

ICS 73.080
Q 69



中华人民共和国国家标准

GB/T 27798—2011

有机膨润土

Organoclay

2011-12-30 发布

2012-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准依据 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国建筑材料联合会提出。

本标准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。

本标准起草单位：浙江华特新材料股份有限公司、浙江丰虹新材料股份有限公司、浙江大学、咸阳非金属矿研究设计院有限公司。

本标准主要起草人：王春伟、林鸿福、胡秀荣、雷建斌。

有机膨润土

1 范围

本标准规定了有机膨润土的术语和定义、分类、要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。本标准适用于膨润土经季铵盐等表面活性剂插层改性而制成的有机膨润土。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 262—2010 石油产品和烃类溶剂苯胺点和混合苯胺点测定法

GB/T 678 化学试剂 乙醇(无水乙醇)

GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 12590 化学试剂 正丁醇

GB/T 15894 化学试剂 石油醚

GB/T 16494 化学试剂 二甲苯

GB/T 19077.1 粒度分析 激光衍射法 第1部分:通则

JY/T 009 转靶多晶体 X 射线衍射方法通则

ASTM D2196—2010 用旋转(布鲁克菲尔德)黏度计测定非牛顿材料流变性性能试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

高黏度有机膨润土 high viscosity organoclay

在适用溶剂中需要高速剪切分散和添加醇类活化剂等分散剂形成高黏度凝胶的有机膨润土。

3.2

易分散有机膨润土 easy-dispersible organoclay

在适用溶剂中无需高速剪切分散但需添加少量醇类活化剂等分散剂可形成触变胶体的有机膨润土。

3.3

自活化有机膨润土 self-activating organoclay

在适用溶剂中无需高速剪切分散和添加醇类活化剂等分散剂可形成均匀分散体的有机膨润土。

3.4

表观黏度 apparent viscosity

非牛顿流体在剪切流动的过程中某一剪切力下剪切应力(σ)与剪切速率(γ)的比值。

3.5

剪切稀释指数 shear-thinning index

非牛顿流体黏度随剪切力增加而降低,低转速下的表观黏度与高 10 倍转速下的表观黏度的比值为剪切稀释指数。

4 分类、型号和等级

4.1 分类和型号

有机膨润土按功能和组分分为高黏度有机膨润土、易分散有机膨润土、自活化有机膨润土和高纯度有机膨润土四类。各类有机膨润土按插层表面活性剂亲水亲油平衡值不同分为低极性(I型)、中极性(II型)和高极性(III型)三个型号。

4.2 产品等级

高黏度有机膨润土、自活化有机膨润土和高纯度有机膨润土各分为一级品和二级品两个等级。

5 要求

5.1 高黏度有机膨润土

高黏度有机膨润土的质量指标应符合表 1 规定。

表 1 高黏度有机膨润土的质量指标

试验项目		I 型		II 型		III 型	
		一级品	二级品	一级品	二级品	一级品	二级品
表观黏度/(Pa·S)	≥	2.5	1.0	3.0	1.0	2.5	1.0
通过率(75 μm,干筛)/%	≥	95					
水分(105℃)/%	≤	3.5					

5.2 易分散有机膨润土

易分散有机膨润土的质量指标应符合表 2 规定。

表 2 易分散有机膨润土的质量指标

试验项目		I 型	II 型	III 型
剪切稀释指数	≥	5.5	6.0	5.0
通过率(75 μm,干筛)/%	≥	95		
水分(105℃)/%	≤	3.5		

5.3 自活化有机膨润土

自活化有机膨润土的质量指标应符合表 3 规定。

表 3 自活化有机膨润土的质量指标

试验项目	I 型		II 型		III 型	
	一级品	二级品	一级品	二级品	一级品	二级品
胶体率/% \geq	70	60	98	95	95	92
分散体粒度(D50)/ μm \leq	8	15	8	15	8	15
通过率(75 μm , 干筛)/% \geq	95					
水分(105 $^{\circ}\text{C}$)/% \leq	3.5					

