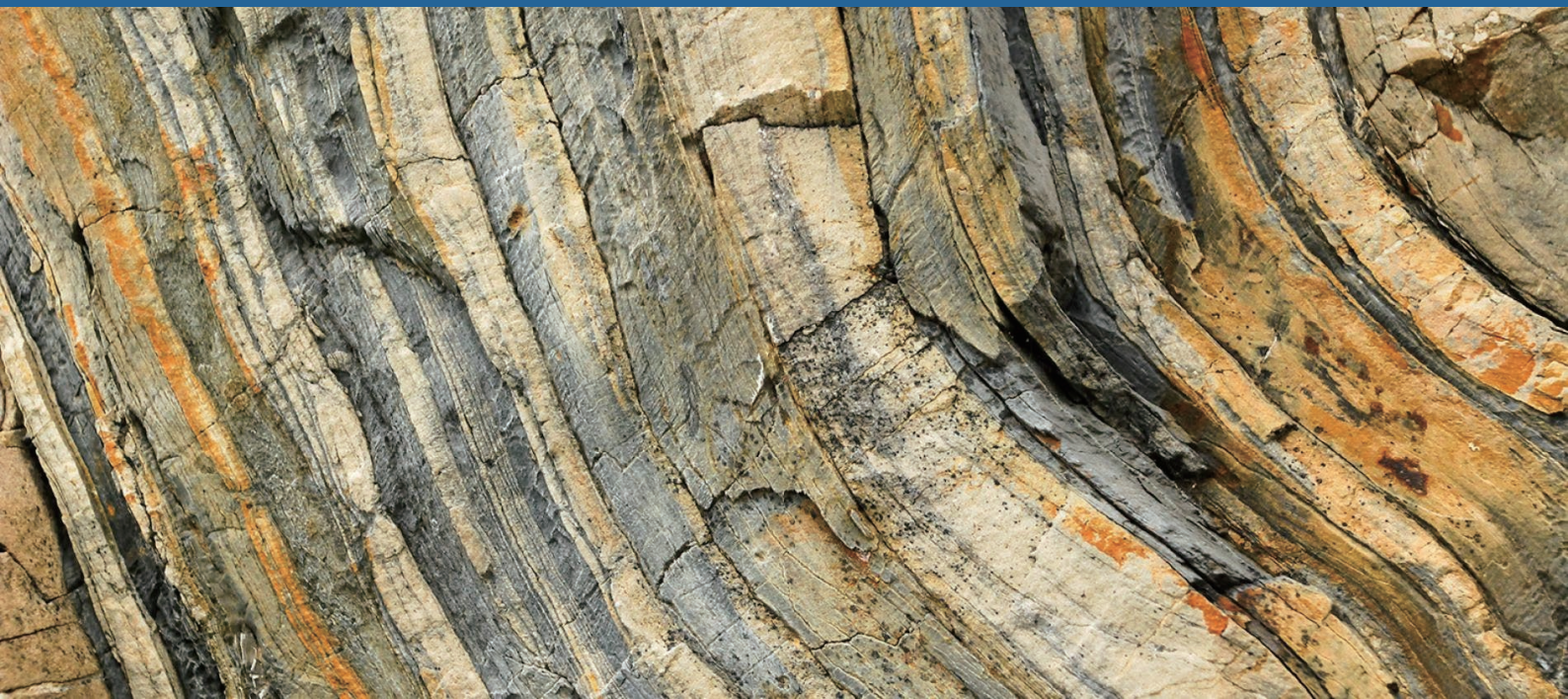
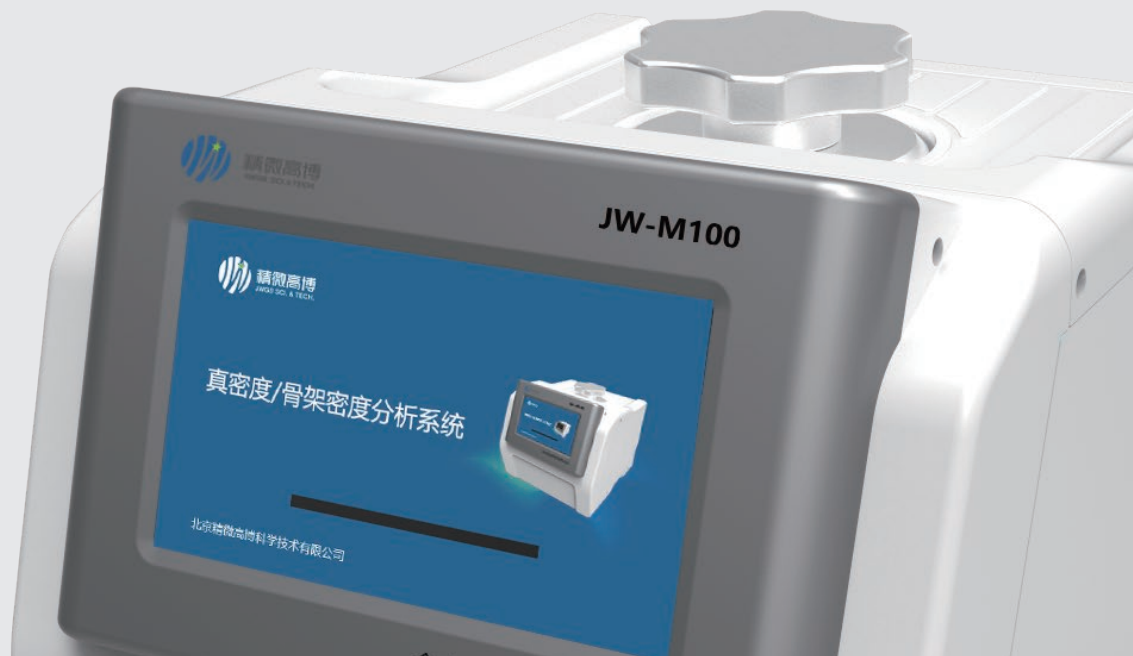




精微高博
JWGB SCI. & TECH.

压裂支撑剂（陶粒） 绝对密度的测试方法





简介

压裂支撑剂是一种陶瓷颗粒产品，简称陶粒或陶粒砂，利用优质铝矾土等多种原材料，用陶瓷烧结而成。压裂支撑剂广泛用于深井、高压油气层的压裂改造。

工作原理：石油天然气深井开采时，高闭合压力低渗透性矿床经压裂处理后，使含油气岩层裂开，油气从裂缝形成的通道中汇集而出。用陶粒支撑材料随同高压溶液进入地层充填在岩层裂隙中，起到支撑裂隙不因应力释放而闭合的作用，从而保持高导流能力，使油气畅通，增加产量。实践证明，使用陶粒支撑剂压裂的油井可提高产量30 - 50%，还能延长油气井服务年限。

绝对密度测试原理

“SY-T 5108-2014水力压裂和砾石充填作业用支撑剂性能测试方法”标准指出，建议以氦气作为惰性气体的仪器测试绝对密度。

JW-M100真密度仪采用气体置换法（氦气），通过测定标准腔内气体压力的变化来测定真体积，从而测定真密度，即绝对密度。

具体步骤如下：

一，在空样品杯状态下，记录测试的初始压力，充气压力及平衡压力，依次计做P0空杯、Pd空杯、Pcd空杯，根据公式（1）求出空杯的Mp；

$$M_{p\text{空杯}} = (P_{cd\text{空杯}} - P_0\text{空杯}) / (P_{d\text{空杯}} - P_{cd\text{空杯}}) \quad (1)$$

二，装入样品之后，进行实验，系统依次记录初始压力P0，充气压力Pd及扩展之后的平衡压力Pcd，根据公式（2）求出装样品之后的Mp；

$$M_p = (P_{cd} - P_0) / (P_d - P_{cd}) \quad (2)$$

三，根据公式（3），计算出样品真体积，Vd为扩展室体积；

$$V = V_d * (M_{p\text{空杯}} - M_p) \quad (3)$$

四，最后得到样品的绝对密度。

$$D = \text{Mass}_{\text{样品}} / V \quad (4)$$

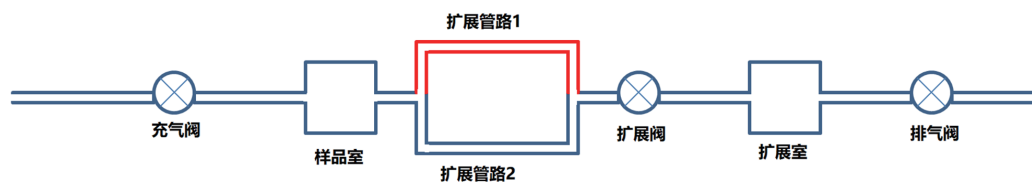


图1 JW-M100真密度仪内部示意图

案例

“Q/SY 17125-2019压裂支撑剂性能指标及评价测试方法”指出，测试绝对密度，推荐测量5次，净化10次。



M100真密度测试仪

测试范围	0.0001 g/ml—无已知上限；
分辨率	0.0001g/ml；
测试精度	± 0.03%；
重复性	± 0.02%；
测试效率	完成 1 次测试约需 3 分钟，重复测试次数可自动设定；
测试气体	氦气或氮气
测试模式	常温正压测试，无需使用真空泵

四种陶粒样品测试数据如下：

表1 压裂支撑剂的绝对密度测试结果

	绝对密度 g/cm ³	相对误差%	视密度 g/cm ³	差值
1#	2.8605	0.08	2.77	0.0905
2#	2.8493	0.05	2.79	0.0593
3#	3.0875	0.04	3.03	0.0575
4#	3.0657	0.1	3.05	0.0157

结论

陶粒的绝对密度测试要求，使用M-100真密度仪（绝对密度仪）测试，其精度高、重复性好，可以满足±0.03%的精度要求。

北京精微高博科学技术有限公司

北京经济技术开发区科创十三街12号德为科技园5号楼

24小时服务热线
400-600-5039

请访问官网
www.JWGB.net

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 5108—2014

代替 SY/T 5108—2006，SY/T 5184—2006

水力压裂和砾石充填作业用 支撑剂性能测试方法

Measurement of properties of proppants
used in hydraulic fracturing and gravel-packing operations

精微高博
JWGB SCI.&TECH.

2014—10—15 发布

2015—03—01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 缩略语	1
4 支撑剂取样方法	1
5 样品的处理和贮存	4
6 筛析	5
7 支撑剂的球度、圆度	7
8 酸溶解度	9
9 浊度	11
10 支撑剂体积密度、视密度和绝对密度	11
11 支撑剂破碎率	14
12 树脂覆膜支撑剂的灼烧损耗	17
13 水力压裂和砾石充填用支撑剂技术指标	18
14 健康、安全、环境控制要求	18
附录 A (资料性附录) 浊度校准液的制备	19
附录 B (规范性附录) 水力压裂和砾石充填用支撑剂技术指标	20
附录 C (资料性附录) 技术性差异与原因对照表	23
附录 D (资料性附录) 筛子的校准	24
参考文献	27

SY/T 5108—2014

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准修改采用 ISO 13503-2:2006《水力压裂和砾石充填作业用支撑剂性能测试方法》。

本标准代替 SY/T 5108—2006《压裂支撑剂性能指标及测试推荐方法》和 SY/T 5184—2006《砾石充填作业用砂检测推荐作法》。除编辑性修改外，主要变化如下：

- 更新了引用标准（见第2章）；
- 增加了国产系列标准筛（见6.3）；
- 增加了国产浊度仪（见9.3）；
- 增加了水力压裂和砾石充填用支撑剂技术指标（见第13章）；
- 增加了健康、安全、环境控制的要求（见第14章）；
- 对酸溶解度指标进行了调整（见附录B，SY/T 5108—2006和SY/T 5184—2006的附录B）；
- 增加了对国产支撑剂破碎率的要求（见附录B）；
- 增加了技术性差异及原因对照表（见附录C）；
- 增加了筛子的校准（见附录D）。

本标准与 ISO 13503-2:2006 相比存在技术性差异，这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线（|）进行了标示。

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这些专利的责任。

本标准由石油工业标准化技术委员会采油采气专业标准化委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国石油天然气股份有限公司石油勘探开发研究院廊坊分院、中国石化股份有限公司胜利油田采油工艺研究院、中国石油大港油田石油工程研究院。

本标准起草参加单位：中国石油大庆油田采油工程研究院、江苏宜兴东方石油支撑剂有限公司、北京仁创日升石油开采技术有限公司。

本标准主要起草人：朱文、管保山、崔付义、槐春生、牟英华、崔明月、宋时权、蒙传幼、严玉忠、李建阁、郑贵、包小林、胡宝苓、张贵玲。

本标准代替了 SY/T 5108—2006 和 SY/T 5184—2006。

SY/T 5108—2006 的历次版本发布情况为：

- SY/T 5108—1997；

SY/T 5184—2006 的历次版本发布情况为：

- SY/T 5184—1997。

水力压裂和砾石充填作业用支撑剂性能测试方法

警告：使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法律、法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了标准的测试方法，适用于评估水力压裂和砾石充填作业的支撑剂性能，以及健康、安全、环境控制要求。

本标准适用于水力压裂和砾石充填作业用“支撑剂”，包括天然砂子、陶粒、树脂覆膜支撑剂、砾石充填介质以及其他支撑剂材料的试验评价。

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—2012 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛（ISO 3310-1：2000，MOD）

