5 在  $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  下,将溶液在养护罐中养护 16 h。

11.6.6 养护后,在搅拌器上将溶液搅拌  $5\text{ min} \pm 6\text{ s}$ 。

11.6.7 立即将溶液倒入与直读式粘度计配套的样品杯中。在 25℃±1℃时测量粘度计 600 r/min 的读数。应在读数达到稳定后记录。

11.7 滤失量测试程序

11.7.1 每 100 cm<sup>3</sup>±1 cm<sup>3</sup> 去离子水中加入 40 g~45 g 氯化钠,在一个合适的容器中充分搅拌,配制足量体积的饱和盐水溶液。使溶液静置 1 h。将溶液缓慢倒出或过滤至储存容器中。

11.7.2 基浆制备。向盛有 350 cm<sup>3</sup>±5 cm<sup>3</sup> 饱和盐水的搅拌杯中加入 1.0 g±0.1 g 碳酸氢钠并在搅拌器上搅拌约 1 min。

11.7.3 在搅拌器的搅拌下,缓慢加入 35.0 g±0.1 g API 标准评价基准土。

11.7.4 搅拌 5 min±6 s 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有评价土。务必将粘在刮刀上的所有评价土混到悬浮液中。

11.7.5 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌,每隔 5 min,从搅拌器上取下搅拌杯刮下粘在杯壁上的所有评价土。总搅拌时间等于 20 min±1 min。

11.7.6 在搅拌器的搅拌下,在 60 s 内,以均匀的速度向悬浮液中加入 3.15 g±0.01 g (9.01 g/dm<sup>3</sup>±0.03 g/dm<sup>3</sup>) CMC-HVT。

11.7.7 搅拌 5 min±6 s 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT。务必将粘在刮刀上的所有 CMC-HVT 混到悬浮液中。

11.7.8 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌,每隔 5 min,从搅拌器上取下搅拌杯刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT。总搅拌时间等于 20 min±1 min。

11.7.9 在 25℃±1℃下,将悬浮液在养护罐中养护 2 h±5 min。

11.7.10 养护后,在搅拌器上将悬浮液搅拌 5 min±6 s。

11.7.11 立即将 CMC-HVT 处理的悬浮液倒入滤失仪样品杯中,将悬浮液倒至离样品杯顶端 13 mm 以内,组装滤失仪样品杯,并将其安装在支架上,关闭减压阀,在排液管下放一烧杯或量筒。

11.7.12 将一个计时器定在 7 min30 s±6 s,而另一个定在 30 min±6 s,在 15 s 内同时启动两个计时器,并将样品杯压力调至 690 kPa±35 kPa。压力由压缩的空气,氮气或氦气提供。

11.7.13 在第一个计时器的 7 min30 s±6 s 时,移开烧杯并除去粘附在排液管端的液滴。在排液管下放一个干燥的 10 cm<sup>3</sup> 的量筒,继续收集滤液至第二个计时器的 30 min 终点,取下量筒并记录收集的滤液体积。

11.7.14 滤失量计算方法:

按(41)式计算滤失量:

$$FL = 2 \times V_c \dots\dots\dots(41)$$

式中: FL——滤失量,cm<sup>3</sup>;

V<sub>c</sub>——在 7 min30 s 至 30 min 之间收集的滤液体积,cm<sup>3</sup>。

11.8 实验精度

各项平行测定值在表 23 允许差值范围内时取其算术平均值。

表 23 技术级高粘羧甲基纤维素实验精度

项 目	重 复 性	再 现 性	
粘度计 600 r/min 读值	去离子水中	2.4	4.8
	40 g/dm <sup>3</sup> 盐水中	2.1	5.8
	饱和盐水中	3.0	5.6
滤失量/cm <sup>3</sup>	0.6	1.9	

11.9 实验报告

实验报告单,其格式见附录 A。

## 11.10 检验规则

11.10.1 CMC-HVT 的取样,应在每批到货(60 t 以下)中随机抽取 5 袋~10 袋,每袋取样 30 g~50 g,合并后作为试样,每批总量不应少于 200 g。

11.10.2 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。

11.10.3 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 22 的规定时,应进行复验,复验结果仍不符合表 22 规定的技术指标时,则该产品为不合格品。