5.4 高纯度有机膨润土

高纯度有机膨润土的质量指标应符合表 4 规定。

表 4 高纯度有机膨润土的质量指标

项 目	I 型		II 型		III 型	
	一级品	二级品	一级品	二级品	一级品	二级品
物相	X 射线衍射分析中不得检出除有机蒙脱石、石英和方英石以外其他矿物成分					
表观黏度/(Pa·s) \geq	2.5		3.0		2.5	
石英含量/% \leq	1.0	1.5	1.0	1.5	1.0	1.5
方英石含量/% \leq	1.0	1.5	1.0	1.5	1.0	1.5
通过率(75 μm , 干筛)/% \geq	95					
水分(105 $^{\circ}\text{C}$)/% \leq	3.5					

6 试验方法

6.1 试验条件

表观黏度、剪切稀释指数、胶体率试验在 20 $^{\circ}\text{C}$ ~25 $^{\circ}\text{C}$ 条件下进行。

6.2 表观黏度的测定

6.2.1 I 型有机膨润土表观黏度的测定

6.2.1.1 仪器设备

6.2.1.1.1 高速搅拌机: 转速范围为(0~8 000)r/min, 可手动调节, 锯齿形圆型分散盘, 直径 50 mm。

6.2.1.1.2 旋转式黏度计: NDJ-1 旋转型黏度计。也可以使用其他具有四种速度、表盘式(模拟)或数字式黏度计, 或者是带成套转子、具有多种转速的等效产品, 但应符合 ASTM D2196—2010 测试方法 A 的要求, 同时在试验报告中注明黏度计型号。

6.2.1.1.3 天平: 分度值不大于 0.01 g。

6.2.1.1.4 移液管: 5 mL, 分度值不大于 0.1 mL。

6.2.1.1.5 容器:内径约 80 mm、高约 120 mm 的不锈钢或其他耐溶剂、不易碎的材料制成的圆筒形容器。

6.2.1.2 试剂

6.2.1.2.1 石油醚:符合 GB/T 15894 Ⅲ类石油醚的要求。

6.2.1.2.2 二甲苯:符合 GB/T 16494 的要求。

6.2.1.2.3 石油醚二甲苯混合溶剂:900 g 石油醚和 100 g 二甲苯混合均匀,按 GB/T 262—2010 测定苯胺点,苯胺点应在 50 ℃~60 ℃。

6.2.1.2.4 95%乙醇:95 克符合 GB/T 678 分析纯要求的乙醇,加入 5 克三级蒸馏水混合均匀,密闭储存备用。

6.2.1.3 试验步骤

6.2.1.3.1 称取石油醚二甲苯混合溶剂 141.00 g 于洁净干燥的容器中,将容器置于高速搅拌机下,分散盘浸没至溶剂体积高度 1/3 处,开启高速搅拌机将转速慢慢调至 500 r/min,在此搅拌条件下加入 6.00 g 有机膨润土试样,将搅拌转速提高到 1 500 r/min 搅拌 3 min 后,再加入 95%乙醇溶液 3.8 mL 并搅拌 2 min,然后将搅拌转速提高到 3 000 r/min 继续搅拌 5 min。停止后取下容器。

6.2.1.3.2 将容器置于 NDJ-1 旋转式黏度计中测试黏度,用 4 号转子或根据黏度范围选定适应转子,放低黏度计直到转子轴杆上的凹槽(浸没标记)刚好接触到试料。必要时调节黏度计水平。在水平面上缓慢移动容器,使转子位于容器的近似中心,将黏度计测定转速调节到 60 r/min 或适应转速并让黏度计运转,转到 10 圈后读出表盘读数,表盘读数乘以该转子和转速相对应的系数为该转速下的表观黏度。

6.2.2 Ⅱ型有机膨润土表观黏度的测定

6.2.2.1 仪器设备

同 6.2.1.1。

6.2.2.2 试剂

6.2.2.2.1 二甲苯:符合 GB/T 16494 的要求。

6.2.2.2.2 95%乙醇:95 g 符合 GB/T 678 分析纯要求的乙醇,加入 5 g 三级蒸馏水混合均匀,密闭储存备用。

6.2.2.3 试验步骤

6.2.2.3.1 称取二甲苯溶剂 141.00 g 于洁净干燥的容器中,将容器置于高速搅拌机下,分散盘浸没至溶剂体积高度 1/3 处,开启高速搅拌机将转速慢慢调至 500 r/min,在此搅拌条件下加入 6.00 g 有机膨润土试样,将搅拌转速提高到 1 500 r/min 搅拌 3 min 后,再加入 95%乙醇溶液 3.8 mL 并搅拌 2 min,然后将搅拌转速提高到 3 000 r/min 继续搅拌 5 min。停止后取下容器。

