

江苏省地方标准

DB32/T 3668-2019

凹凸棒石粘土矿分级规范

Grading Rules for Attapulgite Clay

2019-12-04 发布

2019-12-25 实施

江苏省市场监督管理局 发布

目 录

前 言..... II

1 范围 1

2 规范性引用文件..... 1

3 术语和定义..... 1

 3.1 凹凸棒石粘土矿..... 1

4 分级和要求..... 1

 4.1 胶体级凹凸棒石粘土矿..... 1

 4.2 吸附级凹凸棒石粘土矿..... 2

5 取样和制样..... 2

 5.1 仪器、设备及试剂..... 2

 5.2 取样规则..... 2

 5.3 制样方法..... 3

6 试验方法..... 3

 6.1 粘度的测定..... 3

 6.2 脱色率的测定..... 4

 6.3 含水量的测定..... 4

 6.4 含砂量的测定..... 4

 6.5 凹凸棒石含量的测定..... 5

7 检验规则..... 6

 7.1 出厂检验..... 6

 7.2 判定规则..... 6

8 标志、运输和储存..... 6

 8.1 标志..... 5

 8.2 运输和储存..... 5

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 规则编写。

本标准由江苏省盱眙凹凸棒石粘土行业协会提出。

本标准由江苏省市场监督管理局归口。

本标准主要起草单位：江苏省盱眙凹凸棒石粘土行业协会、盱眙中科院凹土应用技术研发与产业化中心、江苏省凹土材料产品检测技术重点实验室、全国非金属矿产品及制品标准化技术委员会凹土工作组、江苏省盐化工标准化技术委员会、江苏都梁矿业集团有限公司。

本标准主要起草人：郑茂松、臧垚、张平、吴彬、郑达俊、孔繁星、蒋靖。

凹凸棒石粘土矿分级规范

1 范围

本标准规定了胶体级凹凸棒石粘土矿和吸附级凹凸棒石粘土矿分级的主要指标、分级实验方法和规则要求。

本标准适用于胶体级凹凸棒石粘土矿和吸附级凹凸棒石粘土矿品质分级。

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 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第1部分：吸附水量测定
- GB 29225-2012 食品安全国家标准 食品添加剂 凹凸棒粘土

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 凹凸棒石粘土矿

凹凸棒石粘土矿是以凹凸棒石为主要组分的一种粘土矿，凹凸棒石含量应不小于 20 %，除凹凸棒石外，常含有蒙脱石、高岭石、白云石、石英、长石等矿物。其中，凹凸棒石粘土矿中的氧化镁含量应符合 GB29225-2012 之规定：用 X 射线荧光光谱仪测定氧化镁的质量分数不小于 6 %。

4 分级和要求

4.1 胶体级凹凸棒石粘土矿

表 1 胶体级凹凸棒石粘土矿级别划分及要求

矿区品级	粘度 (mPa. s)	含水量 (%)	凹凸棒石含 量 (%)	含砂 量 (%)
特级	≥2500	≤37	≥20	≤8
一级	≥2000， <2500	≤37	≥20	≤8
二级	≥1500， <2000	≤37	≥20	≤8
三级	≥1000， <1500	≤37	≥20	≤8
四级	≥500， <1000	≤37	≥20	≤8
注：表中所述含水量指的是对未经处理的原矿样品进行测试。				

4.2 吸附级凹凸棒石粘土矿

表 2 吸附级凹凸棒石粘土矿级别划分及要求

矿石品级	脱色率 (%)	含水量 (%)	凹凸棒石含量 (%)
特级	≥ 90	≤ 37	≥ 20
一级	$\geq 80, < 90$	≤ 37	≥ 20
二级	$\geq 70, < 80$	≤ 37	≥ 20
三级	$\geq 60, < 70$	≤ 37	≥ 20
注：表中所述含水量指的是对未经处理的原矿样品进行测试。			