11.10.4 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。

## 11.11 包装、标志及质量检验单

## 11.11.1 包装

11.11.1.1 CMC-HVT 的包装袋应具有足够的强度,最少应有两层,外层为三合一复合包装袋,内层为薄膜袋,以达到防潮和不被破损的要求。

11.11.1.2 包装袋的内外层封口应分别单独捆扎。

11.11.1.3 每袋净重 25 kg,允许误差为 2%,但在每批产品中任意抽检 40 袋,其平均应不少于 25 kg。

## 11.11.2 标志

11.11.2.1 包装袋上方应印有粗体醒目的标志:“技术级高粘羧甲基纤维素”(也可用 CMC-HVT)字样,袋下方应印有生产厂家、出厂批号、标准代号等。

11.11.2.2 生产厂的商标和每袋净装量应分别印在外层的中部和下方。

## 11.11.3 质量检验单

11.11.3.1 每批产品应附有该产品的质量检验单,其格式见附录 B。

11.11.3.2 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。

## 12 淀粉

## 12.1 概述

12.1.1 淀粉是由几种天然淀粉生产的。淀粉应是可冷水水化的(预胶化的),并且还可能用适合作水基钻井液降滤失剂的方法进行深度处理。

12.1.2 按本标准提供的钻井液用淀粉为自由流动或颗粒状的粉末,其质量应符合表 24 的技术指标。

## 12.2 仪器或设备

12.2.1 搅拌器:负载转速  $11000 \text{ r/min} \pm 300 \text{ r/min}$ ,转轴应装有直径约 25 mm 的单正弦波形的叶片,并且凹面朝上。

表 24 淀粉技术指标

性 能		指 标
粘度计 600 r/min 读数	$\leq$ 40 g/dm <sup>3</sup> 盐水中	18
	饱和盐水中	20
滤失量/cm <sup>3</sup>	$\leq$ 40 g/dm <sup>3</sup> 盐水中	10
	饱和盐水中	10
2 mm 筛余		无