6.2.2.3.2 同 6.2.1.3.2。

6.2.3 Ⅲ型有机膨润土表观黏度的测定

6.2.3.1 仪器设备

同 6.2.1.1。

6.2.3.2 试剂

6.2.3.2.1 二甲苯:符合 GB/T 16494 的要求。

6.2.3.2.2 正丁醇:符合 GB/T 12590 的要求。

6.2.3.2.3 二甲苯正丁醇混合溶剂:800 g 二甲苯和 200 g 正丁醇混合均匀,密闭储存备用。

6.2.3.3 试验步骤

6.2.3.3.1 称取二甲苯正丁醇混合溶剂 141.00 g 于洁净干燥的容器中,将容器置于高速搅拌机下,分散盘浸没至溶剂体积高度 1/3 处,开启高速搅拌机将转速慢慢调至 500 r/min,在此搅拌条件下加入 9.00 g 有机膨润土试样,将搅拌转速提高到 1 500 r/min 搅拌 3 min 后,再将搅拌转速提高到 3 000 r/min 继续搅拌 7 min。停止后取下容器。

6.2.3.3.2 同 6.2.1.3.2。

6.2.4 测量允许误差

取两次平行测定结果的算术平均值为报告值。两次测定值之差应不大于较大值的 10%,否则应重新测定。

6.3 通过率的测定

6.3.1 仪器设备

6.3.1.1 试验筛:筛孔直径 0.075 mm,应符合 GB/T 6003.1 的要求。

6.3.1.2 羊毛刷:毛长约 3 cm,刷宽约 5 cm。

6.3.1.3 黑纸:40 cm×40 cm。

6.3.1.4 天平:分度值不大于 0.001 g。

6.3.2 试验步骤

称取试样约 10 g,精确至 0.001 g。移入装有底盘的试验筛中,用羊毛刷轻刷试样,使试样通过筛孔收集在底盘,直至达到筛分终点。筛分终点的判定是在筛子下垫一张黑纸,轻刷试料,刷筛至没有在黑纸上留下痕迹,即为筛分终点。将所有筛下物移到已知质量的表面皿中称量,精确至 0.001 g。

6.3.3 计算方法

通过率按式(1)计算:

$$S = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

S——通过率,质量分数(%);

m_1 ——试样质量,单位为克(g);

m_2 ——筛下物质量,单位为克(g)。

6.3.4 测量允许误差

取两次平行测定结果的算术平均值为报告值。两次测定值之差应不大于 2%,否则应重新测定。

6.4 水分的测定

6.4.1 仪器设备

6.4.1.1 天平:分度值不大于 0.001 g。

6.4.1.2 烘箱:可控制在 105 °C±3 °C。

6.4.1.3 称量瓶:φ50 mm×30 mm。

6.4.2 试验步骤

将称量瓶在 105 ℃±3 ℃下烘干至恒重并称量,精确至 0.001 g,加入约 5 g 有机膨润土试样,将称量瓶和试样再次称量后在 105 ℃±3 ℃烘箱中烘干 2 h,取出在干燥器中冷却 30 min 后称量,精确至 0.001 g。

6.4.3 计算方法

水分按式(2)式计算:

$$W = \frac{m_3 - m_4}{m_3 - m_5} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

W ——水分,质量分数(%);

m₃ ——烘干前称量瓶和有机膨润土试样质量,单位为克(g);

m₄ ——烘干后称量瓶和有机膨润土的质量,单位为克(g);

m₅ ——称量瓶的质量,单位为克(g)。

6.4.4 测量允许误差

取两次平行测定结果的算术平均值为报告值。两次测定值之差应不大于 0.2%,否则应重新测定。

6.5 剪切稀释指数的测定

6.5.1 I型有机膨润土剪切稀释指数的测定

6.5.1.1 仪器设备

6.5.1.1.1 高速搅拌机:转速范围为(0~8 000)r/min,可手动调节,锯齿形圆型分散盘,直径 50 mm。

6.5.1.1.2 容器:内径约 80 mm、高约 120 mm 的不锈钢或其他耐溶剂、不易碎的材料制成的圆筒形容器。

6.5.1.1.3 天平:分度值不大于 0.01 g。

6.5.1.1.4 移液管:5 mL,分度值不大于 0.1 mL。

6.5.1.1.5 旋转黏度计:RVDV-II+pro 数字旋转型黏度计。也可以使用其他具有八种速度或者是带成套转子、具有多种转速的等效产品,但应符合 ASTM D2196—2010 测试方法 B 的要求,同时在试验报告中注明黏度计型号。