ASTM E11 试验用金属丝布和筛的标准规范

3 缩略语

下列缩略语适用于本文件。

API——美国石油协会；

ASG——视密度；

FTU——浊度单位（formazin turbidity unit）；

HCl——盐酸；

HF——氢氟酸；

LOI——灼烧损耗；

NTU——浊度单位（nephelometric turbidity unit）。

4 支撑剂取样方法

4.1 概述

取样前，应首先考虑到将做哪些实验，因为每项实验所需的支撑剂用量不同。保证厂商和用户获得最具代表性的样品是非常重要的。除非样品真正代表了总发货量或集装箱产品的质量，否则实验和技术规范/标准相联系是非常困难的。现场取样/试验方法不可能与制造商的要求完全一致。本节规定的取样程序有助于获得具代表性的样品。但是由于取样、实验设备以及实验方法等本身存在着差异，因此会得出不一致的实验结果。在进行比较时，代表一辆货车（23000kg）或一个车皮（90000kg）的样品可能是导致实验结果存在着较大差异的原始缘由。所有参与支撑剂质量测试的单

SY/T 5108—2014

位应注意确保均匀取样。用户和生产厂家应就取样和实验方法/技术达成一致。

为了获得最具代表性的样品，宜采用连续取样。尽管许多支撑剂生产厂家可以自动取样，但在施工现场通常是不可能。如果是在卸载集装箱时取样或是在现场取样，应该考虑到样品的数量或取样频率（次）。

如果散装货集装箱从支撑剂材料的流水线上装箱，将依照 4.5 中介绍的程序取样。如果散装货物集装箱是由袋装支撑剂装填的，应按 4.6 中介绍的程序取样。

4.2 颗粒分离

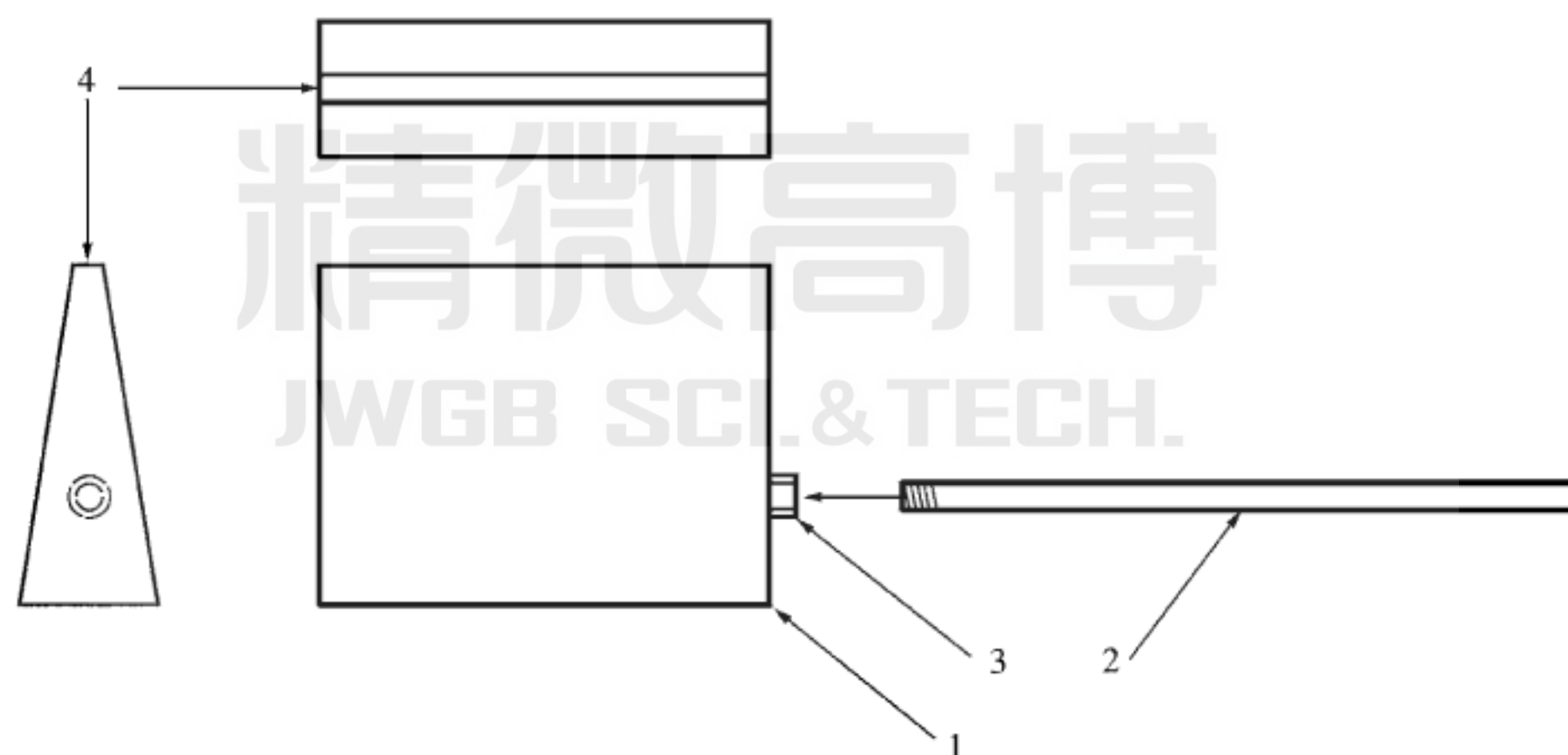
取样时了解分离作用非常重要。在分离作用下取样，样品会有一些的误差或变化，取决于颗粒的大小、形状、分布以及机械装置等。本章介绍的取样方法基于许多的经验积累，旨在尽可能减少因粒径差异而导致颗粒分离所造成的影响。

颗粒，如支撑剂，当其运移或受到力的作用时，将自然而然地寻找阻力最小的通道。在输送或运移期间，不同粒径或不同质量的颗粒自然而然地进行分离，分离的程度取决于输送或运移机理。

在输送过程中有几种不同的力作用在流动的支撑剂颗粒上，诸如重力，在移动流内细微的颗粒将通过空隙或缝隙而沉降，较粗的颗粒将流出。这些细微的颗粒运移并停留在它们将至目的地附近，较重或较粗的那些颗粒弹起或继续滚动，根据粒径大小形成分层。

4.3 设备

4.3.1 盒式取样器：有一条 13mm 的槽口，槽口的长度应大于取样时支撑剂自由下落流动（体）的厚度。取样器的尺寸应大到能够足以保证在整个流动截面上截取样品，同时避免溢流。符合本标准的盒式取样器见图 1。



说明：

1——取样器，尺寸为 159mm×209mm×63.5mm；

2——手柄；

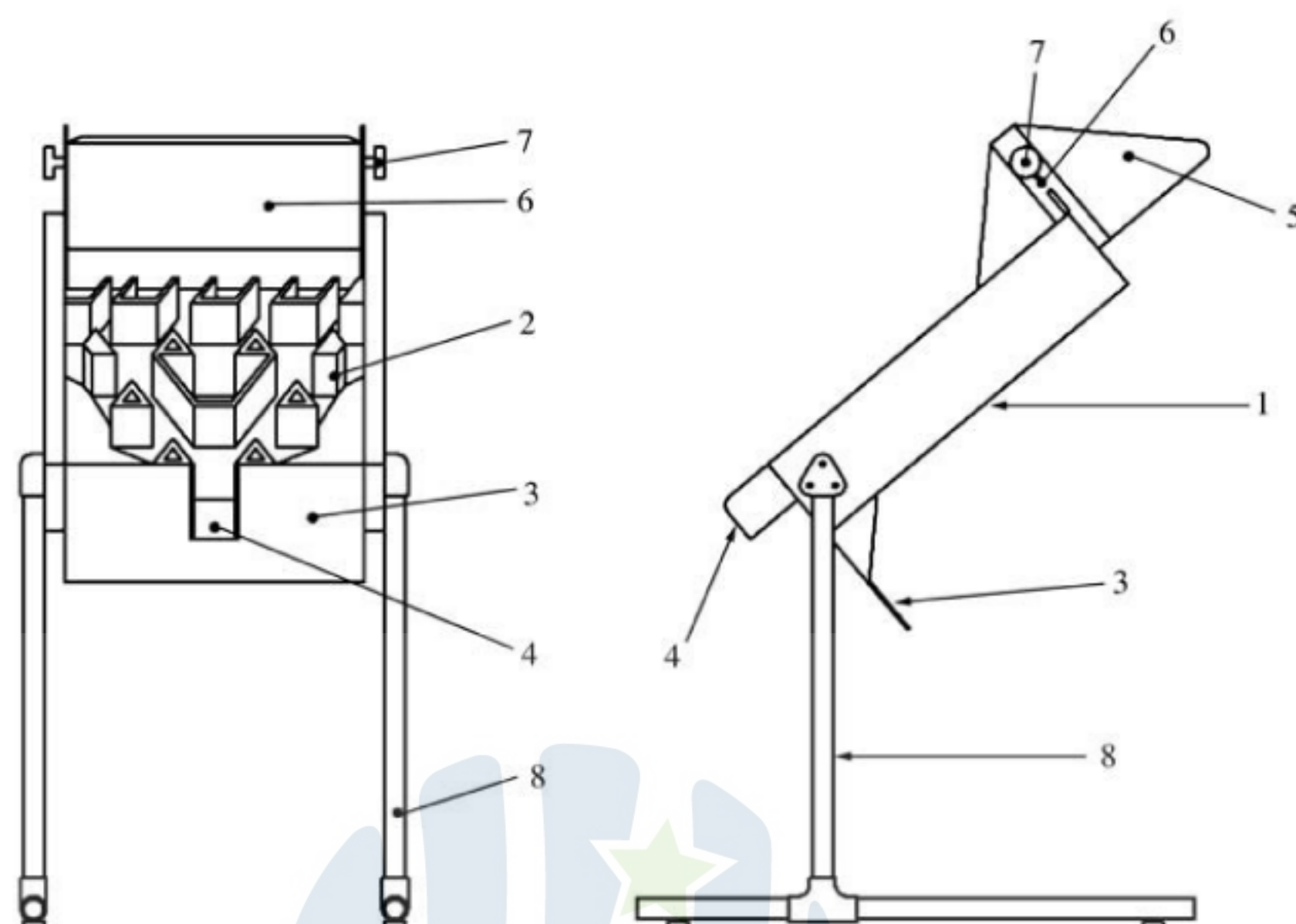
3——导管联轴节；

4——取样口 12.7mm。

图 1 盒式取样器示意图

4.3.2 样品分减器：其大小适用于处理袋装样品，可将材料减至其原始重量的 1/16，见图 2。

4.3.3 样品分样器：适当尺寸见图 3。



说明：

- 1——主体，尺寸为 368mm×483mm×114mm；
- 2——分离盘，尺寸为 51mm×51mm×51mm；
- 3——卸料盘，尺寸为 368mm×305mm×3.2mm；
- 4——卸料斜槽，尺寸为 57mm×57mm×76mm；
- 5——储料器，尺寸为 368mm×241mm×152mm；
- 6——手闸，尺寸为 368mm×191mm×3.2mm；
- 7——手动旋扭，尺寸为 3.8mm（直径）；
- 8——支撑架，尺寸为 711mm×381mm×686mm。