12.2.2 搅拌杯:高 180 mm,上口内径 97 mm,下底内径 70 mm。

12.2.3 密闭容器:容量约 500 cm<sup>3</sup>。

- 12.2.4 直读式粘度计: Fann 35 型或同类产品。
- 12.2.5 滤失仪: 容积为  $300\text{ cm}^3\sim 400\text{ cm}^3$ , 过滤面积为  $45.6\text{ cm}^2\pm 0.6\text{ cm}^2$ , 带有压力源。
- 12.2.6 容量瓶:  $1000\text{ cm}^3$ 。
- 12.2.7 刮刀。
- 12.2.8 温度计: 量程  $0\text{ }^\circ\text{C}\pm 0.5\text{ }^\circ\text{C}\sim 105\text{ }^\circ\text{C}\pm 0.5\text{ }^\circ\text{C}$ 。
- 12.2.9 天平: 精度为  $0.01\text{ g}$ 。
- 12.2.10 计时器: 机械或电子型, 精度为  $1\text{ s}$ 。
- 12.2.11 量筒:  $10\text{ cm}^3\pm 0.1\text{ cm}^3$ ,  $100\text{ cm}^3\pm 1\text{ cm}^3$  和  $500\text{ cm}^3\pm 5\text{ cm}^3$ 。
- 12.2.12 标准筛: 孔径为  $2\text{ mm}$ 。
- 12.3 试剂与材料
- 12.3.1 氯化钠: 化学纯。
- 12.3.2 碳酸氢钠: 化学纯。
- 12.3.3 API 标准评价基准土。
- 12.3.4 去离子水或蒸馏水。
- 12.3.5 滤纸: Whatman 50 号或同类产品。
- 12.4  $40\text{ g/dm}^3$  盐水中测试程序
- 12.4.1  $40\text{ g/dm}^3$  盐水的配制。在烧杯中加入  $40\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$  氯化钠, 用适量去离子水溶解, 倒入  $1000\text{ cm}^3$  容量瓶, 用去离子水稀释至刻度, 摇匀。
- 12.4.2 粘土基悬浮液制备: 向容器中加入  $350\text{ cm}^3\pm 5\text{ cm}^3$   $40\text{ g/dm}^3$  盐水, 加入  $1.0\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$  碳酸氢钠并在搅拌器上搅拌约  $1\text{ min}$ 。
- 12.4.3 在搅拌器搅拌下, 以均匀速度加入  $35.0\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$  API 标准评价基准土。
- 12.4.4 在搅拌  $5\text{ min}\pm 6\text{ s}$  后, 从搅拌器上取下搅拌杯, 用刮刀刮下粘在杯壁上的所有评价基准土。务必将粘在刮刀上的所有评价基准土混到悬浮液中。
- 12.4.5 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌, 每隔  $5\text{ min}$ , 需要从搅拌器上取下搅拌杯刮下粘在杯壁上的所有评价土。总搅拌时间等于  $20\text{ min}\pm 1\text{ min}$ 。
- 12.4.6 在搅拌器搅拌下, 在  $60\text{ s}$  内, 以均匀的速度向悬浮液中加入  $3.50\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$  ( $10.0\text{ g/dm}^3\pm 0.03\text{ g/dm}^3$ ) 淀粉。
- 12.4.7 在搅拌  $5\text{ min}\pm 6\text{ s}$  后, 从搅拌器上取下搅拌杯, 用刮刀刮下粘在杯壁上的所有淀粉。务必将粘在刮刀上的所有淀粉混到悬浮液中。
- 12.4.8 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌, 每隔  $5\text{ min}$ , 需要从搅拌器上取下搅拌杯刮下粘在杯壁上的所有淀粉。总搅拌时间等于  $20\text{ min}\pm 1\text{ min}$ 。
- 12.4.9 在  $25\text{ }^\circ\text{C}\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$  下, 将悬浮液在密闭容器中养护  $24\text{ h}$ 。
- 12.4.10 养护后, 在搅拌器上将悬浮液搅拌  $5\text{ min}\pm 6\text{ s}$ 。
- 12.4.11 将悬浮液倒入与直读式粘度计配套的样品杯中。在  $25\text{ }^\circ\text{C}\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$  下测量粘度计  $600\text{ r/min}$  读数。应在读数达到稳定后记录。
- 12.4.12 将悬浮液倒入滤失仪样品杯中, 在倒入悬浮液之前, 要保证滤失仪样品杯的所有部件都是干燥的, 并且密封圈没有变形或磨损。在  $25\text{ }^\circ\text{C}\pm 1\text{ }^\circ\text{C}$  下将悬浮液倒至离样品杯顶端  $13\text{ mm}$  以内, 组装滤失仪样品杯, 将滤失仪样品杯安装在支架上, 并关闭减压阀, 在排液管下放一容器。
- 12.4.13 将一个计时器定在  $7\text{ min}30\text{ s}\pm 6\text{ s}$ , 而另一个定在  $30\text{ min}\pm 6\text{ s}$ , 同时启动两个计时器, 并将样品杯压力调至  $690\text{ kPa}\pm 35\text{ kPa}$ 。这两步操作应在  $15\text{ s}$  内完成。压力应由压缩的空气, 氮气和氦气提供。
- 12.4.14 在第一个计时器的  $7\text{ min}30\text{ s}\pm 6\text{ s}$  时, 移开容器并除去粘附在排液管端的液滴。在排液管下放一个干燥的  $10\text{ cm}^3$  量筒, 继续收集滤液至第二个计时器的  $30\text{ min}$  终点, 取下量筒并记录收集的滤液体积。

12.4.15 滤失量计算方法:

按(42)式计算淀粉处理的悬浮液的滤失量:

$$FL = 2 \times V_c \dots\dots\dots(42)$$

式中:  $FL$ ——滤失量,  $\text{cm}^3$ ;

$V_c$ ——在 7 min30 s 至 30 min 之间收集的滤液体积,  $\text{cm}^3$ 。

12.5 饱和盐水中测试程序

12.5.1 每  $100 \text{ cm}^3 \pm 1 \text{ cm}^3$  去离子水中加入 40 g~45 g 氯化钠, 在一个合适的容器中充分搅拌, 配制足量体积的饱和盐水溶液。使溶液静置约 1 h。将溶液缓慢倒出至储存容器中。

12.5.2 粘土基悬浮液制备: 在搅拌容器中加入  $350 \text{ cm}^3 \pm 5.0 \text{ cm}^3$  饱和盐水溶液。加入  $1.0 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$  碳酸氢钠, 并在搅拌器上搅拌约 1 min。

12.5.3 在搅拌器搅拌下, 向搅拌杯中以均匀速度加入  $35.0 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$  API 标准评价基准土。

12.5.4 搅拌 5 min $\pm$ 6 s 后, 从搅拌器上取下搅拌杯, 用刮刀刮下粘在杯壁上的所有评价土。务必将粘在刮刀上的所有评价土混到悬浮液中。

12.5.5 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌。每隔 5 min, 需要从搅拌器上取下搅拌杯, 刮下粘在杯壁上的所有评价土, 总搅拌时间应等于 20 min $\pm$ 1 min。