6.5.1.2 试剂

同 6.2.1.2。

6.5.1.3 试验步骤

6.5.1.3.1 称取石油醚二甲苯混合溶剂 141.00 g 于洁净干燥的容器中,将容器置于高速搅拌机下,分散盘浸没至溶剂体积高度 1/3 处,开启高速搅拌机,将转速慢慢调至 500 r/min,在此搅拌条件下加入 7.20 g 有机膨润土试样,将搅拌转速提高到 1 500 r/min 搅拌 3 min 后,再加入 95%乙醇溶液 2.5 mL 并搅拌 7 min,停止后取下容器。

6.5.1.3.2 将容器置于 RVDV-II+pro 数字旋转黏度计中测试黏度,预先自动校零,选定 4 号转子,并设定 6 r/min 和 60 r/min 两个转速,设置转动时间分别为 100 s 和 10 s,放低黏度计直到转子轴杆上

的凹槽(浸没标记)刚好接触到试样,必要时调节黏度计水平,在水平面上缓慢移动容器,使转子位于容器的近似中心,运转黏度计。将 6 r/min 时的表观黏度除以 60 r/min 时的表观黏度即为剪切稀释指数。

6.5.2 II型有机膨润土剪切稀释指数的测定

6.5.2.1 仪器设备

同 6.5.1.1。

6.5.2.2 试剂

同 6.2.2.2。

6.5.2.3 试验步骤

6.5.2.3.1 称取二甲苯溶剂 141.00 g 于洁净干燥的容器中,将容器置于高速搅拌机下,分散盘浸没至溶剂体积高度 1/3 处,开启高速搅拌机将转速慢慢调至 500 r/min,在此搅拌条件下加入 7.20 g 有机膨润土试样,将搅拌转速提高到 1 500 r/min 搅拌 3 min 后,再加入 95%乙醇溶液 2.5 mL 并搅拌 7 min,停止后取下容器。

6.5.2.3.2 同 6.5.1.3.2。

6.5.3 III型有机膨润土剪切稀释指数测定

6.5.3.1 仪器设备

同 6.5.1.1。

6.5.3.2 试剂

同 6.2.3.2。

6.5.3.3 试验步骤

6.5.3.3.1 称取按 6.2.3.2.3 配制的二甲苯正丁醇混合溶剂 141.00 g 于洁净干燥的容器中,将容器置于高速搅拌机下,分散盘浸没至溶剂体积高度 1/3 处,开启高速搅拌机,将转速慢慢调至 500 r/min,在此搅拌条件下加入 10.90 g 易分散型有机膨润土,将搅拌转速提高到 1 500 r/min 搅拌 10 min,停止后取下容器。

6.5.3.3.2 同 6.5.1.3.2。

6.5.4 测量允许误差

取两次平行测定结果的算术平均值为报告值。两次测定值之差应不大于较大值的 10%,否则应重新测定。

6.6 胶体率的测定

6.6.1 I型自活化有机膨润土胶体率的测定

6.6.1.1 仪器设备

6.6.1.1.1 高速搅拌机:转速范围为(0~8 000)r/min,可手动调节,锯齿形圆型分散盘,直径 50 mm。

6.6.1.1.2 容器:内径约 80 mm,高约 120 mm 的不锈钢或其他耐溶剂、不易碎的材料制成的圆筒形

容器。

6.6.1.1.3 天平:分度值不大于 0.01 g。

6.6.1.1.4 具塞刻度量筒:100 mL,内侧底部至 100 mL 刻度值处高 180 mm±5 mm。

6.6.1.2 试剂

同 6.2.1.2。

6.6.1.3 试验步骤

6.6.1.3.1 称取石油醚二甲苯混合溶剂 80.00 g 于洁净干燥容器中,将容器置于高速搅拌机下,分散盘浸没至溶剂体积高度 1/3 处,开启高速搅拌机,将转速慢慢调至 500 r/min,在此搅拌条件下加入 3.00 g 有机膨润土试样,然后将转速提高到 1 500 r/min 搅拌 5 min,再加入 67.00 g 石油醚二甲苯混合溶剂,搅拌 5 min 后停止搅拌,取下容器。