图 2 样品分减器示意图

4.4 散装支撑剂取样数量

4.4.1 水力压裂用支撑剂每 9000kg 或者每批至少需要取一个样品；每个散装货物集装箱可取 10 个样品，混合成一个样品进行实验。

4.4.2 砾石充填介质每 4500kg 介质中至少需要取一个样品，但每次施工应取样 2 次以上，混合成一个样品进行实验。

4.5 散装支撑剂取样

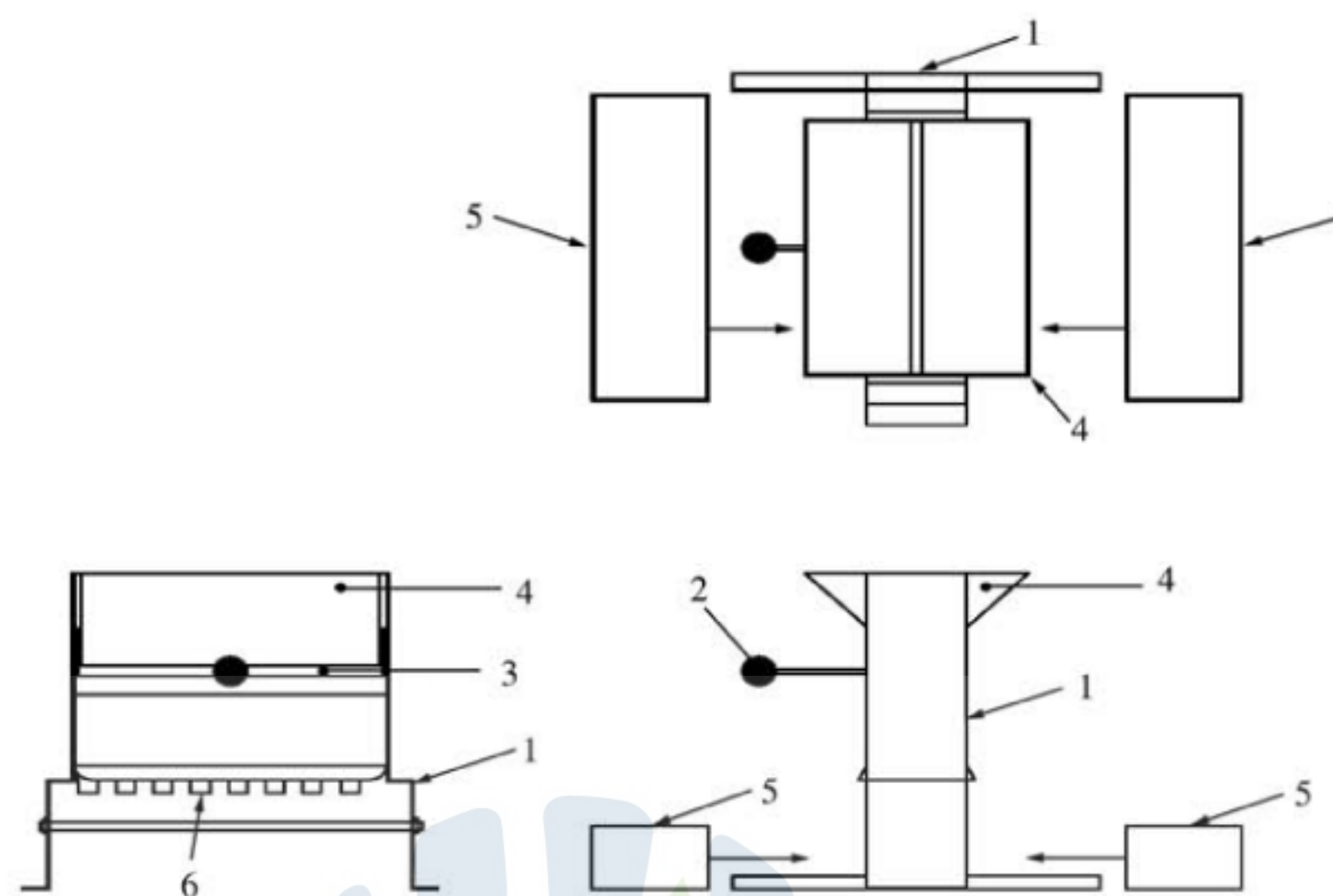
全部样品应从支撑剂的流动过程中获取，而不应取自静态堆置的支撑剂，取样时可使用手动或自动取样器。使用取样器时，将其长度垂直于支撑剂的流动方向。取样器应匀速地从流动的支撑剂流的一侧运移到另一侧，经过整个支撑剂流动宽度。取样应在支撑剂送至传输带或从传输带送至混合车、货车、火车、散装容器时完成。取第一批样品前，先让 2000kg 支撑剂材料流过。所取样品数量应与 4.4 中要求的一致。取样期间，应使取样器在较短的时间内匀速经过支撑剂流动宽度，从而保证每次都能够获得整个支撑剂流水线上的样品，不应发生溢流情况。

4.6 袋装支撑剂取样

4.6.1 50kg 袋装支撑剂取样应用整袋包装的产品。

4.6.2 箱装、散装袋、超大袋装、重达 2000kg 大袋装支撑剂不应在自由流动状态下对产品取样，

SY/T 5108—2014



说明：

- 1——主体，尺寸为 292mm×279mm×165mm；
- 2——手柄；
- 3——手闸盘；
- 4——储料器；
- 5——平底样盒；
- 6——分离槽，宽 12.5mm。

图 3 样品分样器示意图

也会遇到与静态堆置支撑剂取样时出现的同样问题。按照 4.4 介绍的相同取样频率（次），应用 4.5 中介绍的方法取样，应在散装袋中自由下落流出约 50kg 之后再开始取样。

5 样品的处理和贮存

5.1 样品分减

将混合的散装样品或整袋装 50kg 支撑剂放置在 16 : 1 或与之相当的样品分减器中（见图 2）。分减后的样品约为整个袋装容量原始重量的 1/16（通常为 3kg）。

5.2 样品分样

应使用适当尺寸的样品分减器及样品分样器准备实验用样品。将依照 5.1 中方法获得的袋装样品或在散装材料装载时获得的样品（见 4.5）放入分样器中（见图 3），将样品分离为实验用量，即 1kg。应分离足量的支撑剂材料，才能开展按照本标准条款推荐的各项实验。

5.3 样品和记录保留及贮存

支撑剂供给商应保存每次产品出厂的全部实验记录，至少保存一年。建议备有足够的样品以便开展全部实验项目，在任何情况下，贮存的保留样品不得少于 0.25kg，最短保存时间为六个月。后续实验的任何支撑剂应从保留的样品中分样，样品应密封在容器内以防止受到污染或受潮，样品应在干燥低温处贮存。

6 筛析

6.1 目的

第6章推荐的实验旨在确保采用一致的筛析分析方法并给出一致的筛析评价结果。

6.2 描述

6.3~6.6介绍的方法及设备在石油天然气工业中应用最为广泛。可能还有其他替代方法，但都与这些标准方法相关。

6.3 设备和材料

6.3.1 筛组：两套按照 GB/T 6003.1—2012（或按 ASTM E11）系列技术要求制造的筛子，直径为 $\phi 200\text{mm}$ ，或与之相当。一套是工作筛组，另一套是主筛组。主筛组仅用于校准，参见附录 D。

6.3.2 实验振筛机：可同时提供旋转和拍击作用，可容纳表1中所指定的筛子。振筛机可按下述技术规范校准：转速约 290r/min，拍击次数约 156taps/min，顶锤高度约 33.4mm，计数器的精确度为 $\pm 5\text{s}$ 。

6.3.3 天平：最小称量 100g，精确度为 0.1g 或更高。

6.3.4 刷子：尼龙或与之相当的物品。

6.4 方法

6.4.1 将7个筛子叠置起来，对照主筛组检查各个筛子，一组系列的筛子加一个底盘和一个盖子，这些筛子的孔径尺寸由上而下逐渐递减。表1给出了用于指定支撑剂粒径规格样品实验的筛子尺寸。表1中的筛子尺寸可作为参考依据，并不排除其他可用的各级筛子。

表1 筛子规格^a

筛孔尺寸, μm											
	3350/ 1700	2360/ 1180	1700/ 1000	1700/ 850	1180/ 850	1180/ 600	850/ 425	600/ 300	425/ 250	425/ 212	212/ 106
支撑剂/砾石充填标准规格, 目											
	6/12	8/16	12/18	12/20	16/20	16/30	20/40	30/50	40/60	40/70	70/140
GB/T 6003.1—2012 筛组 ^b , μm											
粗体为 规格上限	4750	3350	2360	2360	1700	1700	1180	850	600	600	300
	3350	2360	1700	1700	1180	1180	850	600	425	425	212
	2360	2000	1400	1400	1000	1000	710	500	355	355	180
粗体为 规格下限	2000	1700	1180	1180	850	850	600	425	300	300	150
	1700	1400	1000	1000	710	710	500	355	250	250	125
	1400	1180	850	850	600	600	425	300	212	212	106
	1180	850	600	600	425	425	300	212	150	150	75
	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘

^a 按照 GB/T 6003.1—2012（或按 ASTM E11）定义的筛系。

^b 筛子由顶部至底部顺序叠放。

SY/T 5108—2014

6.4.2 分样品 80g~120g，样品质量误差在 0.1g 之内。

6.4.3 将每个筛子称重并记录筛重。将分离的样品撒到顶筛，然后给这组筛加盖并配备底盘，放入振筛机中振筛 10min。

6.4.4 从振筛机中取出这组筛子。

6.4.5 将每个筛子和底盘中保留的材料称量并记录称量结果，计算留在每个筛子和盘子内总的支撑剂样品质量的百分比。累积质量应在实验所用样品质量的 0.5% 以内。如果结果不符，用不同的样品重新称样重复筛析实验。

6.5 平均直径、中值直径和标准偏差的计算

6.5.1 概述

平均直径 d_{av} ，用于表征水力压裂支撑剂的分布。中值直径 d_{50} ，用于表征砾石充填的分布。这部分是对 6.4 的补充。

6.5.2 平均直径

平均直径由公式 (1) 计算：

$$d_{av} = \sum (n \cdot d) / \sum n \dots\dots\dots (1)$$

式中：

d_{av} ——平均直径，单位为微米 (μm)；

$n \cdot d$ ——粒径均值与出现频率 n 的乘积。

示例：

计算 1180/600 支撑剂的粒径均值、粒径分布情况见表 2。

粒径分析：

1700 μm (+ 12 目)	出现频率为 0.0%
1180 μm (+ 16 目)	出现频率为 1.2%
1000 μm (+ 18 目)	出现频率为 37.9%
850 μm (+ 20 目)	出现频率为 48.7%
710 μm (+ 25 目)	出现频率为 11.9%
600 μm (+ 30 目)	出现频率为 0.3%
425 μm (+ 40 目)	出现频率为 0.0%
底盘	0.0%
总计	100%

表 2 平均直径计算参数

筛目	颗粒尺寸间隔 μm	粒径均值 d μm	出现频率 n (质量分数)	$n \cdot d$
10~12	2000~1700	1850	0.0%	0
12~16	1700~1180	1440	1.2%	1728
16~18	1180~1000	1090	37.9%	41311
18~20	1000~850	925	48.7%	45047
20~25	850~710	780	11.9%	9282
25~30	710~600	655	0.3%	197
总计			100.0%	97565

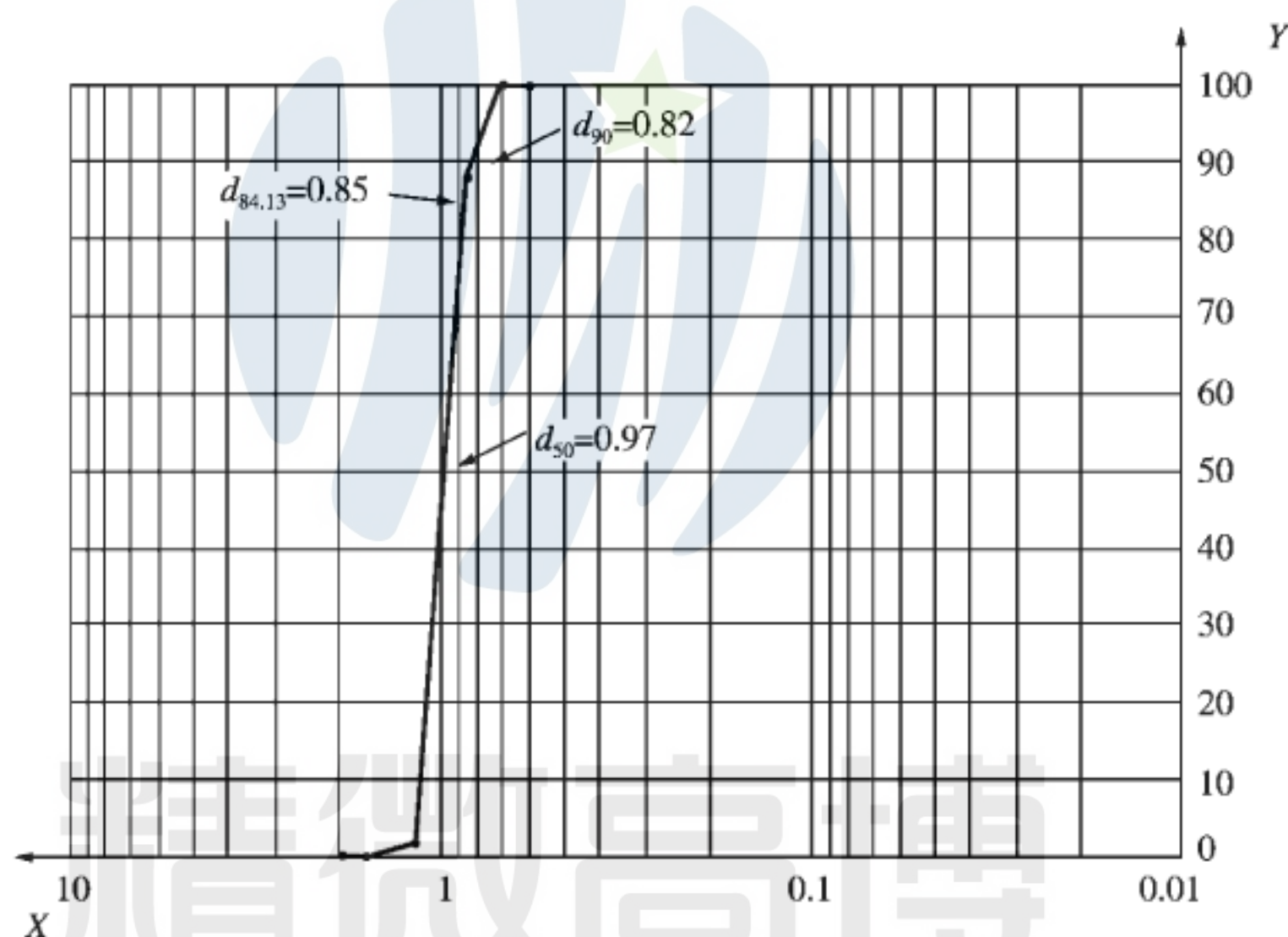
因此，平均直径 $d_{av} = \sum (n \cdot d) / \sum n = 97565/100.0 = 975.7 (\mu\text{m}) = 0.976 (\text{mm})$ 。