5 取样和制样

5.1 仪器、设备及试剂

本部分所使用的水均为符合 GB/T 6682 规定的分析实验室用水。

5.1.1 剪切式粉碎机：最小粉碎至粒径小于 5 mm。

5.1.2 对辊破碎机：两辊最小间隙小于 2 mm。

5.1.3 真空干燥箱：最大工作温度大于 150 °C。

5.1.4 马弗炉：最大工作温度大于 800 °C。

5.1.5 150 目标准筛、200 目标准筛：符合 GB/T 6003.1 规定。

5.1.6 玛瑙研钵。

5.1.7 浓硫酸：分析纯。警告——浓硫酸为强腐蚀性试剂，必须严格按照规定使用和保管。

5.2 取样规则

5.2.1 矿层取样采用刻槽法

样槽的布置原则是样槽的延伸方向应与矿体的厚度方向或矿产质量变化的最大方向相一致，同时，应穿过矿体的全部厚度。样槽断面的形状为长方形。确定断面尺寸的方法采用类比法。类比法认为当两个矿床的地质特征相类似时，则它们的样槽断面规格也可以相类似。因此，一般做法是选定一个已经勘探的矿床，其取样方法证实是合理的，其地质特征与等待勘探的矿床的地质特征是相似的，则待勘探矿床也可以采用同样的取样方法和样槽断面规格。凹凸棒石粘土矿样槽尺寸经验值为 10×5~10×10（宽×深，cm）。取得的试样采用四分法缩分，取其中二份，分别装入洁净的容器中，一份检验，一份留存备查。

5.2.2 矿堆采样采用网格法

在矿堆揭露面上，以堆长为网长，以堆宽度为网宽(或小于堆宽度)划出方格网(正方、长方或菱形)。于各网格中心点或网格交点处，刻取体积相等的样块。各点样块合并，即为一个试样。一般矿堆由 20~50 个点组成一个试样。混合后的试样采用四分法缩分，取其中

二份，分别装入洁净的容器中，一份检验，一份留存备查。

5.3 制样方法

5.3.1 粘度的测定制样方法

5.3.1.1 取矿样不少于 100 g，破碎至直径小于 5 mm，破碎后的矿样加水混合，其中水用量为矿样质量分数（以干基计）的 50 %，对辊 3 次，两辊间隙 2 mm 以下。

5.3.1.2 样品置于 105 °C 烘箱，烘干至水分在 10 %~15 %。

5.3.1.3 干燥后样品经研钵研磨，全通过 150 目标准筛，备测。

5.3.2 脱色率的测定制样方法

5.3.2.1 取矿样不少于 100 g，破碎至直径小于 5 mm。

5.3.2.2 样品置于 105 °C 烘箱，烘干至水分 \leq 15 %。

5.3.2.3 在干燥后的矿样中加入浓硫酸和水混合溶液，其中浓硫酸用量为矿样质量分数（以干基计）的 2 %，水用量为矿样质量分数（以干基计）的 50 %，对辊 3 次，两辊间隙 2 mm 以下。

5.3.2.4 对辊后的矿样置于 360 °C 马弗炉中焙烧 30 min。

5.3.2.5 焙烧后矿样经研钵研磨，全通过 150 目标准筛，备测。

6 试验方法

6.1 粘度的测定

6.1.1 方法提要

在一定测试环境温度下，取一定量试样与一定量水混合，置于高速搅拌机上高速搅拌一定时间后，在旋转粘度计上测得试样悬浮液的粘度。

6.1.2 仪器

6.1.2.1 高速搅拌机，在负载情况下转速 $11000 \text{ r/min} \pm 300 \text{ r/min}$ ，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。

6.1.2.2 旋转粘度计，NDJ-5S/8S 型数显粘度计(或同类型)。

6.1.3 试样

按第 5 章规定方法制备。

6.1.4 测试步骤

6.1.4.1 调节测试环境温度 $25 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.4.2 称取 28.0 g 试样（精确至 0.1 g），置于高速搅拌机的悬浮液杯中，加入 372 g 水，将悬浮液杯置于高速搅拌机上，在 $11000 \text{ r/min} \pm 300 \text{ r/min}$ 转速下搅拌 20 min。