12.5.6 在搅拌器的搅拌下, 在 60 s 内以均匀的速度向悬浮液中加入  $3.50 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$  ( $10.0 \text{ g}/\text{dm}^3 \pm 0.03 \text{ g}/\text{dm}^3$ ) 淀粉。

12.5.7 搅拌 5 min $\pm$ 6 s 后, 从搅拌器上取下搅拌杯, 用刮刀刮下粘在杯壁上的所有淀粉。务必将粘在刮刀上的所有淀粉混到悬浮液中。

12.5.8 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌, 每隔 5 min, 需要从搅拌器上取下搅拌杯, 刮下粘在杯壁上的所有淀粉。加淀粉后的总搅拌时间应等于 20 min $\pm$ 1 min。

12.5.9 在  $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  下, 将悬浮液在密闭容器中养护 24 h $\pm$ 5 min。

12.5.10 养护后将悬浮液在搅拌器上搅拌 5 min $\pm$ 6 s。

12.5.11 将悬浮液倒入与直读式粘度计配套的样品杯中。在  $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  下测量粘度计 600 r/min 的读数, 应在读数达到稳定后记录。

12.5.12 将悬浮液倒入滤失仪样品杯中。在倒入悬浮液之前, 要保证滤失仪样品杯的所有部件都是干燥的, 并且密封圈没有变形或磨损。在  $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$  将悬浮液倒至离样品杯顶端 13 mm 以内。组装滤失仪样品杯。将滤失仪样品杯安装在支架上, 并关闭减压阀。在排液管下放一容器。

12.5.13 将一个计时器定在 7 min30 s $\pm$ 6 s, 而另一个定在 30 min $\pm$ 6 s, 同时启动两个计时器, 并将样品杯压力调至  $690 \text{ kPa} \pm 35 \text{ kPa}$ 。这两步操作应在 15 s 内完成。压力应由压缩的空气, 氮气和氦气提供。

12.5.14 在第一个计时器的 7 min30 s $\pm$ 6 s 时, 移开容器并除去粘附在排液管端的液滴。在排液管下放一个干燥的  $10 \text{ cm}^3$  量筒, 继续收集滤液至第二个计时器的 30 min 终点, 取下量筒并记录收集的滤液体积。

12.5.15 滤失量计算方法:

按(43)式计算淀粉处理的悬浮液的滤失量:

$$FL = 2 \times V_c \dots\dots\dots(43)$$

式中:  $FL$ ——滤失量,  $\text{cm}^3$ ;

$V_c$ ——在 7 min30 s 至 30 min 之间收集的滤液体积,  $\text{cm}^3$ 。

12.6 2 mm 筛余测试程序

12.6.1 称取  $25 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$  淀粉, 将淀粉转移至 2 mm 筛中。

12.6.2 最多筛 5 min。

12.6.3 记录有无筛余。

12.7 精度要求



各项平行测定值在表 25 允许差值范围内时取其算术平均值。

表 25 淀粉实验精度

项 目		重复性	再现性
粘度计 600 r/min 读值	40 g/dm <sup>3</sup> 盐水中	2.0	7.1
	饱和盐水中	1.5	4.9
滤失量/cm <sup>3</sup>	40 g/dm <sup>3</sup> 盐水中	0.7	2.3
	饱和盐水中	0.6	1.5

## 12.8 实验报告

实验报告单,其格式见附录 A。

## 12.9 检验规则

12.9.1 淀粉的取样,应在每批到货(60 t 以下)中随机抽取 5 袋~10 袋,每袋取样 30 g~50 g,合并后作为试样,每批总量不应少于 200 g。

12.9.2 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。

12.9.3 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 24 的规定时,应进行复验,复验结果仍不符合表 24 规定的技术指标时,则该产品为不合格品。

12.9.4 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。

## 12.10 包装、标志及质量检验单

### 12.10.1 包装

12.10.1.1 淀粉的包装应具有足够的强度,最少应有两层。外层为编织袋,内层为薄膜袋,以达到防潮和不破损的要求。

12.10.1.2 包装袋的内外层封口应分别单独捆扎。

12.10.1.3 每袋净重 25 kg,允许误差为±2%。但在每批产品中任意抽查 40 袋,其平均值应不少于 25 kg。

### 12.10.2 标志

12.10.2.1 包装袋上方印有粗体醒目的标志:预胶化淀粉或羧甲基淀粉等名称。袋下方印有生产厂家、出厂批号、标准代号等。

12.10.2.2 生产厂的商标和每袋净重量应分别印在外层的中部或下方。

附 录 A  
(标准的附录)  
产品实验报告格式

## A1 钻井液用重晶石粉实验报告

委托单位: 报告编号:  
实验编号: 收样日期: 年 月 日  
生产厂名称: 实验日期: 年 月 日  
取样日期: 年 月 日 取样人:

实验项目	指 标	实验结果
密度/(g/cm <sup>3</sup> )	≥ 4.20	
水溶性碱+金属(以钙计)/(mg/kg)	≤ 250	
75 μm 筛余/(m/m)	≤ 3.0	
小于 6 μm 颗粒/(m/m)	≤ 30	

审核: 分析人: 年 月 日

## A2 钻井液用铁矿粉实验报告

委托单位: 报告编号:  
实验编号: 收样日期: 年 月 日  
生产厂名称: 实验日期: 年 月 日  
取样日期: 年 月 日 取样人:

实验项目	指 标	实验结果
密度/(g/cm <sup>3</sup> )	≥ 5.05	
水溶性碱+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	

审核: 分析人: 年 月 日

## A3 钻井液用钻井膨润土实验报告

委托单位: 报告编号:  
实验编号: 收样日期: 年 月 日  
生产厂名称: 实验日期: 年 月 日  
取样日期: 年 月 日 取样人:

实验项目	指 标	实验结果
粘度计 600 r/min 读数	≥ 30	
屈服值, 塑性粘度	≤ 3	
滤失量, cm <sup>3</sup>	≤ 15.0	
75 μm 筛余, (m/m)	≤ 4.0	

审核: 分析人: 年 月 日

**A4 钻井液用未处理膨润土实验报告**

委托单位： 报告编号：  
 实验编号： 收样日期： 年 月 日  
 生产厂名称： 实验日期： 年 月 日  
 取样日期： 年 月 日 取样人：

实验项目	指 标	实验结果
屈服值,塑性粘度 $\leq$	1.5	
分散后的塑性粘度,MPa $\geq$	10	
分散后的滤失量,cm <sup>3</sup> $\leq$	12.5	

审核： 分析人： 年 月 日

**A5 钻井液用 OCMA 膨润土实验报告**

委托单位： 报告编号：  
 实验编号： 收样日期： 年 月 日  
 生产厂名称： 实验日期： 年 月 日  
 取样日期： 年 月 日 取样人：

实验项目	指 标	实验结果
粘度计 600 r/min 读值 $\geq$	30	
屈服值,塑性粘度 $\leq$	6	
滤失量,cm <sup>3</sup> $\leq$	16.0	
75 $\mu$ m 筛余,%(m/m) $\leq$	2.5	
水分%(m/m) $\leq$	13.0	

审核： 分析人： 年 月 日

**A6 钻井液用凹凸棒土实验报告**

委托单位： 报告编号：  
 实验编号： 收样日期： 年 月 日  
 生产厂名称： 实验日期： 年 月 日  
 取样日期： 年 月 日 取样人：

实验项目	指 标	实验结果
粘度计 600 r/min 读数 $\geq$	30	
水分%(m/m) $\leq$	16.0	
75 $\mu$ m 筛余,%(m/m) $\leq$	8.0	

审核： 分析人： 年 月 日

**A7 钻井液用海泡石实验报告**

委托单位： 报告编号：  
 实验编号： 收样日期： 年 月 日  
 生产厂名称： 实验日期： 年 月 日  
 取样日期： 年 月 日 取样人：

实验项目	指 标	实验结果
粘度计 600 r/min 读数 $\geq$	30	
水份 % (m/m) $\leq$	16.0	
75 $\mu$ m 筛余, % (m/m) $\leq$	8.0	

审核： 分析人： 年 月 日

**A8 钻井液用技术级低粘羧甲基纤维素(CMC-LVT)实验报告**

委托单位： 报告编号：  
 实验编号： 收样日期： 年 月 日  
 生产厂名称： 实验日期： 年 月 日  
 取样日期： 年 月 日 取样人：

试验项目	指 标	实验结果
粘度计 600 r/min 读数 $\leq$	90	
滤失量, cm <sup>3</sup> $\leq$	10	

审核： 分析人： 年 月 日

**A9 钻井液用技术级高粘羧甲基纤维素(CMC-HVT)实验报告**

委托单位： 报告编号：  
 实验编号： 收样日期： 年 月 日  
 生产厂名称： 实验日期： 年 月 日  
 取样日期： 年 月 日 取样人：

试验项目	指 标	实验结果
粘度计 600 r/min 读数	去离子水中 $\geq$	30
	40 g/dm <sup>3</sup> 盐水中 $\geq$	30
	饱和盐水中 $\geq$	30
滤失量/cm <sup>3</sup> $\leq$	10	