6.5.3 中值直径

在砾石充填中，中值直径 d_{50} 是一个常用值，在这个规格上下的颗粒应各占 50%。按下述方法计算。

确定每个筛子中剩余样品的质量分数。方法是用筛子中剩余支撑剂质量除以总的累积支撑剂质量，再乘以 100%。确定每个筛子样品累积质量分数，即把该筛子上面较大筛子中的质量分数与这个筛子的质量分数相加。所有筛子和底盘中保留的材料累积质量分数应是 100%。

绘制粒径分布曲线图，Y 轴为累积质量分数，X 轴是筛孔直径的对数，把这条曲线反过来，就是右边数值小，左边数值大。筛孔尺寸可以用微米或毫米表示。图 4 是 6.5.2 中计算示例的曲线图。从图 4 中可以看到，累积质量分数为 50% (Y 轴上)， d_{50} (X 轴) 就是 0.97mm。累积质量分数 (Y 轴) 为 90% 给出的 d_{90} 粒径直径 (X 轴) 为 0.82mm。



X—筛孔直径的对数；Y—粒径累积质量分数

图 4 图解法确定的 d_{50} ， d_{90} 和 $d_{84.13}$

在该示例中平均直径和中值直径非常接近，在高度偏态分布中会产生差别。

6.5.4 标准偏差

标准偏差 σ 由 $d_{84.13}/d_{50}$ 计算， $\sigma = 0.85\text{mm}/0.97\text{mm}$ ，计算标准偏差 $\sigma = 0.88$ 。

6.6 筛子的校准

支撑剂实验用筛每年应送有相应资质的计量检定机构进行检定，生产厂家的用筛检定周期可缩短至 6 个月。筛子的校准可参照附录 D 进行。

7 支撑剂的球度、圆度

7.1 目的

评估支撑剂的形状并提交相关报告。

7.2 描述

用于视觉评估支撑剂常见颗粒形状的参数是球度和圆度。这一测量的最大用途在于新类型支撑剂沉积和人造支撑剂新品的特性描述。确定圆度和球度使用最广泛的方法是使用 Krumbien/Sloss 图版（参见图 5）。

球度是对支撑剂颗粒近似球状程度的一个量度。圆度是对支撑剂颗粒角隅锐利程度或颗粒曲度的量度，这些参数必须分别确定。现在已采用照相技术或数字技术来确定这些参数。

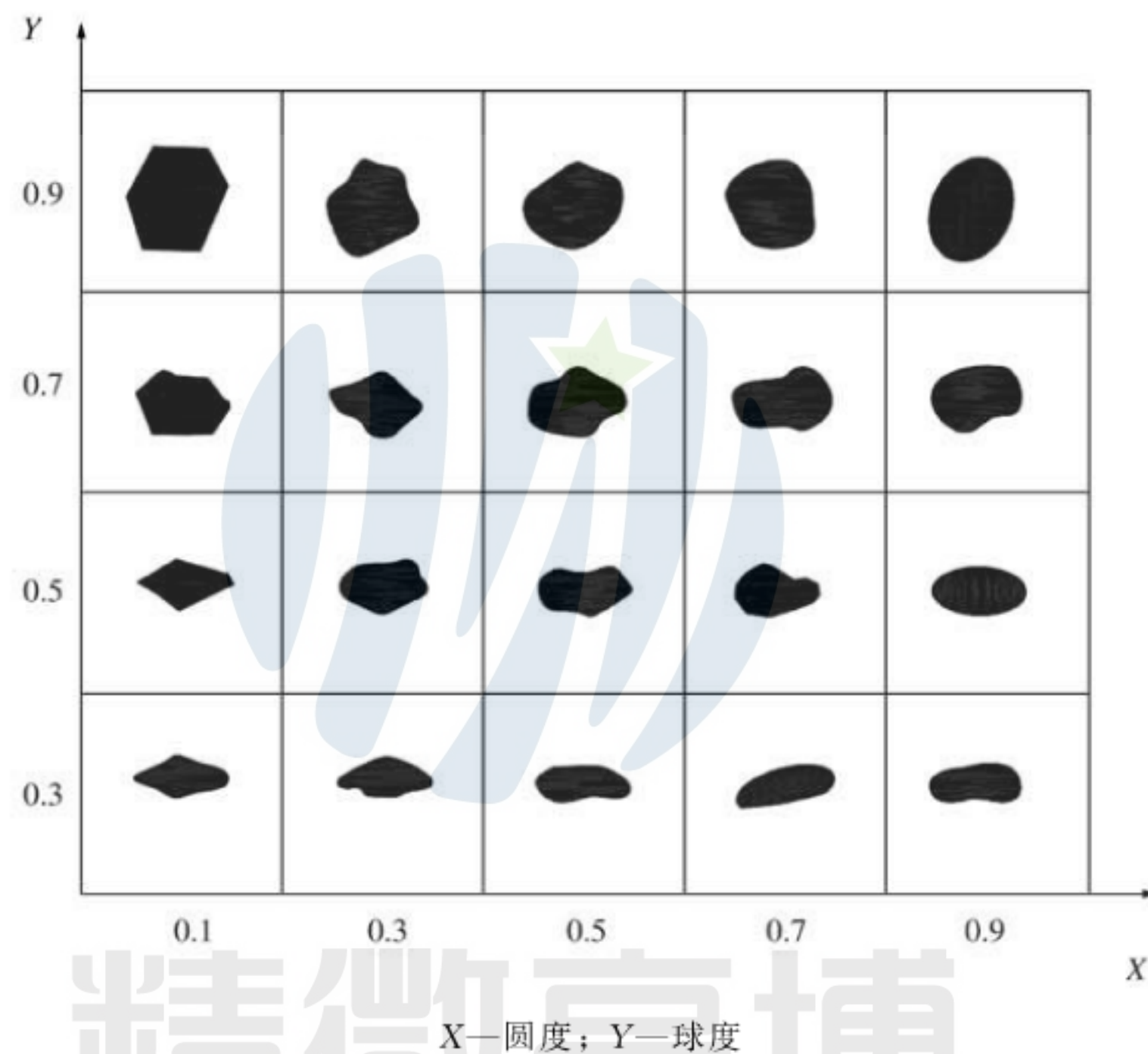


图 5 外观评估的球度和圆度图示

7.3 仪器

仪器应具备以下能力：

- a) 放大倍数为 10~40 的显微镜或与之相当的仪器。
- b) 分析天平，精确度为 0.001g。

7.4 方法

7.4.1 选取分离样品（见 5.2），用样品分离器进一步减少样品质量至约 5g~15g。如果样品分离器的规格较小，可将样品质量进一步减至 1g 或 2g。

7.4.2 将样品平铺在一个合适的地方，层厚约为一个颗粒的厚度，然后用低倍放大镜（10 倍~40 倍）观察这些样品。如果支撑剂为浅色，则选用深色的背景，反之亦然。

7.4.3 随机选择至少 20 粒支撑剂用于评估颗粒的球度。

7.4.4 对照比较图 5 中所示图形，确定选出的每个颗粒的球度，并记录每个颗粒所对应的给定的球度号码。

7.4.5 将记录下来的球度号平均，报出最接近的平均颗粒球度，精度为 0.1 个图形单位。

7.4.6 用由 7.4.3 方法选定的同一个颗粒确定每个颗粒的圆度。记录每个颗粒对应的给定的圆度号码。

7.4.7 将记录下来的圆度号平均，报出最接近 0.1 单元的平均颗粒圆度。

7.5 确定平均球度和圆度的替代方法

7.5.1 使用显微镜照相

典型支撑剂样品的显微镜照相术可用于提供相同的、适当放大的再现支撑剂颗粒的平均球度和圆度。扫描电子显微镜、带照相机的反射光显微镜、带皮腔和广角镜头的固定相机、数码相机以及/或者其他合适的照相设备均可成功地用于获得已知放大倍数的照片。设备的选择依各人习惯和实用性而定。

7.5.2 方法

除了使用选择的照相设备外，其他按照 7.4 的方法。给成像的每个选定颗粒编号可以避免混淆，确保在确定球度和圆度时为相同颗粒。

7.5.3 推荐的显微照片放大倍数

对于指定的支撑剂粒径范围，放大倍数见表 3。

表 3 建议的放大倍数

支撑剂粒径范围, μm	显微照片的放大倍数
3350/1700~1700/850	15 倍
1700/850~850/425	30 倍
600/425~212/106	40 倍

8 酸溶解度

8.1 目的

酸溶解度实验旨在确定支撑剂遇酸时的适宜性。

8.2 描述

首选方法是用 12 : 3 的 HCl : HF (即质量为 12% 的 HCl 和质量为 3% 的 HF, 见 8.4.2) 溶液。但是下述方法不应排除测试在其他酸液中的材料, 这些酸液包括盐酸、有机酸等, 取决于所需使用的支撑剂。

在 12 : 3 的 HCl : HF (即 12% 的 HCl 和 3% 的 HF, 依质量配比) 溶液中的支撑剂溶解度是支撑剂中可溶物质 (即碳酸盐、长石、氧化铁、泥质等) 数量的一项指标。

8.3 材料和设备

8.3.1 盐酸: HCl 浓度 37%, 已知浓度的试剂级别。

8.3.2 氟化氢铵 (NH_4HF_2): 试剂级别。

8.3.3 天平: 精度 0.001g。

8.3.4 水浴槽: $66^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 。

8.3.5 烘箱: $105^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 。

8.3.6 大烧杯: 容量 150mL~200mL, 材料为高密度聚乙烯或者聚丙烯。

8.3.7 刻度量筒或量瓶: 1000mL, 材料为高密度聚乙烯或者聚丙烯。

8.3.8 分析过滤仪装置：应用真空过滤技术，使用耐酸过滤坩锅（瓷制的，高密度聚乙烯或者聚砷）。

8.3.9 滤纸圈，纤维素基质，足以避免样品损耗。实验需要一张或更多滤纸。

8.3.10 秒表，精确度 $\pm 5s$ 。

8.3.11 干燥器。

8.4 方法

8.4.1 概述

代表性样品必须取自样品分离器；样品不要过筛。作酸溶解度分析前，样品不应经过破碎率实验或碾碎的影响，实验样品为无任何变化的支撑剂。

警告：在处理酸液时，应极为谨慎并采取严格的设备保护措施。若想获得更多的信息，请参考材料安全数据或化学剂制造厂商提供的资料。

8.4.2 12 : 3 的 HCl : HF 溶液的配制

配制 12 : 3 的 HCl : HF 溶液（20℃ 温度条件下的密度是 $1.066g/cm^3$ ），在 1000mL 刻度的聚乙烯或聚丙烯量筒或量瓶内装入 500mL 蒸馏水，加入 46.23g 纯 NH_4HF_2 并溶解。 NH_4HF_2 实际重量低于加入的 100% 纯度，等于 46.23g 除以 NH_4HF_2 的纯度，纯度用质量分数表示；加入 361mL 浓度为 37% 的 HCl（20℃ 温度条件下的密度是 $1.19g/cm^3$ ）。针对不同浓度的 HCl 调整液量。用蒸馏水稀释至 1000mL。搅拌以确保充分混合。

8.4.3 酸溶解度实验

8.4.3.1 称出 5g 支撑剂（精确到 0.001g）放入称量样品盘内。支撑剂应在 105℃ 下烘干至恒重，然后在干燥器内冷却。记录样品的质量 m_s 。

8.4.3.2 将支撑剂样品加入到 150mL 容量的聚乙烯大烧杯中，其中装有 100mL 的酸液，酸液的配制见 8.4.2。用一个聚乙烯盖盘盖住烧杯。酸液和样品均应置于室温条件下（ $22^\circ C \pm 3^\circ C$ ）。

8.4.3.3 将大烧杯放在温度为 66℃ 的水浴中 30min。不要搅拌。

8.4.3.4 在 105℃（221°F）烤箱内将漏斗和过滤纸烘干，时间至少是 1h，或者直至达到恒定质量，并记录下质量 m_F 。过滤介质不必称量，但应该在冷却器内降温。

8.4.3.5 将样品和酸混合液从烧杯中移至过滤设备中。通过预称量的过滤坩锅（漏斗）过滤样品，确保全部颗粒均由烧杯中移入过滤器内。应用真空过滤技术，在 1min 内去除酸液。

8.4.3.6 用 20mL 的蒸馏水清洗过滤设备中的样品 3 次，至 pH 值为中性。

8.4.3.7 在 105℃ 温度下，将过滤器和余留样品烘干，时间至少为 1h，或者直至达到恒定质量。称量前，在冷却器内使过滤品和样品降温。称出过滤器和样品的质量并记录质量 m_{FS} 。

8.4.3.8 根据公式（2）计算出酸溶解度。

$$S = \frac{(m_s + m_F - m_{FS})}{m_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

S ——酸溶解度，以百分数表示；

m_s ——样品质量，单位为克（g）；

m_F ——过滤器的质量，单位为克（g）；

m_{FS} ——包括支撑剂在内的过滤器质量，单位为克（g）。

9 浊度

9.1 目的

测试目的是确定悬浮颗粒的数量，或存在的其他细微分离的物质。

9.2 描述

一般来说，浊度测试是测量悬浮物的光学性质，即液体中悬浮微粒分散和吸收光线的性能。浊度值越高，悬浮颗粒越多。大多数商业性浊度计附带的光束垂直于检波器的监测路线，这是首选测量方法。结果用 FTU 和/或 NTU 来表示。可能有其他替代方法，但应与本标准方法相关联。