6.6.1.3.2 转移容器中的胶体到 100 mL 具塞刻度量筒中至 100 mL 刻度处,盖紧塞子,6 h 后记录胶体与澄清溶剂界面的刻度,为胶体率试验结果。

6.6.1.3.3 容器中的剩余胶体进行密封,供分散体粒度的测定用。

6.6.2 II型自活化有机膨润土胶体率的测定

6.6.2.1 仪器设备

同 6.6.1.1。

6.6.2.2 试剂

同 6.2.2.2。

6.6.2.3 试验步骤

6.6.2.3.1 称取二甲苯溶剂 80.00 g 于洁净干燥容器中,将容器置于高速搅拌机下,分散盘浸没至溶剂体积高度 1/3 处,开启高速搅拌机将转速慢慢调至 500 r/min,在此搅拌条件下加入 3.00 g 有机膨润土试样,然后将转速提高到 1 500 r/min 搅拌 5 min,再加入 67.00 g 二甲苯溶剂,搅拌 5 min 后停止搅拌取下容器。

6.6.2.3.2 同 6.6.1.3.2。

6.6.2.3.3 同 6.6.1.3.3。

6.6.3 III型自活化有机膨润土胶体率的测定

6.6.3.1 仪器设备

同 6.6.1.1。

6.6.3.2 试剂

同 6.2.3.2。

6.6.3.3 试验步骤

6.6.3.3.1 称取二甲苯正丁醇混合溶剂 80.00 g 于洁净干燥容器中,将容器置于高速搅拌机下,分散盘浸没至溶剂体积高度 1/3 处,开启高速搅拌机将转速慢慢调至 500 r/min,在此搅拌条件下加入 3.00 g 有机膨润土试样,然后将转速提高到 1 500 r/min 搅拌 5 min,再加入 67.00 g 二甲苯丁醇混合溶

剂,搅拌 5 min 后停止搅拌,取下容器。

6.6.3.3.2 同 6.6.1.3.2。

6.6.3.3.3 同 6.6.1.3.3。

6.6.3.4 测量允许误差

取两次平行测定结果的算术平均值为报告值。两次测定值之差应不大于较大值的 5%,否则应重新测定。

6.7 分散体粒度的测定

取 6.6 胶体率项目测定中的已分散好的胶体按附录 A 测定分散体粒度。

6.8 物相分析

按附录 B 进行。

6.9 石英、方英石含量的测定

按附录 B 进行。

7 检验规则

7.1 检验分类

7.1.1 出厂检验

7.1.1.1 高黏度型有机膨润土的出厂检验项目:表观黏度、通过率(75 μm ,干筛)、水分。

7.1.1.2 易分散型有机膨润土的出厂检验项目:剪切稀释指数、通过率(75 μm ,干筛)、水分。

7.1.1.3 自活化型有机膨润土的出厂检验项目:胶体率、分散体粒度、通过率(75 μm ,干筛)、水分。

7.1.1.4 高纯度型有机膨润土的出厂检验项目:表观黏度、通过率(75 μm ,干筛)、水分。

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,每一年进行一次;
- c) 原材料、工艺等发生较大变化,可能影响产品质量时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;
- e) 产品停产 6 个月以上恢复生产时;
- f) 国家质量监督机构或用户提出型式检验要求时。

7.2 组批

同一类别型号等级的有机膨润土以 20 t 为一批,不足 20 t 按一批计。

7.3 取样

以袋为取样单元。采用等距抽样,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包装袋中抽取不少于 50 g 试样,将每袋所取试样混合,组成混合试样。批量不足 20 袋时,适当增加每袋的取样量,使总试样量不少于 1 kg。

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12个月以备复查。

7.5 判定规则

产品的各项质量指标全部符合第5章的要求时,判定该批产品合格。当产品的某项质量指标不符合第5章的要求时,应重新抽样复验不合格项,若复验结果全部符合第5章的要求时,仍判定该批产品合格;若复验结果至少有一项不符合第5章的要求时,则判定该批产品不合格。

8 标志

有机膨润土产品外包装上应标明产品名称、净重、生产厂名、厂址、本标准编号和防雨防潮标识。

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、生产厂名称和批号,并加盖制造企业检验部门的公章及检验人员印记。