审核： 分析人： 年 月 日



**B3 钻井液用钻井膨润土产品质量检验单**

发往单位： 合同号：  
 数 量： 袋， t 运输方式：  
 出厂批号： 生产厂名称：

粘度计 600 r/min 读数	滤失量/cm <sup>3</sup>	75 μm 筛余/(m/m)	屈服值/塑性粘度

检验员： 年 月 日

**B4 钻井液用未处理膨润土产品质量检验单**

发往单位： 合同号：  
 数 量： 袋， t 运输方式：  
 出厂批号： 生产厂名称：

粘度计 600 r/min 读数	滤失量/cm <sup>3</sup>	75 μm 筛余/(m/m)	屈服值/塑性粘度

检验员： 年 月 日

**B5 钻井液用 OCMA 膨润土产品质量检验单**

发往单位： 合同号：  
 数 量： 袋， t 运输方式：  
 出厂批号： 生产厂名称：

粘度计 600 r/min 读数	屈服值/塑性粘度	滤失量/cm <sup>3</sup>	75 μm 筛余/(m/m)	水分/(m/m)

检验员： 年 月 日

**B6 钻井液用凹凸棒土产品质量检验单**

发往单位： 合同号：  
 数 量： 袋， t 运输方式：  
 出厂批号： 生产厂名称：

粘度计 600 r/min 读数	水分/(m/m)	75 μm 筛余/(m/m)

检验员： 年 月 日

**B7 钻井液用海泡石产品质量检验单**

发往单位： 合同号：  
 数 量： 袋， t 运输方式：  
 出厂批号： 生产厂名称：

粘度计 600 r/min 读数	水分/(m/m)	75 μm 筛余/(m/m)

检验员： 年 月 日

**B8 钻井液用技术级低粘羧甲基纤维素(CMC-LVT)产品质量检验单**

发往单位： 合同号：  
 数量： 袋， t 运输方式：  
 出厂批号： 生产厂名称：

粘度计 600 r/min 读数	滤失量/cm <sup>3</sup>

检验员： 年 月 日

**B9 钻井液用技术级高粘羧甲基纤维素(CMC-HVT)产品质量检验单**

发往单位： 合同号：  
 数量： 袋， t 运输方式：  
 出厂批号： 生产厂名称：

粘度计 600 r/min 读数			滤失量/cm <sup>3</sup>
去离子水中	40 g/dm <sup>3</sup> 盐水中	饱和盐水中	

检验员： 年 月 日

**B10 钻井液用淀粉产品质量检验单**

发往单位： 合同号：  
 数量： 袋， t 运输方式：  
 出厂批号： 生产厂名称：

粘度计 600 r/min 读值		滤失量/cm <sup>3</sup>		2 mm 筛余
40 g/dm <sup>3</sup> 盐水中	饱和盐水中	40 g/dm <sup>3</sup> 盐水中	饱和盐水中	

检验员： 年 月 日

**附录 C**  
 (标准的附录)  
 计算方法示例

**C1 密度计的校正**

密度计序 No.	温度 T/°C	读数 R	校正曲线斜率 Mc	校正曲线截距 Bc
99104	T <sub>1</sub> =26.0	R <sub>1</sub> =1.0017	0.260	8.46
	T <sub>2</sub> =31.0	R <sub>2</sub> =1.0004		

校验员： 日期：

应用(4)式：

$$Mc = \frac{1.0017 - 1.0004}{31.0 - 26.0} \times 1000 = 0.260$$

应用(5)式：

$$Bc = (0.2600 \times 26.0) + (1.0017 - 1) \times 1000 = 8.46$$

## C2 重晶石等效球状直径小于 6 μm 的颗粒

## C2.1 数据记录卡

密度计序号 No. ×××××

 $Mc$  0.260 $Bc$  8.46 $Ks$  1.629样品密度( $\rho$ ) 4.30 kg/m<sup>3</sup>样品质量( $m$ ) 80 g