9.3 设备

9.3.1 通常使用散光式光电浊度仪对支撑剂进行浊度测试，量程 0FTU ~ 200FTU；分辨率 0.001FTU；准确度 $\pm 5\%$ ，或原理和精度相同的仪器也可用于支撑剂浊度的测试。

9.3.2 波长为 450nm 的光谱仪、浊度计，如 Hash 21000A 等与之原理相当的浊度仪可作为支撑剂浊度测量仪器。

9.4 设备校准

应送有相应资质的法定计量检定机构进行检定，或按设备生产厂家指定的方法校准，或送交设备校准服务公司完成（浊度校准液的配制参见附录 A）。

9.5 测试

9.5.1 样品液体的制备

9.5.1.1 在 250mL 广口瓶内放入天然石英砂支撑剂 30.0g 或陶粒支撑剂 40.0g。

9.5.1.2 在上述广口瓶内倒入 100mL 蒸馏水，静止 30min。

9.5.1.3 用手水平往复摇动 0.5min，60 次（不能搅动），放置 5min。

9.5.2 测量

使用医用针管抽出制备好的样品液体。开始测试前仪器须预热 30min，按浊度仪的要求进行测量，确定支撑剂的浊度，单位为 FTU。

10 支撑剂体积密度、视密度和绝对密度

10.1 目的

该实验目的是确定支撑剂的体积密度 ρ_{bulk} 、视密度 ρ_{p} 以及绝对密度 ρ_{abs} 。

10.2 描述

体积密度、视密度及绝对密度是支撑剂的重要特性。体积密度是描述充填一个单位体积的支撑剂质量，包括支撑剂和孔隙体积，体积密度可用于确定充填裂缝或装满储罐所需支撑剂的质量；视密度是表征不包括支撑剂之间孔隙体积的一种密度，通常用低黏度液体来测量视密度，液体润湿了颗粒表面，包括液体不可触及的孔隙体积；绝对密度不包括支撑剂中的孔隙以及支撑剂之间的孔隙体积。

10.3 体积密度

10.3.1 设备及材料

测定体积密度 ρ_{bulk} 的设备见图 6。

10.3.1.1 漏斗架：由一个 304.8mm×304.8mm 的金属基座和一个高 304.8mm 的三角架组成。三角架上部是一个直径为 $\phi 203.2\text{mm}$ 的水平圆形平台，形成漏斗的支撑部分，可更换、调整或用螺钉固定在适当位置上。

10.3.1.2 漏斗出口处有一个截流阀，它是一个 $\phi 34.9\text{mm}$ 的橡皮球，由两个螺旋弹簧将其连接到漏斗上，弹簧的强度能够形成强有力的密封。漏斗的尺寸如下：

- a) 顶部直径（内部）： $114.3\text{mm} \pm 0.4\text{mm}$ 。
- b) 底部直径（内部）： $12.7\text{mm} \pm 0.4\text{mm}$ 。
- c) 斜坡段的高度： $76.2\text{mm} \pm 0.4\text{mm}$ 。
- d) 平行段的高度： $12.7\text{mm} \pm 0.4\text{mm}$ 。

10.3.1.3 黄铜圆筒：容量约为 100cm^3 。按照 10.3.2 介绍的方法用水校准圆筒容量。圆筒应由规格是 No. 17 的黄铜无缝管材制成。其尺寸如下：

- a) 内部直径： $\phi 38.9\text{mm}$ 。
- b) 高度： $88.9\text{mm} \pm 0.4\text{mm}$ 。
- c) 基座厚度： $12.7\text{mm} \pm 0.4\text{mm}$ 。
- d) 基底的底面应凹进，用主夹板上垫栓使圆筒居中，位于漏斗流出部位的正下方。

注 1：黄铜圆筒内径应在标准高级商业用管材的规定公差范围内。

注 2：设备的其他不重要尺寸可依用户的方便而进行调节。

10.3.2 黄铜圆筒的校准

10.3.2.1 用一个平板玻璃板盖住干燥空黄铜圆筒并称出其质量，并记作 m_{f+gp} 。

10.3.2.2 将水加入圆筒中，滑动玻璃板使之与圆筒上部边缘接触，水面截止至黄铜圆筒边缘平面上。

10.3.2.3 将玻璃板牢牢地固定在原处，擦去多余的水，然后称出总质量 m_{f+gp+1} 。

10.3.2.4 按照公式 (3) 计算出圆筒的体积 V_{cyl} 。

$$V_{\text{cyl}} = m_w / 0.9971 \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$m_w = m_{f+gp+1} - m_{f+gp}$$

式中：

V_{cyl} ——圆筒的体积，单位为立方厘米 (cm^3)；

m_w ——水的净质量，单位为克 (g)；

0.9971——水的密度，测试液体的温度不得低于 18°C ，也不得高于 28°C 。

10.3.3 体积密度测试方法

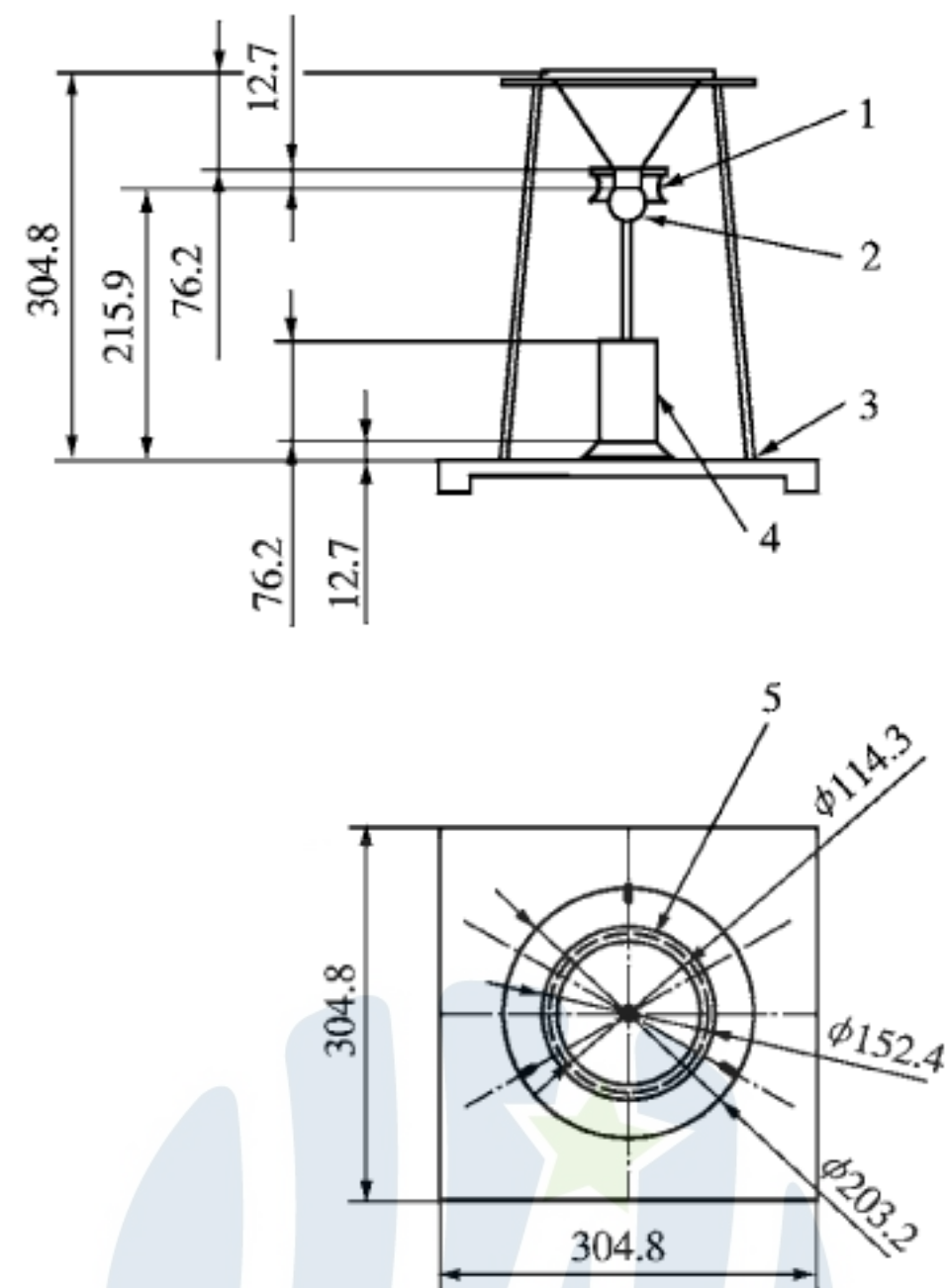
10.3.3.1 称出干燥空筒的质量，单位为克 (g)，记作 m_f 。

10.3.3.2 测试样品的温度介于 $18^\circ\text{C} \sim 28^\circ\text{C}$ 之间，将支撑剂样品装入 150mL 的大烧杯中。

10.3.3.3 关闭漏斗的出口，将黄铜圆筒居中，位于漏斗出口的正下方，将样品由烧杯倒入漏斗中。

10.3.3.4 打开位于漏斗底部的橡皮球阀，令支撑剂流入黄铜圆筒内。

10.3.3.5 漏斗内的支撑剂全部流出后，用直尺在圆筒边缘平滑地推移，使支撑剂与黄铜圆筒口的表面齐平。



单位为毫米

说明:

- 1——弹簧，直径 $\phi 9.525\text{mm}$ ；
 2——橡皮球伐，直径 $\phi 30.48\text{mm}$ ；
 3——支架直径， $\phi 4.8\text{mm}$ ，焊接到底座上；
 4——圆筒，直径内径 $\phi 38.1\text{mm}$ ；
 5——3孔定位，直径 $\phi 139.7\text{mm}$ 。

图6 测量体积密度的装置示意图

10.3.3.6 称出圆筒内装满支撑剂的质量，单位为克 (g)，记作 m_{f+p} 。

10.3.3.7 按照公式 (4) 计算体积密度 ρ_{bulk} 。

$$\rho_{\text{bulk}} = \frac{m_p}{V_{\text{cyl}}} \dots \dots \dots (4)$$

$$m_p = m_{f+p} - m_f$$

式中:

ρ_{bulk} ——体积密度，单位为克每立方厘米 (g/cm^3)；

m_p ——支撑剂的净质量，单位为克 (g)。

10.4 视密度

10.4.1 设备和材料

10.4.1.1 分析天平，精确度 0.01g。

10.4.1.2 称量皿。

10.4.1.3 密度瓶，经过标定，25mL 或 50mL。

10.4.1.4 测试液体，低密度石蜡油、煤油、柴油或与之相似的油类，在使用温度下的最大黏度小于 $5\text{mPa} \cdot \text{s}$ 。

10.4.1.5 漏斗，漏斗的茎干与密度瓶内径相适。

10.4.2 视密度测试方法

10.4.2.1 按照 10.3.2 的方法校正密度瓶的体积。

10.4.2.2 称出干燥空密度瓶的质量，单位为克（g），记录其质量 m_f 。

10.4.2.3 在环境温度下，将测试液装入密度瓶内至充填刻度线上。确保液体内不得有气泡，将密度瓶外表面上的液体擦除干净。

10.4.2.4 称出装有测试液密度瓶的质量，精确度 0.01g。记录其质量 m_{f+1} 。

10.4.2.5 称出称皿的质量，然后加入约 10g 的支撑剂样品，称出称皿和样品的质量，精确到 0.01g。计算支撑剂的质量，单位为克（g）记录其质量 m_p 。

10.4.2.6 将密度瓶内的液体倒出约一半，将称过的支撑剂样品从称皿中移至密度瓶内。应使用与密度瓶颈相适的漏斗。

10.4.2.7 在环境温度下，将足够的测试液体加入密度瓶内充填刻度线上。沿垂直轴旋转量瓶直到将支撑剂内的气泡全部排出。如果有必要，再次加入测试液至充填刻度线上，并擦去密度瓶表面上的测试液。

10.4.2.8 称出装有支撑剂和测试液的密度瓶质量，精确度为 0.01g，记录其质量 m_{f+1+p} 。由公式 (5) 计算测试液的密度 ρ_l 。

$$\rho_l = \frac{m_{f+1} - m_f}{V_{\text{pyc}}} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

ρ_l ——测试液的密度，单位为克每立方厘米（g/cm³）；

m_{f+1} ——室温条件下装有测试液的密度瓶质量，单位为克（g）；

m_f ——干燥的空密度瓶的质量，单位为克（g）；

V_{pyc} ——密度瓶的体积，单位为立方厘米（cm³）。

根据公式 (6) 计算视密度 ρ_p ：

$$\rho_p = \frac{m_p \rho_l}{m_{f+1} + m_p - m_{f+1+p}} \dots\dots\dots (6)$$

式中：

ρ_p ——视密度，单位为克每立方厘米（g/cm³）；

m_p ——支撑剂的质量，单位为克（g）；

m_{f+1} ——室温条件下，密度瓶和测试液的质量，单位为克（g）；

m_{f+1+p} ——室温条件下，密度瓶、液体和支撑剂的质量，单位为克（g）。

提交视密度的数据，单位为克每立方厘米（g/cm³），并注明实验所用液体名称。

10.5 绝对密度

建议采用商业性的仪器，如微晶粒学 AccuPyc 1330 自动气体密度瓶，或与之相似的、以氦作为惰性气体的仪器，遵循厂家的用法说明。推荐的精确度要求在 0.03% 之内，推荐测量五次，净化 10 次。以氮气或空气作为惰性气体的仪器也可接受。