6.1.4.3 立即将试样悬浮液倒入旋转粘度计的粘度杯中，根据试样悬浮液的粘度，选择合适

的粘度计“转子”和“转速”，根据仪器要求待示数稳定读取读数，即为试样的粘度值（mPa·s）（采用 3 号转子，30 r/min 转速）。

粘度值计算至个位数。

6.1.4.4 允许差

取平行测试结果的算术平均值为最终测试结果。平行测试结果的相对差值应不大于 5%。

6.2 脱色率的测定

按 GB29225-2012 执行。

6.3 含水量的测定

按 GB14506.1 执行。

6.4 含砂量的测定

6.4.1 方法提要

取一定量凹凸棒石粘土试样，加入一定量六偏磷酸钠和水，在高速搅拌器上高速水化分散后，通过 200 目标标准筛。筛余物干燥后称量为试样的含砂量。

6.4.2 仪器设备

6.4.2.1 高速搅拌器：在负载状态下转速 $11000 \text{ r/min} \pm 300 \text{ r/min}$ ，具有波纹型搅拌叶片，悬浮液杯深 180 mm，顶端内径 97 mm，底端内径 70 mm。

6.4.2.2 分析天平：精度 0.01 g。

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

6.4.2.4 蒸发皿。

6.4.2.5 电热干燥箱：调温范围为室温~300℃，控温器灵敏度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

6.4.2.6 干燥器：内置干燥剂。

6.4.3 试剂材料

六偏磷酸钠：化学纯。

6.4.4 测试步骤

6.4.4.1 称取 10g（精确至 0.01 g）凹凸棒石粘土试样，加入已盛有 350 mL 水（含 0.2 g 六偏磷酸钠）的悬浮液杯中，在高速搅拌器上搅拌 $30 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ 。

6.4.4.2 搅拌水化分散以后，将悬浮液杯中的试样全部转移至 200 目标标准筛中，用洗瓶洗净悬浮液杯和搅拌器叶片，再用洗瓶水流冲洗筛网 2 min，冲洗时反复移动水流，防止试样溅出。

6.4.4.3 将试验筛上的筛余物小心冲洗至已知质量的蒸发皿中。将蒸发皿置于 $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 电热干燥箱中烘干 2 h 后，取出蒸发皿放入干燥器中冷却至室温，称量（精确至 0.01 g）。

6.4.5 测试结果的计算

以筛上物质量所占试样总质量的质量分数(%)表示试样的含砂量(X)，按公式(1)计算：

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X——含砂量，质量分数(%)；

m_1 ——蒸发皿和筛余物质量，单位为克(g)；

m_2 ——蒸发皿质量，单位为克(g)；

m ——试样质量，单位为克(g)。

含砂量以两次测定值的算术平均值作为最终结果，计算至一位小数。

6.5 凹凸棒石含量的测定

6.5.1 方法提要

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。可根据d(110)1.04nm衍射峰的位置及其强度进行凹凸棒石的定性和定量分析。