时间 $t$ / min	温度 $T$ / °C	密度计读数 $H$	水的粘度 $\eta$ / (mPa·s)	有效深度 $L$ / cm	颗粒直径 $d_e$ / μm	细颗粒 $S$ / %	细颗粒 $S_6$ / %
10	26	1.0280	0.8792	8.9	8.5	42.6	
20	26	1.0210	0.8792	10.7	6.6	31.4	
30	26	1.0170	0.8792	11.8	5.7	24.7	
40	26	1.0140	0.8792	12.6	5.1	9.8	
							26.9

C2.2 由(6)式求样品常数  $Ks$ :

$$Ks = \frac{100 \times 4.30}{80 \times (4.30 - 1)} = 1.629$$

C2.3 20 min  $d_e$  读数计算方法由(7)式计算,等效直径  $d_e$ 

$$d_e = 17.5 \sqrt{\frac{0.872 \times 10.7}{(4.30 - 1) \times 20}} = 6.6 \mu\text{m}$$

由(8)式,计算细颗粒百分含量  $S$ 

$$S = 1.629 \times [(0.260 \times 26) - 8.46 + (1.021 - 1) \times 1000] = 1.629 \times (6.76 - 8.46 + 21.0) = 31.4\%$$

## C2.4 直径小于 6 μm 颗粒百分数计算方法

由(9)式求直径小于 6 μm 颗粒百分数  $S_6$ 

$$SH = 31.4$$

$$SL = 24.7$$

$$dH = 6.6$$

$$dL = 5.7$$

$$S_6 = \left( \frac{31.4 - 24.7}{6.6 - 5.7} \right) \times (6 - 5.7) + 24.7 = 26.9\%$$

## C3 赤铁矿等效球状直径小于 6 μm 的颗粒

## C3.1 数据记录卡

密度计序号 No. ×××××

 $Mc$  0.260 $Bc$  8.460 $Ks$  1.559样品密度( $\rho$ ) 5.05 kg/m<sup>3</sup>样品质量( $m$ ) 80 g



时间 $t$ / min	温度 $T$ / °C	密度计读数 $H$	水的粘度 $\eta$ / (mPa·s)	有效深度 $L$ / cm	颗粒直径 $d_e$ / $\mu\text{m}$	细颗粒 $S$ / %	细颗粒 $S_6$ / %
10	25.6	1.013 0	0.879 2	12.9	9.3	17.4	
20	25.0	1.010 0	0.890 4	13.7	6.8	12.5	
30	25.0	1.008 0	0.890 4	14.2	5.6	9.4	
							10.4

C3.2 由(17)式求样品常数  $K_s$ :

$$K_s = \frac{100 \times 5.05}{80 \times (5.05 - 1)} = 1.559$$

C3.3 20 min  $d_e$  读数计算方法:

由(18)式计算等效直径  $d_e$

$$d_e = 17.5 \sqrt{\frac{0.8904 \times 13.7}{(5.05 - 1) \times 20}} = 6.8 \mu\text{m}$$

由(19)式,计算细颗粒百分含量  $S$

$$S = 1.559 \times \{(0.260 \times 25.0) - 8.46 + [(1.010 - 1) \times 1000]\} = 1.559 \times (-1.96 + 10.0) = 12.5\%$$

C3.4 直径小于  $6 \mu\text{m}$  颗粒百分数计算方法

由(20)式求直径小于  $6 \mu\text{m}$  颗粒百分数  $S_6$

$$SH = 12.5$$

$$SL = 9.3$$

$$dH = 6.8$$

$$dL = 5.6$$

$$S_6 = \left( \frac{12.5 - 9.3}{6.8 - 5.6} \right) \times (6 - 5.6) + 9.4 = 10.4\%$$

## 附录 D

(标准的附录)

### 粘度效应的测定

D1 根据我国资源实际,重晶石粉密度大于  $4.00 \text{ g/cm}^3$ ,铁矿粉密度大于  $4.50 \text{ g/cm}^3$ ,其他技术指标符合表 1、表 6 时,均为合格品。为确保加重剂在钻井中的使用效果,建议对合格品进行粘度效应的测定,当其值在  $140 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  以下时可用,否则慎用。平行测定结果的精度要求在  $10 \text{ mPa} \cdot \text{s}$  以内。

D2 粘度效应指具有密度为  $2.50 \text{ g/cm}^3$  的重晶石粉或铁矿粉蒸馏水悬浮液,经搅拌并密封养护 24 h 后,该悬浮液在加入硫酸钙前后的表观粘度。