11 支撑剂破碎率

11.1 目的

破碎率实验是确定在给定应力条件下支撑剂破碎的数量。

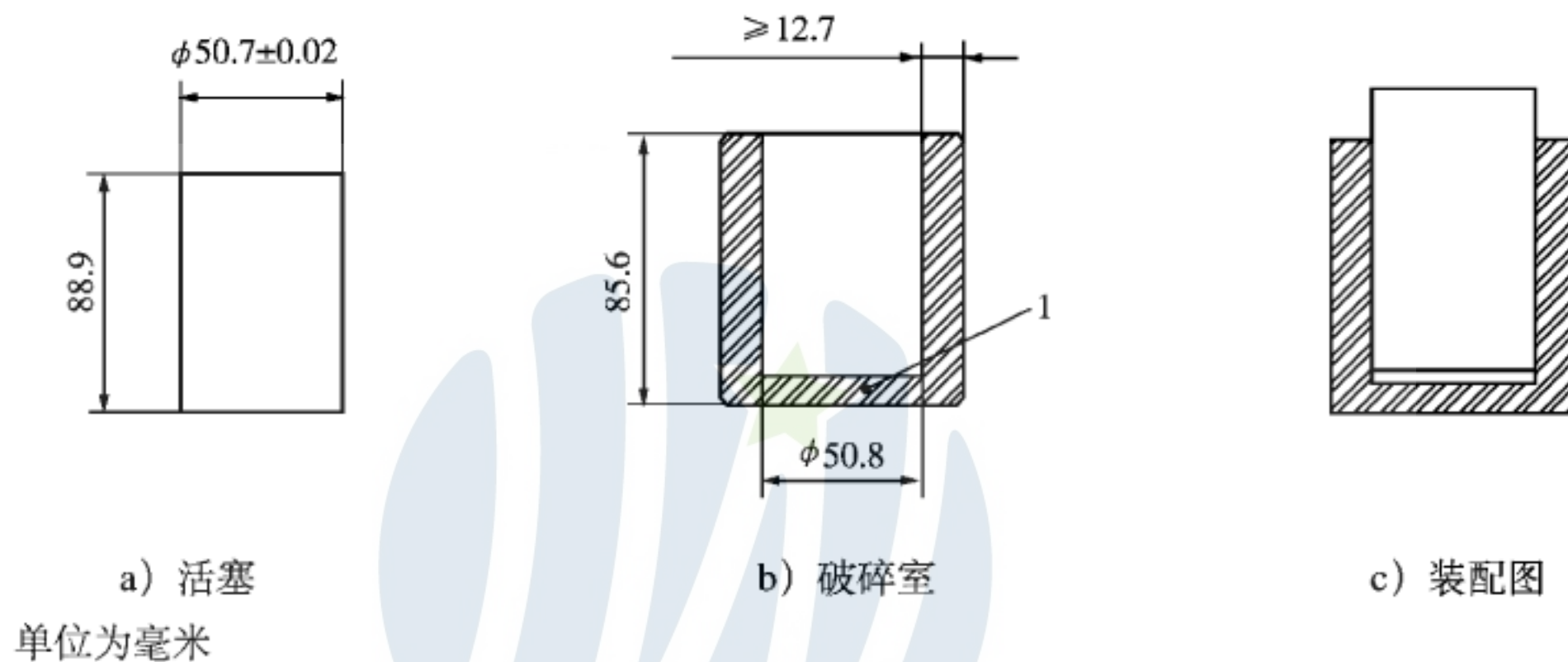
11.2 描述

该实验用于确定并比较支撑剂抗破碎的性能。实验是在样品上进行的，这些样品已经过筛选，因

此所有颗粒的粒径都在规定的范围内。实验中测量了在不同压力下支撑剂材料破碎的数量。实验结果报告应该标明大量支撑剂破碎时的压力级别，即支撑剂材料可承受的最大压力。

11.3 设备和材料

11.3.1 液压机，可提供 103MPa 的压力，液压机应配备压板，在给破碎室加压时能够保持平行。液压机应进行校准，至少一年一次，以及每次大修后，以确保压力测量值的精确度在 5% 之内；或在给破碎室加压时，使用一个独立的、经过校准的载荷测量装置，实验压力决不可超过既定值的 5%（见 11.5.10）。极力推荐自动加载压机。



说明：

- 1——破碎室底部厚度，9.52mm；
2——材料是 4340 合金，洛氏硬度大于 43HRC。

图 7 破碎室示意图

11.3.2 破碎室，见图 7，或与之相应的设备。活塞的长度为 88.9mm，直径为 $\phi 50.8$ mm，洛氏硬度为 43HRC 或更高（首选洛氏硬度 60HRC）。定期检查内径的磨损情况，指出活塞更换时间。当破碎室较低部位的内径超过设计尺寸的 3.25%（横截面积增加了 -10%）时，则必须更换破碎室。

11.3.3 测试筛（GB/T 6003.1—2012 系列）、盘子和盖子，见第 6 章。

11.3.4 天平，用于称量支撑剂样品和各筛存留的支撑剂，精确度 0.1g 或更高。

11.3.5 振筛机，要求见 6.3.2。

11.3.6 计时器。

11.3.7 分样器，见图 3。

11.3.8 金属烧杯，或称量皿。塑料、玻璃、或纸质容器易于产生静电的，应避免使用。

11.4 样品的制备

11.4.1 用分样器将样品减至 80g~120g。

11.4.2 参考表 1，选择适用于支撑剂样品规格的顶筛和底筛的目径。准备组筛，然后将组筛放入筛子振动机内。

11.4.3 将分样后获得的样品倒入顶部筛子内，盖上盖子。

11.4.4 将组筛在振筛机内，振动 10min。

11.4.5 将组筛从筛子振动器内取出，将遗留在顶筛和底盘内的样品全部都倒掉。仅留下底筛内的样品用于破碎率实验。

11.5 支撑剂破碎率测试方法

11.5.1 以如下步骤确定破碎率实验的支撑剂的准确质量 m_p 。

11.5.1.1 确定在 10.3 实验中的支撑剂的样品非压实的体积密度。

11.5.1.2 用于实验的 850/425 (μm) 支撑剂样品质量以相当于 $19.6\text{g}/\text{cm}^2$ 的铺置浓度铺在活塞的表面上。850/425 (μm) 石英砂的非压实体积密度平均为 $1.60\text{g}/\text{cm}^3$ 。因此，破碎室单位活塞面积每平方米上所需的 850/425 (μm) 石英砂的体积是 1.22cm^3 ($1.96/1.60$)。在一个内径为 $\phi 50.8\text{mm}$ 的破碎室内，需要 24.7cm^3 。不同体积密度的支撑剂，所需用量也不同。

其他不同体积密度的支撑剂破碎实验的样品质量也有所不同，其质量 m_p (近似到 0.1g) 按公式 (7) 进行计算。

$$m_p = 24.7\rho_{\text{bulk}} \dots\dots\dots (7)$$

式中：

m_p ——样品质量，单位为克 (g)；

ρ_{bulk} ——体积密度，单位为克每立方厘米 (g/cm^3)。

11.5.2 用分样器将筛过的样品减至计算的 m_p ，不得超过 5g。

11.5.3 称出样品质量 m_s 。

11.5.4 将称出的样品倒入破碎室里，破碎室内支撑剂铺置面应尽可能平。为保证支撑剂样品铺置的表面齐平，支撑剂应平稳倒入破碎室。如果筛过的和称出的样品倒出了破碎室，则应从 11.5.2 步骤重新开始。

11.5.5 将活塞插入装有称出的支撑剂样品的破碎室里，除重力外，不得施加任何外力。

11.5.6 按顺时针方向使活塞旋转 180° 一次，不应施加任何压力，以确保支撑剂样品铺置表面齐平。

11.5.7 小心地提起破碎室并直接放入压机内，令其正对压机扶正盘之下。不要摇动或颠簸破碎室，因为这样可能会使支撑剂充填下沉，加压时导致颗粒充填形态发生变化或颗粒重新排列。

11.5.8 破碎实验应力分级参照表 4。

表 4 破碎应力分级参照表

支撑剂	破碎应力级别，MPa	
	最小	最大
人造支撑剂（压裂）	35	103
天然石英砂（压裂）	14	35
天然石英砂（砾石充填）	14	14

根据用户和厂家特殊协议，更清晰明确定义支撑剂的破碎实验，可施加其他应力条件，实验报告应包括支撑剂类型、规格型号、破碎应力及破碎率。

11.5.9 根据用户和厂家特殊协议，更清晰明确定义支撑剂的破碎实验，可施加其他应力条件，按公式 (8) 计算所需应力 F_{tc} 。

$$F_{\text{tc}} = \frac{\pi \cdot \sigma \cdot d_{\text{cell}}^2}{4} \dots\dots\dots (8)$$

式中：

F_{tc} ——破碎室的受力，单位为牛 (N)；

σ ——支撑剂样品承受的应力，单位为兆帕 (MPa)；

d_{cell} ——破碎室的内径，单位为毫米 (mm)。

11.5.10 以平稳的速率给破碎室的活塞加压（参见 11.5.8），加载时间为 1min。达到额定压力的时间应该限定在此加载速率时间的 5% 以内。如果超出预定压力的 $\pm 2.5\%$ ，则应停止此次实验，用新的样品重新开始。极力推荐使用自动加载压力机。

11.5.11 保持该压力达 2min。

11.5.12 卸载压力后，将破碎室从压力机中取出。

11.5.13 小心地将样品倒入 11.4.2 步骤中所用相同的组筛中，将破碎室底部的样品刮出来，确保倒出全部样品。

11.5.14 将组筛放入振筛机内并振筛 10min。

11.5.15 仔细地称出盘中破碎材料的质量 m_{pan} 并作记录，精确度 0.1g。

11.5.16 根据公式（9）计算破碎样品的破碎率 m'_{pan} ，并按照破碎样品破碎率提交实验结果。支撑剂破碎实验按 11.4 制备 3 个样品，在同样破碎应力下，进行 3 次实验，平均值作为结果。

$$m'_{\text{pan}} = \frac{m_{\text{pan}}}{m_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

m'_{pan} ——支撑剂破碎率，以百分数表示；

m_{pan} ——实验中产生的微粒质量，单位为克（g）；

m_s ——支撑剂的质量，单位为克（g）。

12 树脂覆膜支撑剂的灼烧损耗

12.1 目的

该实验旨在确定树脂覆膜支撑剂样品上可燃材料的数量。

12.2 设备和材料

12.2.1 马弗炉或微波马弗炉，温度至少达到 927℃（1700°F）。

12.2.2 陶器或石英纤维灰化坩锅和盖子。

12.2.3 305mm（12in）坩锅钳，用于操作冷却的坩锅和盖子。

12.2.4 加厚隔热手套及防护面罩。

12.2.5 加入标准干燥剂的干燥器，干燥剂一般是无水硫酸钙或硅胶。

12.2.6 分析天平，精确度为 0.0001g。

12.2.7 分样器。

12.3 实验方法

12.3.1 将一系列坩锅和盖子放入 927℃ 的炉内约 15min，做预热处理。然后将预处理后的加盖坩锅放入含标准干燥剂的干燥器内，并冷却至室温。将炉子预热至最低 927℃，这是必要的条件。

12.3.2 用分析天平称坩锅和盖子的质量 m_{c+1} ，精确到 4 位小数，单位为克（g）。

12.3.3 用取样器分出 6g~10g 具代表性的样品。将约 6g~8g 的树脂覆膜层支撑剂放入坩锅内。

12.3.4 用分析天平称出样品及坩锅和盖子的质量，精确到 4 位小数，并记录质量 $m_{c,s}$ 。

12.3.5 小铲或较长的坩锅钳将加盖的坩锅和样品放入温度为 927℃ 的马弗炉内。

12.3.6 将炉子再加热至 927℃。这可能需要一些时间，视炉子的条件而异。

12.3.7 当炉子的温度加热至 927℃ 以后，令样品在炉内放置 2h（如果用微波炉，则需 15min）。

12.3.8 将加盖的坩锅和样品转入干燥器内并冷却至室温。检查加热后坩锅内所容的支撑剂样品。如果坩锅内留有黑色或深色残余物，则可能燃烧不完全。将加盖坩锅和样品重新放入炉内，时间至少为

30min，或黑色残余物烧至变成白色或灰色灰烬。

12.3.9 使用分析天平称量坩锅内的支撑剂样品，精确到4位小数，其质量记作 $m_{c+1+s(ht)}$ ，单位为克(g)。

12.3.10 计算树脂覆膜支撑剂质量灼烧损耗 Δm_{LOI} 由公式(10)给出。

$$\Delta m_{LOI} = \Delta m_s \times 100\% / m_s \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中：

Δm_{LOI} ——树脂覆膜支撑剂质量灼烧损耗，用百分数表示；

Δm_s ——灼烧损耗， $\Delta m_s = m_{c+1+s} - m_{c+1+s(ht)}$ ，单位为克(g)；

m_s ——原样品质量， $m_s = m_{c+1+s} - m_{c+1}$ ，单位为克(g)。

表5 计算实例

项目	质量, g
样品原始质量加上坩锅和盖子, m_{c+1+s}	8.8242
坩锅和盖子的质量, m_{c+1}	0.8039
样品质量, m_s	8.0203
加热样品的质量和坩锅, $m_{c+1+s(ht)}$	8.5742
质量损耗, Δm_s	0.2500

$$\Delta m_{LOI} = \frac{\Delta m_s \times 100\%}{m_s} = \frac{0.25}{8.0203} \times 100\% = 3.12\%$$