凹凸棒石的X射线衍射标准图谱，如图1。

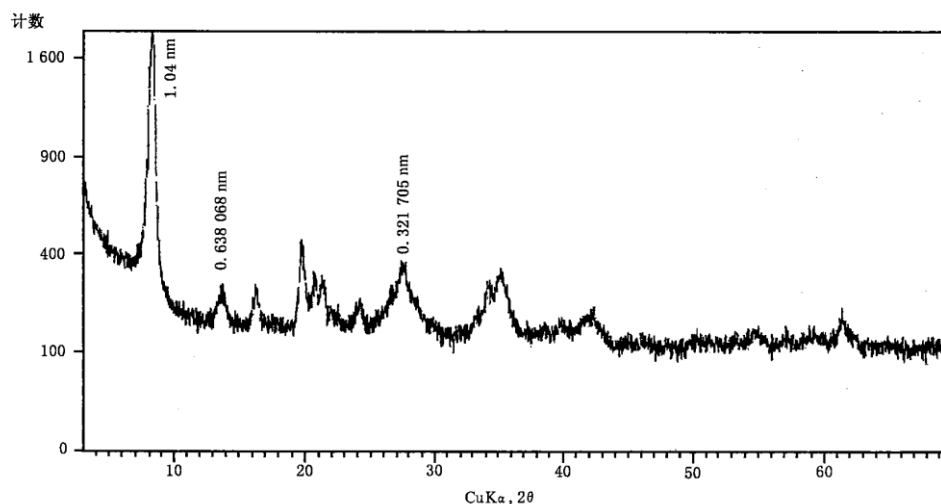


图1. 凹凸棒石粘土X射线衍射图谱

6.5.2 仪器设备

6.5.2.1 X射线衍射仪。

6.5.2.2 分析天平：精度0.0001 g。

6.5.2.3 电热干燥箱：调温范围为室温～300℃，控温器灵敏度±1℃。

6.5.2.4 干燥器：内置干燥剂。

6.5.2.5 玛瑙研钵：φ70 mm。

6.5.3 试剂材料

6.5.3.1 人工合成刚玉：纯度>98 %。

6.5.3.2 凹凸棒石标准物质 (GBW (E) 070055)

6.5.4 测试步骤

6.5.4.1 凹凸棒石分析峰的选择

在凹凸棒石的 X 射线衍射图中, 选择最强衍射峰 $d(110) 1.04 \text{ nm}$ 作为凹凸棒石的特征含量分析峰。

6.5.4.2 内标物质分析峰的选择

选择人工合成刚玉作为凹凸棒石含量分析的内标物质。选择 $d(113) 2.086 \text{ nm}$ 作为刚玉的特征含量分析峰。

6.5.4.3 试样的压片制备

将破碎至直径小于 5 mm 的矿样和内标物质刚玉置于 $105 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热干燥箱中干燥 2h, 取出, 放在干燥器中冷却至室温。将矿样粉碎研磨至全通过 0.075 mm 孔径的试验筛。称取 0.6 g (精确至 0.0001 g) 过筛后试样和 0.2 g (精确至 0.0001 g) 刚玉置于玛瑙研钵中, 研磨混匀。将研磨混合物立即放入 X 射线衍射仪制样装置中, 用玻璃片压平, 制成试样片。

6.5.4.4 工作曲线

采用凹凸棒石标准物质 (GBW (E) 070055) 和刚玉, 按试样的压片制备方法, 配制一套不同含量的凹凸棒石标准矿物系列, 再按测试步骤同样操作, 得到凹凸棒石标准曲线。

6.5.4.5 测试

将装有试样的试样装置放入 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, 由凹凸棒石标准曲线求得试样中凹凸棒石的含量。

6.5.5 结果计算

X 射线衍射仪配有矿物定量分析的内标法软件程序。在测试过程中, 在取得试样的 X 射线衍射图谱的同时, 可取得试样中凹凸棒石含量 (%) 的分析结果, 分析结果取个位数。

凹凸棒石含量以两次有效测定值的算术平均值作为最终结果, 计算至个位数。两次测定结果的允许差, 在凹凸棒石含量 $\geq 15 \%$ 时, 绝对差值不大于 2% ; 在凹凸棒石含量 $< 15 \%$ 时, 绝对差值不大于 3% 。

7 检验规则

7.1 出厂检验

凹凸棒石粘土原矿运出矿区时应检测并详细记录该批次矿的品级、重量、粘度/脱色率、含水量。

7.2 判定规则

如果矿区试样经检测后, 检测结果处于上述分级要求的临界值上, 对矿区品级判定有影响, 可从该批次产品中再次抽取两倍的样品进行复检, 取几次实验的平均值。供需双方检测结果不一致时, 由第三方检测机构进行检测, 其数据为裁定数据。

8 标志、运输和储存

8.1 标志

在对应的矿区范围内应使用标识牌，明确标明该矿区凹凸棒石粘土的品质等级、各项实验室检测参数、适用范围，应使用凹凸棒石粘土专用运输车，并在运输车相应部位做出相关标识。

8.2 运输和储存

凹凸棒石粘土原矿在运输过程中应注意轻装轻放，有遮盖物，避免雨淋、散落。应储存在通风干燥的库房内。