9 包装、运输与贮存

9.1 包装

有机膨润土产品采用纸袋、塑料袋或覆膜袋包装,每袋净重 $20\text{ kg}\pm 0.20\text{ kg}$ 或 $25\text{ kg}\pm 0.25\text{ kg}$ 。

9.2 运输与贮存

搬运包装件时禁用手钩,禁止翻滚。运输和贮存应注意防雨、防潮。

9.3 保质期

产品自生产之日起,在符合上述贮运条件、包装完好的情况下,保质期为12个月。超过保质期经检验合格后仍可使用。

附录 A
(规范性附录)
分散体粒度测定-激光衍射法

A.1 方法原理

一个有代表性的粉体试样,以适当浓度在流(液)体介质中充分的分散(颗粒之间相互分离,不团聚)后,当一束单色光(激光)照射分散的粉体时,便会产生光散射现象。由多元探测器测量并纪录散射光强分布的能量信号并进行光电转换处理,将光强分布的能量(光电)信息转换成粒度信息,再经计算机对该信息进行计算和处理(根据弗朗合费衍射理论或 Mie 散射理论),便可以得到被测试样的粒度分布。

A.2 仪器设备

A.2.1 激光粒度分析仪(主机):具备光学系统、样品分析系统、信号采集系统;满足湿法粒度分析,符合 GB/T 19077.1 规定的要求。

A.2.2 计算机:完成数据处理并显示打印测试结果。

A.3 试验条件和仪器校准

A.3.1 试验环境

试验仪器应放置于清洁卫生、通风良好,无腐蚀性气体,室温在 5℃~35℃ 的房间内。室内相对湿度不大于 85%,应避免阳光直射。

A.3.2 仪器校准

A.3.2.1 有下列情况之一者应进行仪器校准:

- 首次使用前;
- 仪器维修后;
- 测试 300 个样品后。

A.3.2.2 仪器的校准采用国家颗粒级配标准样品 GBW(E)120021-120031 校验。校验的粒径点不少于 3 个,对应颗粒百分含量的测量值与标准值的绝对误差应小于 3%。

A.4 测试步骤

A.4.1 开机

A.4.1.1 检查仪器(粒度仪和计算机)的各部状态及(确认)供电状况是否正常。

A.4.1.2 打开仪器(粒度仪和计算机)电源,使激光粒度分析仪预热 20 min 以上。

A.4.1.3 把激光束中心与环型光电探测器中心调成一致。

A.4.1.4 运行仪器软件系统,输入样品名称、编号和折射率,同时输入该样品分散用溶剂的折射率等有关信息,使系统进入联机状态。

A.4.2 背景测量

A.4.2.1 取 6.6 胶体率项目中分散该样品的溶剂加入样品分析系统的样品池中,反复开关循环泵几次,排除气泡。

A.4.2.2 单击“测试”菜单的“背景测量”,完成背景测量。

A.4.3 样品测试

A.4.3.1 在样品分析系统的样品池中缓慢加入取自 6.6 胶体率试验项目中已分散的胶体试样,至屏幕显示遮光比在 10%~25%时停止加入。

A.4.3.2 单击“测试”菜单的“样品测量”,进入自动测量。

A.5 测试结果输出和保存

A.5.1 测试完毕后,计算机自动记录并保存测试结果,也可由打印机打印输出分析结果,取中位数粒径 D₅₀ 读数为粒度测试结果。

A.5.2 测试完毕,应及时排出被测样品,将样品池和管道清洗干净。

A.6 测量允许误差

取两次平行测定结果的算术平均值为报告值。两次测定值之差应不大于较大值的 10%,否则应重新测定。

A.7 测试报告

测试报告应包括以下内容:

- a) 样品的名称、编号和折射率;
- b) 溶剂的名称和折射率;
- c) 激光粒度分析仪:
 - 仪器类型和编号;
 - 最近校准仪器的日期;
 - 测试时的遮光比;
 - 光源,功率,波长。

附录 B

(规范性附录)

有机膨润土 X 射线衍射分析方法

B.1 方法原理

有机膨润土的主要组分是有机蒙脱石,蒙脱石经季胺盐等表面活性剂插层改性制成有机蒙脱石后,021 特征衍射峰在 19.7° 处保持不变,001 特征衍射峰从 6.3° 向小角度偏移至 $2.5^\circ\sim 3.5^\circ$ 。

