

DZ

中华人民共和国地质矿产行业标准

DZ/T XXXXX—XXXX

油页岩样品的制备方法

Preparation of oil shale sample

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(报批稿)

202X—XX—XX 发布

202X—XX—XX 实施

中华人民共和国自然资源部 发布

目 次

前言..... II

1 范围..... 1

2 规范性引用文件..... 1

3 术语和定义..... 1

4 制样总则..... 1

5 设施、设备和工具..... 1

6 油页岩样品的接收与保存..... 1

7 油页岩样品制备过程..... 2

8 样品的留存..... 3

附录 A（规范性） 制备油页岩样品全过程的精密度的检验方法..... 4

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中华人民共和国自然资源部提出。

本文件由：全国自然资源与国土空间规划标准化技术委员会（SAC/TC93）归口。

本文件起草单位：沈阳岩土工程技术测试开发有限公司。

本文件主要起草人：洪军、韩宇、李本军、王福龙、刘晓芳、李小坤、赵炜、高洋洋、宫良永。

油页岩样品的制备方法

1 范围

本文件规定了油页岩样品制备的总则、设施、设备、工具和制备过程。
本文件适用于油页岩样品的制备。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

DZ/T 0130.2 地质矿产实验室测试质量管理规范 第2部分：岩石矿物分析试样制备
NB/T 51011 油页岩含油率的测定 格金法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 油页岩 oil shale

一种干馏后可获得页岩油的高灰分致密薄层状可燃有机岩。

4 制样总则

4.1 制备试样的目的

将采集送验的油页岩样品，经过破碎、混合、缩分和筛分等步骤制备成能代表原来油页岩样品的特性分析测试用试样。

4.2 在下列情况下需要按附录 A 规定检验油页岩样品制备的精密度：

- a) 首次采用本标准时；
- b) 首次使用新的破碎设备时；
- c) 制样破碎机维修后再使用时；
- d) 对样品制备的精密度发生怀疑时；
- e) 其它认为有必要校验制样精密度时。

5 设施、设备和工具

5.1 制样室应宽大敞亮，照明良好，并能划分出破碎、粉碎、缩分、干燥、操作台、存样等不同的独立区域。室内不能有强对流空气，不受风雨及外来灰尘的影响，应有配套的通风除尘设备。

5.2 颚式破碎机：进料口尺寸>80mm，出料口粒度可调 1mm~13mm。

5.3 密封式粉碎机：可研磨至粒度<0.177mm。

5.4 二分器：二分器的格槽宽度为样品最大粒度的 2.5~3 倍，但不小于 5mm。格槽数目两侧应相等，各格槽的宽度应该相同，格槽等斜面的坡度不小于 60°。

5.5 标准筛：孔径为 13mm, 6mm, 3mm 圆孔筛和 0.177mm 的方孔筛。

5.6 金属盘、毛刷、棕色广口磨口瓶、台秤、托盘天平、磅秤、清扫设备、操作台等。

5.7 电热鼓风干燥箱：温度可控，控制精度±1℃。

6 油页岩样品的接收与保存

6.1 样品的包装

将现场采集到的油页岩样品称重（样品质量应满足所设计分析项目的需要），然后装入带封口的厚壁塑料袋中密封（必要时多封几层，以避免页岩油损失）并在最短时间内送到实验室。

6.2 样品接收与记录

收到样品后，应按送样单与样品标签逐项核对，并核查样品的包装、质量、数量、粒度、采样地点和采样深度等相关信息逐一记录，并要求双方签字确认。

收样和制样时间、使用设备情况、制样人员等详细信息要记录在登记本上。

实验室在收到样品后，应立即开始制样，制备好的样品应在3天内检测完毕，以防止样品中含油率的损失。

7 油页岩样品制备过程

7.1 破碎

7.1.1 破碎过程

依据NB/T 51011对样品粒度的要求，应先使用颚式破碎机（5.2）调至出料粒度 $<13\text{mm}$ ，将全部样品进行初次破碎，并使其全部通过 13mm 标准筛，然后按照7.1.2将样品达到空气干燥状态。将颚式破碎机（5.2）出料口粒度调至 $\leq 3\text{mm}$ 处，将经初次破碎并空气干燥的样品（ $<13\text{mm}$ ）全部破碎，并使其全部通过 3mm 的圆孔标准筛。

7.1.2 空气干燥过程

空气干燥的方法如下：

- a) 自然干燥法：将粒度 $<13\text{mm}$ 试样称重后，放入金属盘（5.6）中均匀摊平，厚度应小于 20mm ，置于阴凉干燥且无强烈对流的室内自然干燥4小时后，再次称重，试样质量变化不超过 0.1% ，视为达到空气干燥状态，否则继续干燥，并每隔半小时进行检查性称重，直到质量变化不超过 0.1% 为止。
- b) 电热鼓风干燥箱干燥法：将粒度 $<13\text{mm}$ 试样称重后，放入金属盘（5.6）中均匀摊平，厚度应小于 20mm ，置于电热鼓风干燥箱（5.7）内，温度控制在 40°C 以下（ $\pm 1^{\circ}\text{C}$ ），干燥1小时后再次称重，试样质量变化不超过 0.1% ，视为达到空气干燥状态，否则继续干燥，并每隔半小时进行检查性称重，直到质量变化不超过 0.1% 为止。