D3 取  $250 \text{ cm}^3$  蒸馏水配制密度为  $2.50 \text{ g/cm}^3$  的重晶石粉或铁矿粉蒸馏水悬浮液,其重晶石粉或铁矿粉用量可按式(D-1)求得:

$$m = \frac{375 \rho}{\rho - 2.50} \dots\dots\dots (D1)$$

式中:  $m$ ——重晶石粉或铁矿粉用量, g;

$\rho$ ——按本标准 3.4 测得的重晶石粉或 4.4 测得的铁矿粉密度,  $\text{g/cm}^3$ 。

D4 测定步骤

D4.1 在  $1 \text{ dm}^3$  搪瓷杯中加入  $250 \text{ cm}^3$  蒸馏水,在搅拌器搅拌下,称取已在  $105 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$  干燥 2 h 冷却后的试样(称准至  $0.1 \text{ g}$ ),用药勺逐渐加入,加毕后再搅拌 15 min(搅拌过程中至少要停两次,刮下粘附在容器壁上和搅拌器叶片上的试样),将搅拌后的悬浮液在  $25 \text{ °C} \pm 1 \text{ °C}$  下静置密闭养护 24 h。

**D4.2** 经密闭养护后的悬浮液用搅拌器搅拌 15 min,用钻井液密度计测悬浮液的密度,当测得的密度为  $2.50 \text{ g/cm}^3 \pm 0.02 \text{ g/cm}^3$  时,将悬浮液转入直读式粘度计的容器中,用玻璃棒搅匀后以 600 r/min 的转速测定悬浮液的表现粘度(因悬浮液沉降较快,在测定视粘度时应以其读值下降前的最大值为测定值)。若悬浮液的密度小于  $2.48 \text{ g/cm}^3$  或大于  $2.52 \text{ g/cm}^3$  时,应重新配置悬浮液,经搅拌、养护后测定。

**D4.3** 加入过 0.175 mm 孔径筛的无水硫酸钙 2.50 g 于测粘度后的悬浮液中,搅拌 5 min,在  $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$  下放置 30 min,再搅拌 15 min(搅拌过程中最少应停两次,刮下粘附在容器上和搅拌器叶片上的试样),将悬浮液转入直读式粘度计的容器中,以 600 r/min 的转速测定其表现粘度。

**D5 计算:**

未加硫酸钙和加硫酸钙的悬浮液,所测得的粘度计读数分别按式(D2)计算表现粘度:

$$AV = \frac{\phi_{600}}{2} \dots\dots\dots (D2)$$

式中: AV——悬浮液表现粘度, mPa·s;

$\phi_{600}$ ——转速为 600 r/min 时粘度计的读数, mPa·s。

**附 录 E**

(提示的附录)

**重晶石中的矿物杂质**

重晶石中一些附属矿物的存在,对某些钻井液可产生不良影响。这些附属矿石通常包括石膏、菱铁矿、白云岩和磁铁矿等天然矿物。

石膏在水中微溶并释放钙离子。钙离子是在本标准中已涉及到的碱土金属之一。其他矿物,如菱铁矿、白云岩和磁铁矿,在本标准中未涉及到,但对某些钻井液同样可产生不良影响。这些矿物尽管难溶于水,在氢氧根离子存在下,菱铁矿和白云岩释放出碳酸根离子。在高温下与高 pH 值共同作用下,磁铁矿释放出硫离子。

因为这些矿物的溶解是有一定条件的,所以并非所有钻井液都会受到它们的有害影响。因此限定它们在重晶石中含量的国际标准还未提出。当怀疑一种或若干种矿物影响泥浆性能时,可在 SY/T 6240—1996 中找到测定其在重晶石中含量的实验步骤。

**附 录 F**

(提示的附录)

**定义与缩略语**

**F1 定义**

对于本标准的目的,应用下列定义。

**F1.1 ACS 试剂级**

符合美国化学协会(ACS)规定的纯度标准的 ACS 级化学试剂。

**F1.2 凹面:**指经冲压发光的面,也指有凹痕的面。

**F2 缩写**

- ACS 美国化学协会
- API 美国石油协会
- ASTM 美国试验与材料学会

EDTA 乙二胺四乙酸

CAS 化学文摘社

CMC-HVT 技术级高粘羧甲基纤维素

---

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
钻 井 液 材 料 规 范  
GB/T 5005—2001

\*

中国标准出版社出版  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

\*

开本 880×1230 1/16 印张 3¼ 字数 98 千字  
2002年8月第一版 2002年8月第一次印刷  
印数 1—2 000

\*

书号:155066·1-18659

网址 [www.bzcbs.com](http://www.bzcbs.com)

版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 5005-2001