石英(Quartz)和方英石(Cristobalite)在膨润土中是蒙脱石的伴生矿物,它们有相同的化学组分二氧化硅(SiO_2),但有不同的晶体结构,表现在 X 射线衍射图谱上有不同的特征衍射谱线,见表 B.1。

表 B.1 石英和方英石 X 射线衍射特征峰

矿物	衍射峰 $2\theta/^\circ$		
	第一特征峰	第二特征峰	第三特征峰
石英	26.64	20.86	50.13
方英石	21.98	36.08	31.46

用 X 射线衍射分析方法测定其中方英石(方英石的特征衍射峰,衍射角 2θ 为 21.98° ,晶面间距 d_{101} 为 4.05\AA),石英(石英的特征衍射峰衍射角 2θ 为 26.64° ,晶面间距 d_{101} 为 3.34\AA)的特征衍射峰的峰面积,以峰面积作纵坐标,石英或方英石的相对含量作横坐标,作标准工作曲线,利用 SiO_2 各晶相特征衍射峰的峰面积和 SiO_2 各晶相相对含量间的关系,即可从各样品的相应衍射峰的峰面积求得其中方英石和石英的相对含量。并利用蒙脱石的特征衍射峰(021 衍射峰,衍射角 2θ 为 19.7° ,晶面间距 d_{021} 为 4.50\AA)在相应的有机膨润土样品中基本不变的特性,将此特征衍射峰作为内标用以校准实验过程中所引起的衍射峰强度值的变化(主要是不同样品由于样品装填量的不同和不同测试阶段由于仪器本身引起的强度值的变化)。

B.2 物相分析

B.2.1 仪器设备

多晶 X 射线衍射仪:符合 JY/T 009 规定的要求并配备有相应的 X 射线分析软件和 PDF 数据库。

B.2.2 试验步骤

B.2.2.1 样品装填

将试样均匀地装入玻璃样品板或铝制样品板中,用载玻片压紧、压平试样,使样品面与样品板表面保持水平。

B.2.2.2 样品测试

按 JY/T 009 规定的步骤进行分析,仪器工作条件为:功率 40 kV , $40\text{ mA}\sim 250\text{ mA}$; CuK 。辐射;扫描范围(2θ) $18.5^\circ\sim 27.0^\circ$,步宽 0.02° ,阶梯扫描,固定时间 $3.0\text{ s}\sim 30.0\text{ s}$ 。

B. 2.3 数据处理

将分析获取的衍射峰数据进行物相分析,检查是否出现除有机蒙脱石、石英和方英石以外的的其他矿物组分。

B. 3 石英和方英石含量的测定

B. 3.1 仪器设备

B. 3.1.1 多晶 X 射线衍射仪:符合 JY/T 009 规定的要求。

B. 3.1.2 数据处理软件:X 射线衍射分析软件。

B. 3.2 试验步骤

同 B. 2. 2。

B. 3.3 数据处理

石英的特征衍射峰衍射角 2θ 是 26.64° ,晶面间距 d_{101} 是 3.34\AA ,方英石的的特征衍射峰衍射角 2θ 是 21.98° ,晶面间距 d_{101} 是 4.05\AA ,有机蒙脱石衍射峰衍射角 2θ 是 19.7° ,晶面间距 d_{021} 是 4.50\AA 。用 X 射线衍射分析软件处理得到的衍射数据,计算扣除背底后各特征衍射峰的峰面积值 A_Q, A_C, A_M 。

B. 3.4 计算公式

石英含量按式(B. 1)计算。

方英石含量按式(B. 2)计算。

$$w(Q) = 9.77 \times A_Q/A_M + 0.17 \quad \dots\dots\dots(B. 1)$$

$$w(C) = 12.02 \times A_C/A_M + 0.41 \quad \dots\dots\dots(B. 2)$$

式中:

$w(Q)$ ——石英含量,质量分数(%);

A_Q ——石英特征衍射峰面积;

A_M ——有机蒙脱石特征衍射峰面积;

$w(C)$ ——方英石含量,质量分数(%);

A_C ——方英石特征衍射峰面积。

B. 3.5 测量允许误差

取两次平行测定结果的算术平均值为报告值。两次测定值之差应不大于 0.3%,否则应重新测定。