7.2 缩分、取样和留样

整个缩分过程使用人工二分器（5.4）进行缩分，缩取的最小质量应满足测试项目的要求，并按其标准制备成分析用试样。将粒度 $\leq 3\text{mm}$ 的全部样品通过二分器均匀缩分成四份，取其三份，分别为油页岩含油率试样（按NB/T 51011制取）、备查样和其他分析项目试样，每份质量不少于 500g 。各份试样分别装入棕色广口磨口瓶中备用和留存。

7.3 对制样粒度有特殊要求的项目试样

粒度要求特殊的试验项目所用的样品的制备，应按本标准的各项规定，在相应的阶段使用相应设备制取、同时在破碎时应采用逐级破碎的方法。即调节破碎机（5.2）破碎口，只使大于要求粒度的颗粒被破碎，小于要求粒度的颗粒不再被重复破碎。

7.4 制备其他分析项目试样

其他分析项目试样应按照DZ/T 0130.2规定，需使用密封式粉碎机（5.3）粉碎，使其全部通过 0.177mm 方孔标准筛（5.5），并装入棕色广口磨口瓶中。

7.5 制样流程图

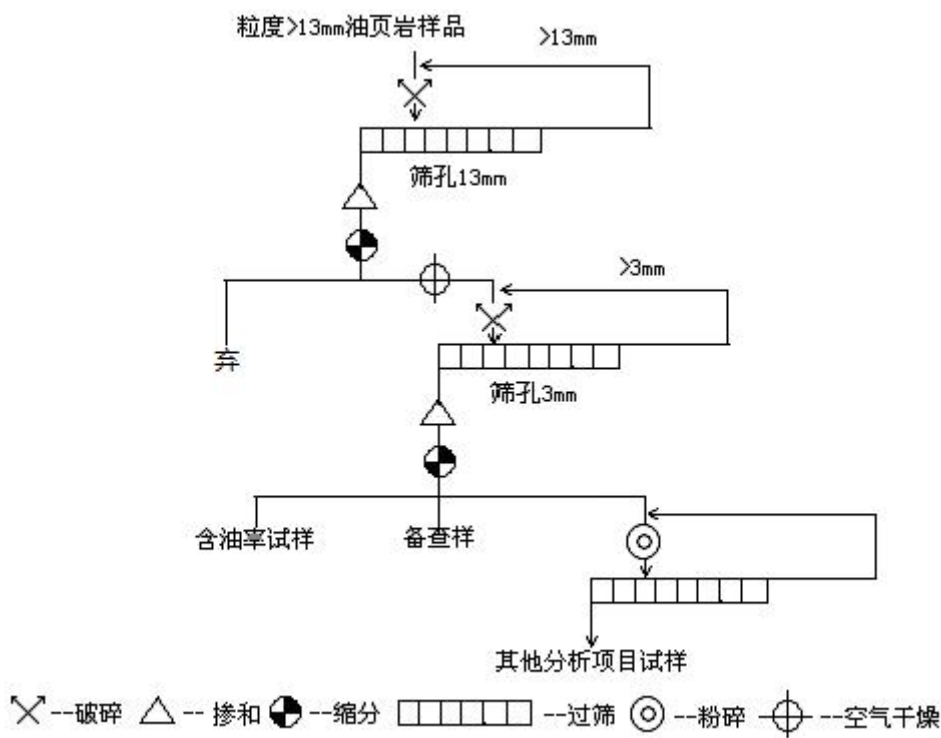


图 1 油页岩样品制备流程图

8 样品的留存

样品制备后3天内不能完成测试或备查样需要保留时间超过3天时，需将样品密封并放置在0℃~5℃的条件下，含油率<10%的试样的留存时间为15天，逾期作废；含油率≥10%的试样的留存时间为5天，逾期作废。

附录 A

(规范性)

制备油页岩样品全过程的精密度的检验方法

A.1 制样和化验精密度核验

制样和化验程序（或设备）精密度用核验制样和化验总方差是否超过目标值 V_{pt}^0 的方法进行。

核验方法如下：

- a) 于试验第一缩分阶段缩分出一对双份试样，然后分别制成试验试样，并测定有关参数（一般为灰分）。按此法缩取、制备和化验 10 对双份试样。
- b) 按式 1 计算各对结果差值的标准差 s ：

$$s = \sqrt{\frac{\sum d_i^2}{2n}} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

d_i —双份试样测定结果绝对差值；

n —双份试样对数，这里 $n=10$ 。

或由 10 对双份试样测定结果绝对差值的平均值 y ，计算出标准差近似值：

$$s = 0.8862y \dots\dots\dots (A.2)$$

- c) 将标准差 s 与方差目标值 V_{pt}^0 进行比较：

- 1) 如 $0.70\sqrt{V_{pt}^0} < s < 1.75\sqrt{V_{pt}^0}$ ，则可认为制样和化验精密度符合要求；
- 2) 如 $s < 0.70\sqrt{V_{pt}^0}$ ，则可认为精密度优于目标值；
- 3) 如 $s > 1.75\sqrt{V_{pt}^0}$ ，则可认为精密度达不到目标值。
- 4) 如连续两组 10 对双份试样的标准差都落在目标值范围内或优于目标值，才能认可为制样和化验精密度符合要求。