13 水力压裂和砾石充填用支撑剂技术指标

水力压裂和砾石充填用支撑剂技术指标见附录B。

14 健康、安全、环境控制要求

14.1 支撑剂实验室应清洁、干燥，应具备有通风设备和清水冲洗用具。

14.2 实验人员进行实验时应佩戴防护眼镜和防酸手套，高压实验设备应有明显的提示标识。

14.3 各种实验液体用后应收集处理，不得随意排放。

附录 A
(资料性附录)
浊度校准液的制备

A.1 浊度校准液的配制

按照下述方法制备聚合物白色悬浮浊度校准液。配制的浊度校准液经稀释后可达到一系列标准，适用于较广的浊度范围。校准液也可从设备厂家购买。

A.1.1 将 1.0g 的硫酸肼溶于蒸馏水中，稀释至液面到容量瓶的 100mL 刻度处。

A.1.2 将 10.0g 六甲撑四胺溶于蒸馏水中，稀释至液面到达容量瓶的 100mL 刻度处。

A.1.3 取上述每种溶液 5.0mL 加入到容量为 100mL 的量瓶中，使溶液混合并在 25℃ (77°F) 环境中静置 24h。

A.1.4 用蒸馏水将该混合液稀释至 100mL 并充分混合。该标准储存液的浊度是 400FTU。通过稀释储存液而配制的标准液的浊度与浊度浓度成正比。例如：将 50mL 浊度为 400FTU 溶液稀释至 100mL，配制成的标准溶液的浊度就是 200FTU。

A.1.5 每月应配制标准溶液。

A.2 设备的校准

这里介绍的是一种常规方法，给出了上述溶液的校准步骤。各类浊度仪校准程序的细节请查看设备手册。

A.2.1 将机器的波长调整至 450nm。

A.2.2 把不透明的杆放入样品室并调整归零。

A.2.3 将装有清澈无色水的小瓶子放入样品室，调整为全程控制，旨在得到透射百分比。

A.2.4 准备一张图纸用于将透射比转换为 NTU。

A.2.5 将浊度液稀释，旨在配制几种已知浊度的标准液。

A.2.6 将装有标准液的小瓶子放入样品室并读取透射百分比，每种溶液均如此。

A.2.7 绘制浊度 (NTU) 与透射率关系图。

附录 B

(规范性附录)

水力压裂和砾石充填用支撑剂技术指标

B.1 支撑剂粒径

实验样品至少应有 90% 能够通过系列的顶筛并留在规格上下限筛内 (即 1700/850, 850/425, 425/250 等规格的筛系列)。大于顶筛筛网孔径的样品不应超过全部实验样品的 0.1%, 筛网孔径见表 B.1, 留在筛系列底筛上的样品不应超过全部实验样品的 1%。即 850/425 μm 支撑剂样品, 留在 1180 μm 筛内的不应超过全部实验样品的 0.1%, 系列底筛 (300 μm) 上的样品不应超过全部实验样品的 1.0%。中值直径和每一级的筛子分布的样品都是合格的。

表 B.1 筛网孔径^a

筛孔尺寸, μm											
	3350/ 1700	2360/ 1180	1700/ 1000	1700/ 850	1180/ 850	1180/ 600	850/ 425	600/ 300	425/ 250	425/ 212	212/ 106
支撑剂/砾石充填标准规格, 目											
	6/12	8/16	12/18	12/20	16/20	16/30	20/40	30/50	40/60	40/70	70/140
GB/T 6003.1—2012 筛组 ^b , μm											
粗体为 规格上限	4750	3350	2360	2360	1700	1700	1180	850	600	600	300
	3350	2360	1700	1700	1180	1180	850	600	425	425	212
	2360	2000	1400	1400	1000	1000	710	500	355	355	180
粗体为 规格下限	2000	1700	1180	1180	850	850	600	425	300	300	150
	1700	1400	1000	1000	710	710	500	355	250	250	125
	1400	1180	850	850	600	600	425	300	212	212	106
	1180	850	600	600	425	425	300	212	150	150	75
	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘	底盘

^a 按照 GB/T 6003.1—2012 (或按 ASTM E11) 定义的筛系。

^b 筛子由顶部至底部顺序叠放。

B.2 砾石充填材料的粒径

实验样品至少应有 96.0% 能够通过系列的顶筛并留在规格上下限筛内 (即 1700/850, 850/425, 425/250 等规格的筛系列)。大于顶筛筛网孔径的样品不应超过全部实验样品的 0.1%, 筛网孔径见表 B.1, 留在筛系列底筛上的样品不应超过全部实验样品的 1%。即 850/425 μm 支撑剂样品, 留在 1700 μm 目筛内的不应超过全部实验样品的 0.1%, 系列底筛 (300 μm) 上的样品不应超过全部实验样品的 1.0%。中值直径和每一级的筛子分布的样品都是合格的。

B.3 球度和圆度

陶粒支撑剂和树脂覆膜陶粒支撑剂的平均球度应是 0.7 或更大；平均圆度应是 0.7 或更大。其他类型支撑剂的平均球度应是 0.6 或更大，平均圆度应是 0.6 或更大。

B.4 酸溶解度

支撑剂的酸溶解度材料不应超过表 B.2 中所示各值。

表 B.2 最大酸溶解度

支撑剂粒径, μm	最大酸溶解度 (质量分数)
树脂覆膜陶粒支撑剂、树脂覆膜石英砂	5.0%
压裂天然石英砂、陶粒支撑剂和砾石充填石英砂支撑剂	7.0%

B.5 支撑剂最大浊度

天然石英砂和砾石充填支撑剂的浊度不应超过 150FTU，陶粒支撑剂和树脂覆膜支撑剂的浊度不应超过 100FTU。

B.6 最大破碎率

B.6.1 提示

这个指标不适用于可固化树脂涂层支撑剂，固实晶片不在此实验范围内。

B.6.2 砾石充填支撑剂

在 14MPa 应力下，砾石充填支撑剂样品产生的微粒平均不应超过表 B.3 中规定的质量分数。

表 B.3 最大破碎率质量分数

砾石充填支撑剂粒径, m	破碎率, 质量分数 (最大)
2360/1180	8.0%
1700/850	4.0%
1180/600	2.0%
850/425	2.0%
600/300	2.0%
425/250	2.0%

B.6.3 压裂支撑剂

以支撑剂产生最大的碎屑不超过 10% 来确定其承受的最高应力值，并向下圆整至最近一级的递

减值 6.9MPa，见表 B.4。这个值代表材料能承受的最大应力值，即在该应力下支撑剂的破碎率不超过 10%。利用表 B.4 建立支撑剂 10%破碎率的破碎等级，这一等级也代表了支撑剂能承受的最高应力。例如：在 33MPa 应力条件下支撑剂产生了 10%微粒，向下圆整至 $6.9\text{MPa} \times 4$ ，支撑剂能够承受的最大应力而不产生超过 10%的破碎率的应力值是 28MPa，根据表 B.4，按支撑剂破碎率小于 10%提交的报告的分类级别应是 4K。

表 B.4 ISO 13503 - 2 10%破碎等级分类表

10%破碎等级	应力, MPa	应力, psi
1K	6.9	1000
2K	13.8	2000
3K	20.7	3000
4K	27.6	4000
5K	34.5	5000
6K	41.4	6000
7K	48.3	7000
8K	55.2	8000
9K	62.1	9000
10K	68.9	10000
11K	75.8	11000
12K	82.7	12000
13K	89.6	13000
14K	96.5	14000
15K	103.4	15000

表 B.5 国内支撑剂 9%破碎等级分类表

9%破碎等级	应力, MPa	应力, psi
2K	14	2000
4K	28	4000
5K	35	5000
7.5K	52	7500
10K	69	10000
12.5K	86	12500
15K	103	15000

附 录 C
(资料性附录)
技术性差异与原因对照表

本标准与 ISO 13503 - 2 的技术性差异及其原因见表 C.1。

表 C.1 本标准与 ISO 13503 - 2 技术性差异及其原因

本标准的章条编号	技术性差异	原因
6.3	增加国产系列标准筛	方便国内用户
9.3	增加国产浊度仪	方便国内用户
11.5.10	限定 1min 加载时间	降低成本
B.4	调整树脂覆膜支撑剂酸溶解度	符合支撑剂普遍技术水平
B.5	提出国内支撑剂的浊度要求	符合我国生产技术水平
B.6.3	增加国内支撑剂破碎率要求	简化支撑剂等级分类

附 录 D
(资料性附录)
筛子的校准

D.1 目的

由于筛子并非完美无缺且易于磨损，因此有必要对照主筛组检查各个筛子，无论新筛或曾用筛、匹配的或不匹配筛均需检查。不论何种筛子，光学仪器检查显示筛孔在直径及形状上发生变化。校准是确定筛孔差异程度及其影响的一种手段，而且通过校准筛子，可补偿其在制造中存在的差异从而确保筛析结果的一致性。

D.2 描述

用主筛组检查工作筛。使用主筛要非常谨慎以防止筛孔发生较大变化。主筛组由经过合格认证的筛子组成，每年用光学仪器校准，通常由设备原始厂家来完成，以保证筛子与 GB/T 6003.1—2012 (ASTM E 11) 的要求一致。如果筛子不能达到 GB/T 6003.1—2012 (ASTM E 11) 要求的技术规范，则要求用新的经过鉴定的筛子取而代之。筛子应妥善保管，防止磨损和/或损坏。

D.3 方法

将校准样品（参见 6.6）放入主筛组中，依照 6.4 的方法完成筛析，每个主筛上留下的试样在计算中将作为主筛上的样品质量。然后将校准样品放入工作筛组中，依照 6.4 完成筛析。每个工作筛上留下的试样在计算中将作为工作筛上的样品质量。如果主筛组和工作筛组总的实验样品质量差超过 $\pm 0.2\%$ ，则需重做实验。

按照公式 (D.1) 计算这个差值 D ；按照公式 (D.2) 计算差值百分比 D' ；

按照公式 (D.3) 计算绝对偏差 δ_A ；

按照公式 (D.4) 计算绝对偏差百分比 δ'_A 。

如果主筛组和工作筛组/供应商筛之间的绝对偏差百分比超过 10%，那么在比较结果时应考虑到这个差值。如果绝对偏差百分比超过 25%，就应更换工作筛了。

$$D = m_{ws} - m_{ms} \quad \dots\dots\dots (D.1)$$

$$D' = (D/m_{ms}) \times 100\% \quad \dots\dots\dots (D.2)$$

式中：

D ——差值，单位为毫米 (mm)；

D' ——差值百分比，以百分数表示；

m_{ms} ——主筛组每个筛子上保留的质量，单位为克 (g)；

m_{ws} ——工作筛组每个筛子上保留的质量，单位为克 (g)。

注意：对顶部筛子而言，绝对偏差等于土差值，可以为正或为负。

绝对偏差可由公式 (D.3) 计算得出：

$$\delta_{A,S(D)} = \delta_{A,S(I-1)} + DS(I) \quad \dots\dots\dots (D. 3)$$

式中：

$\delta_{A,S(D)}$ ——目标筛的绝对偏差，cm；

$\delta_{A,S(I-1)}$ ——前一个筛子的绝对偏差；

$DS(I)$ ——目标筛的差值。

绝对偏差百分比 $\delta'_{A,S(I-1 \pm D)}$ ，可以由公式 (D. 4) 计算得出：

$$\delta'_{A,S(I-1 \pm D)} = (\delta_{A,S(I-1 \pm D)} / m_{Ms}) \times 100\% \quad \dots\dots\dots (D. 4)$$

式中：

$\delta'_{A,S(I-1 \pm D)}$ ——前一个筛子的 $\pm DS(I)$ 的绝对偏差，目标筛的差值。

注意：这里“绝对”不是数学上的绝对函数。

实例：25 目筛的计算实例，见表 D. 1。

根据公式 (D. 1)： $D = 10.5 - 10.1 = 0.4$

根据公式 (D. 2)： $D' = (0.4/10.1) \times 100\% = 4.0\%$

根据公式 (D. 3)： $\delta_{A,S(D)} = 1.8 + 0.4 = 2.2$

根据公式 (D. 4)： $\delta'_{A,S(I-1 \pm D)} = (2.2/10.1) \times 100\% = 22.0\%$

表 D. 1 绝对偏差计算实例

筛孔尺寸，目	m_{Ms} ，g	m_{Ws} ，g	D ，mm	D'	$\delta_{A,S(D)}$ ，mm	$\delta_{A,S(D)}$
12	9.4	10.0	0.6	6.4%	0.6	6%
16	10.9	11.7	0.8	7.3%	1.4	13%
18	9.5	9.2	-0.3	-3.1%	1.1	12%
20	9.5	10.2	0.7	7.4%	1.8	19%
25	10.1	10.5	0.4	4.0%	2.2	22%
30	10.0	9.9	-0.1	-1.0%	2.1	21%
35	11.4	10.9	-0.5	-4.4%	1.6	14%
40	9.3	9.2	-0.1	-1.1%	1.5	16%
50	10.1	9.2	-0.9	-8.9%	0.6	6%
70	8.8	8.9	0.1	1.1%	0.7	8%
底盘	0.9	0.4	—	—	—	—

D. 4 准备校正样品

将按规格分类的样品混合在一起，配制成筛子校准样品。为了准备按规格分类的样品，首先要确定所需材料的特定粒径，然后配备一个筛组，包含这些孔径并加上一个底盘。

将 $100g \pm 20g$ 的样品放入顶部的筛子内并加盖，这些介质已经确认为来自实验材料。将筛组放入振筛机中摇动 10min。所用介质的质量应该充分利用，任何一个筛子上都不应超过 35g。

将筛组从振筛机中取出并拿下盖子。将顶部筛子取下来并小心地将其倒扣在回收盘内。将材料从回收盘中移至储存容器内，该容器上标记着材料的粒径。将筛子再放回到回收盘中，把筛子内的余留

SY/T 5108—2014

材料刷除干净，这部分材料不可再用。每个筛子均重复上述过程。

根据表 1 中的数据选择实验筛子的孔径。对每一个筛子孔径，称出约 10g 相应筛子孔径的材料。将该材料混合在一起，形成校准标准样。



精微高博
JWGB SCI.&TECH.

参 考 文 献

- [1] API RP 56: 1995 Recommended practices for testing sand used in hydraulic fracturing operations
- [2] API RP 58: 1995 Recommended practices for testing sand used in gravel – packing operations
- [3] API RP 60: 1995 Recommended practices for testing high strength proppants used in hydraulic fracturing operations
- [4] ANSI B74. 4 Bulk density of abrasive particles



精微高博
JWGB SCI.&TECH.

中华人民共和国
石油天然气行业标准
水力压裂和砾石充填作业用
支撑剂性能测试方法
SY/T 5108—2014

*

石油工业出版社出版
(北京安定门外安华里二区一号楼)
北京中石油彩色印刷有限责任公司排版印刷
新华书店北京发行所发行

*

880×1230 毫米 16 开本 2 印张 59 千字 印 1—1200
2015 年 3 月北京第 1 版 2015 年 3 月北京第 1 次印刷
书号：155021·7230 定价：24.00 元
版权专有 不得翻印

SY/T 5108—2014

精微高博
JWGB SCI.&TECH.



精微高博
JWGB SCI.&TECH.

全自动 真密度测试仪

JW-M100

分辨率

0.0001 g/mL

测试精度

±0.03%



JW-M100

全自动真密度测试仪



中国氮吸附仪的开拓者!

产品概览	01
产品特点	02
性能参数	03
合作伙伴	04

测试气体
氦气/氮气

测试特性
无损检测

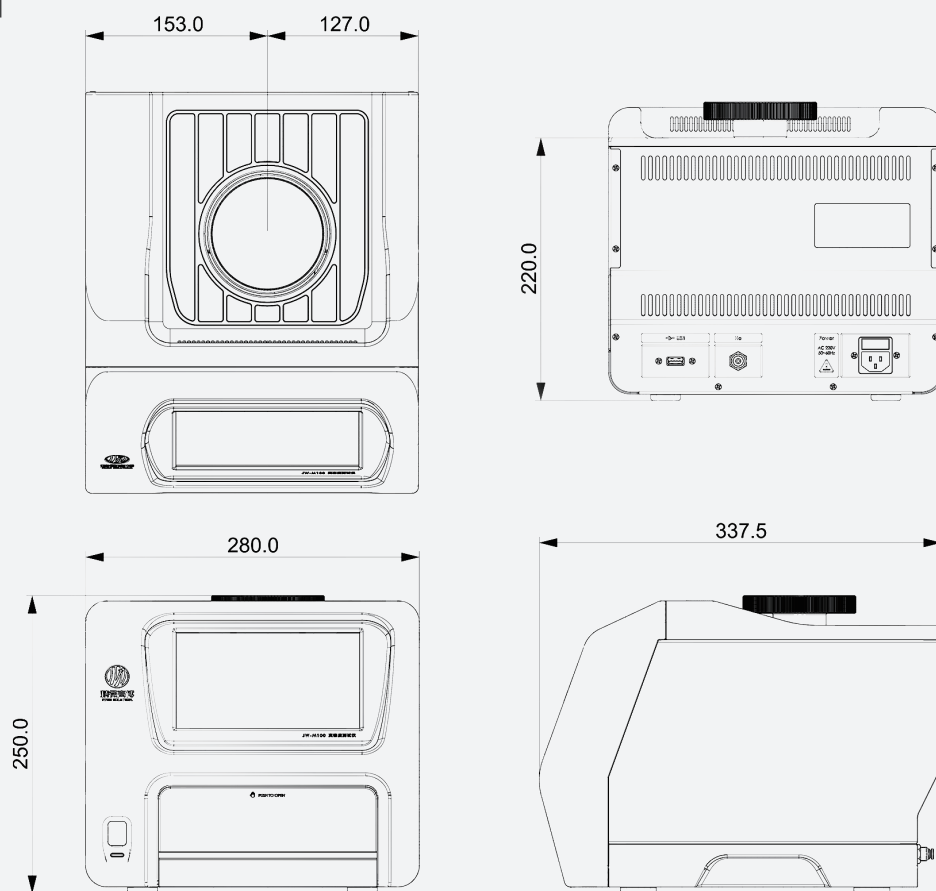
分辨率
0.0001g/mL

测试精度
±0.03%

产品概览 /Outline

真密度是固体材料特别是粉体颗粒的一项重要物理性能指标，其数值大小决定于材料化学组成纯度及固态致密性，其值直接影响材料质量、性能及用途。传统的测定材料真密度的方法是基于阿基米德原理的比重瓶法，因手动操作及液体排除的不精确性带来的系统误差及测试误差较大，国际ISO标准组织于2014年正式推行气体体积置换法国际标准ISO 12154用于测试真密度。精微高博公司JW-M100型全自动气体置换法真密度测试仪，能快速、高精度测量各种粉体、块体等固体材料的真体积及真密度，样品室体积范围 1cm^3 - 100cm^3 ，平均完成一次分析约需3min，测试效率高，非常适合质检的快速分析。

结构示意图



JW-M100 尺寸规格图

测试原理

应用气体置换法，利用小分子直径的惰性气体在一定条件下的玻尔定律 ($PV=nRT$)，在温度不变的情况下，一定质量气体的体积与压力成反比。精密测定样品室中样品放入前后的气体体积的变化，得到样品的真实体积（也叫骨架体积），从而得到其真密度，真密度=质量/真实体积。



产品特点 /Features

技术优越

原装机芯

原装机芯，集样品测试仓体、外气室仓体、压力传感器、控制阀门等于一体，保证了整个测试系统温度的均一性；同时确保样品测试仓体的高度一致性，真密度测试精度可达 $\pm 0.03\%$ ，重复性 $\pm 0.02\%$ ；

结构设计

仪器采用10寸全触摸液晶显示屏操作及控制，无需外配电脑，一体机设计，轻盈、小巧、美观，简捷、方便。同时，仪器设有智能自检程序，可自动判断测试系统的密封性，排除人为操作失误；

样品测试仓及样品池

有10ml ($\Phi 18\text{mm} \times 39.3\text{mm}$)和100ml ($\Phi 49\text{mm} \times 58\text{mm}$)两种不同规格仓体的主机仪器供用户灵活选择。其中：10ml仓体仪器，标配1套10ml样品池，亦可根据实际测试需要选择配置一套小容量1ml/3.5ml的转换仓供微量样品分析检测使用；

100ml仓体仪器，标配1套100ml样品池，亦可根据实际测试需要选择配置一套10ml/35ml的转换仓供样品分析检测使用；

测试模式

正压测试，测试压力范围1-1.3个大气压，无需使用真空泵，非常适合空心颗粒样品的真密度测试，不会因抽真空导致样品变形，也不会因抽真空导致粉末样品抽飞；

压力传感器

原装进口2bar，采集压力数据精度高；

标准物质

配置经中国计量科学研究院标定的无膨胀合金标准样品，体积精度高达10-4cc。亦可选配经国际权威认证机构认证的原装进口标准物质（但价格极其昂贵）；

操作软件

自主研发，全自动测试，样品测试完成1次平均约需3分钟，重复测试次数可自动设定，测试结果数据以txt文档自动保存并显现，可用U盘导出，同时配置有PC端标准测试报告生成及打印软件，供用户灵活选择。

典型分析实例

Density vs Cycle

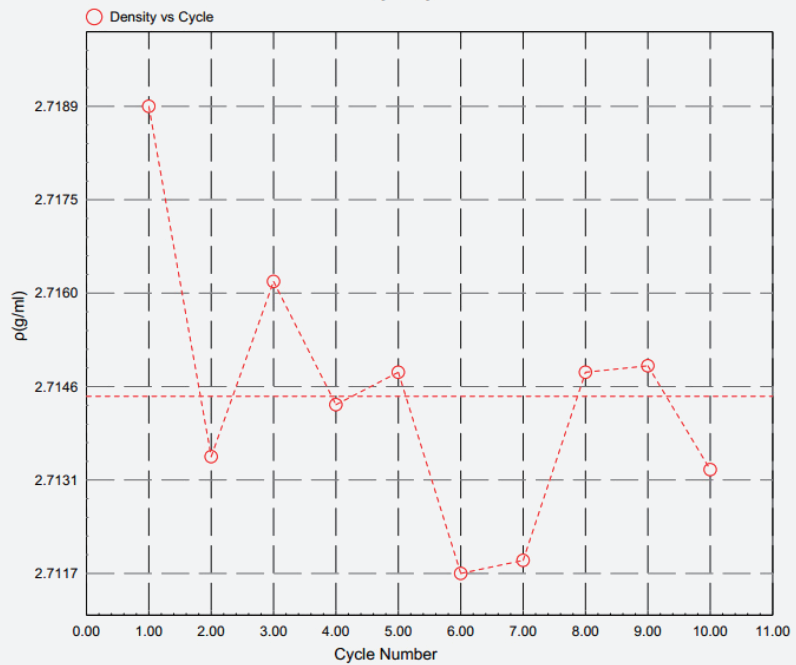
Sample ID: cs
 Sample Mass: 8.7869
 Number Of Purges: 3
 Number Of cycles: 10
 Analysis Day: 2017-06-21 Analysis Gas: He
 Analysis Time: 14:35 Temperature: 27.80 °C

Density and Volume Table

No.	P0	Pd	Pcd	Mp	Volume(cm3)	Density(g/cm3)
1	0.0064	31.4126	15.9658	1.0332	3.2318	2.7189
2	0.0077	31.2675	15.8870	1.0324	3.2382	2.7135
3	0.0071	31.4131	15.9636	1.0328	3.2349	2.7162
4	0.0069	31.3145	15.9113	1.0325	3.2373	2.7143
5	0.0073	31.3703	15.9404	1.0326	3.2367	2.7148
6	0.0055	31.3139	15.9076	1.0322	3.2403	2.7117
7	0.0067	31.4151	15.9598	1.0322	3.2401	2.7119
8	0.0062	31.5231	16.0175	1.0326	3.2367	2.7148
9	0.0075	31.4160	15.9638	1.0326	3.2366	2.7149
10	0.0062	30.9531	15.7263	1.0324	3.2385	2.7133

Average 1.0326 3.2371 2.7144
 Std Dev 0.0008
 Temperature 27.80 °C

Density vs Cycle



Average: 2.7144 g/cm3 Standard Deviation: 0.0008

性能参数 /Specification

型号	JW-M100
测试原理	气体置换法
测试功能	真密度、真体积，固体材料、泡沫材料开孔孔隙率测定；
分析站	1个，样品池体积1cm ³ -100cm ³ 可供灵活选择配置
测试范围	0.0001 g/ml—无已知上限；
分辨率	0.0001g/ml；
测试精度	± 0.03%；
重复性	± 0.02%；
测试效率	完成1次测试约需3分钟，重复测试次数可自动设定；
测试气体	氦气或氮气
测试模式	常温正压测试，无需使用真空泵
样品类型	粉末、颗粒、块状、泡沫状等固体样品
主机规格	长380mm*宽280mm*高280mm，重量约10Kg
环境温度要求	室温，建议配备空调
环境湿度要求	10%-90%
电源要求	交流220V±20V，50/60HZ，最大功率100W；
推荐应用领域	石墨负极材料、碳素材料、陶瓷、氧化铝、催化剂、滤材、核燃料、石油化工、土壤、肥料、炭黑、焦炭、纤维、矿物、制药、化妆品、水泥、粉末食品、干燥剂、粉末金属、离子交换树脂、硅胶、二氧化钛、固体泡沫等。

全面服务 /Services



7x24h

400电话



48h

48小时售后反馈



2 Years

两年质保期



3 Years

老客户再培训



5 Years

五年保险保障

合作伙伴 /Cooperative partner



清华大学



北京化工大学

Beijing University of Chemical Technology



北京大学

PEKING UNIVERSITY



中山大学

SUN YAT-SEN UNIVERSITY



國立清華大學

24小时服务热线
400-600-5039

请访问官网
www.JWGB.net

请发邮件到
sales@jwgb.net



精微高博
JWGB SCI.&TECH.

中国氮吸附仪的开拓者!

400-600-5039
sales@jwgb.net

北京经济技术开发区科创十三街12号德为科技园5号楼