



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 16783.1—2014/ISO 10414-1:2008  
代替 GB/T 16783.1—2006

## 石油天然气工业 钻井液 现场测试 第1部分：水基钻井液

Petroleum and natural gas industries—Field testing of drilling fluids—  
Part 1: Water-based fluids

(ISO 10414-1:2008, IDT)

2014-12-05 发布

2015-06-01 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



中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
石油天然气工业 钻井液  
现场测试 第 1 部分:水基钻井液  
GB/T 16783.1—2014/ISO 10414-1:2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 5 字数 146 千字  
2015 年 5 月第一版 2015 年 5 月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-51386 定价 66.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107

## 目 次

|                          |     |
|--------------------------|-----|
| 前言 .....                 | III |
| 1 范围 .....               | 1   |
| 2 术语和定义 .....            | 1   |
| 3 符号和缩略语 .....           | 2   |
| 3.1 符号 .....             | 2   |
| 3.2 缩略语 .....            | 5   |
| 4 钻井液密度 .....            | 5   |
| 4.1 概述 .....             | 5   |
| 4.2 仪器 .....             | 5   |
| 4.3 测定程序 .....           | 6   |
| 4.4 计算 .....             | 6   |
| 5 钻井液密度测定补充方法 .....      | 8   |
| 5.1 概述 .....             | 8   |
| 5.2 仪器 .....             | 8   |
| 5.3 测定程序 .....           | 8   |
| 5.4 计算 .....             | 8   |
| 6 黏度和切力 .....            | 9   |
| 6.1 概述 .....             | 9   |
| 6.2 用马氏漏斗测定黏度 .....      | 9   |
| 6.3 用直读式黏度计测定黏度和切力 ..... | 9   |
| 7 滤失量 .....              | 11  |
| 7.1 概述 .....             | 11  |
| 7.2 低温低压(API)滤失试验 .....  | 11  |
| 7.3 高温高压(HTHP)滤失试验 ..... | 12  |
| 8 水、油和固相含量 .....         | 14  |
| 8.1 概述 .....             | 14  |
| 8.2 仪器 .....             | 15  |
| 8.3 测定程序 .....           | 15  |
| 8.4 计算 .....             | 16  |
| 9 含砂量 .....              | 17  |
| 9.1 概述 .....             | 17  |
| 9.2 仪器 .....             | 18  |
| 9.3 测定程序 .....           | 18  |
| 10 亚甲基蓝容量 .....          | 18  |
| 10.1 概述 .....            | 18  |
| 10.2 药品和仪器 .....         | 18  |

|              |                                      |    |
|--------------|--------------------------------------|----|
| 10.3         | 测定程序 .....                           | 19 |
| 10.4         | 计算 .....                             | 19 |
| 11           | pH 值 .....                           | 20 |
| 11.1         | 概述 .....                             | 20 |
| 11.2         | 药品和仪器 .....                          | 21 |
| 11.3         | pH 值的测定程序 .....                      | 22 |
| 11.4         | 电极维护程序 .....                         | 23 |
| 12           | 碱度和石灰含量 .....                        | 23 |
| 12.1         | 概述 .....                             | 23 |
| 12.2         | 药品和仪器 .....                          | 23 |
| 12.3         | 滤液酚酞碱度和甲基橙碱度的测定程序 .....              | 24 |
| 12.4         | 钻井液酚酞碱度的测定程序 .....                   | 24 |
| 12.5         | $P_f$ 和 $M_f$ 的计算 .....              | 24 |
| 12.6         | 石灰含量的估算 .....                        | 24 |
| 13           | 氯离子含量 .....                          | 25 |
| 13.1         | 概述 .....                             | 25 |
| 13.2         | 药品和仪器 .....                          | 25 |
| 13.3         | 测定程序 .....                           | 25 |
| 13.4         | 计算 .....                             | 26 |
| 14           | 以钙离子计的总硬度 .....                      | 26 |
| 14.1         | 概述 .....                             | 26 |
| 14.2         | 药品和仪器 .....                          | 26 |
| 14.3         | 测定程序 .....                           | 27 |
| 14.4         | 计算 .....                             | 27 |
| 附录 A (资料性附录) | 水基钻井液化学分析 .....                      | 28 |
| 附录 B (资料性附录) | 用浮筒切力计测定静切力 .....                    | 42 |
| 附录 C (资料性附录) | 电阻率测定 .....                          | 44 |
| 附录 D (资料性附录) | 测试前钻井液中空气或其他气体的清除方法 .....            | 45 |
| 附录 E (资料性附录) | 钻杆腐蚀环试验 .....                        | 46 |
| 附录 F (资料性附录) | 取样、检验和拒收 .....                       | 49 |
| 附录 G (资料性附录) | 井场取样 .....                           | 51 |
| 附录 H (资料性附录) | 玻璃量具、温度计、黏度计、蒸馏器杯和钻井液密度计的检验和校正 ..... | 54 |
| 附录 I (规范性附录) | 用螺钉固定杯盖式渗透性封堵仪测定水基钻井液高温高压滤失量 .....   | 58 |
| 附录 J (规范性附录) | 用螺纹杯盖式渗透性封堵仪测定水基钻井液高温高压滤失量 .....     | 66 |
| 附录 K (资料性附录) | 水基钻井液报表格式 .....                      | 73 |
| 参考文献         | .....                                | 74 |

## 前 言

GB/T 16783《石油天然气工业 钻井液现场测试》由以下两部分组成：

- 第 1 部分：水基钻井液；
- 第 2 部分：油基钻井液。

本部分为 GB/T 16783 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 16783.1—2006《石油天然气工业 钻井液现场测试 第 1 部分：水基钻井液》。与 GB/T 16783.1—2006 相比，主要技术变化如下：

- 增加了 4 条术语(见第 2 章)；
- 增加了符号和 10 条缩略语(见第 3 章)；
- 增加了表 2“密度单位的换算”(见第 4 章)；
- 增加了 9 个计算公式(见第 4 章、第 6 章、第 8 章、第 10 章、第 12 章、第 13 章和附录 C)；
- “空气或天然气”改为“空气或其他气体”(见 4.3.3、5.1、8.3.3、8.3.6、10.3.1、C.3.1 和附录 D)；
- 增加了“警告”(见标准名称之后第 1 章之前、第 6 章、第 7 章、第 10 章、第 11 章、第 12 章、第 13 章、第 14 章、附录 A 和附录 E)；
- 漏斗黏度计的流出口内径由 0.185 in 改为 0.188 in(3/16 in)(见 6.2.1.1.2)；
- 漏斗黏度计的筛网孔径由 0.185 in 改为 0.063 in(1/16 in)、固定位置由 0.784 in 改为 0.75 in(3/4 in)(见 6.2.1.1.3)；
- 修改了高温高压滤失试验的升温时间要求(见 7.3.2.6、7.3.3.6)；
- 亚甲基蓝容量测定中的“钻屑”改为“钻井固相”(见 10.1.1、10.1.2、10.4)；
- “摩尔数”改为“物质的量”(见 10.2.1、14.2.1、A.1.2.1、A.3.2.1)；
- 图 1 中增加了“终点过量”说明(见第 10 章)；
- 钻井液酚酞碱度测定中钻井液取样量由“10 mL”改为“1.0 mL”(见 12.4.1)；
- 修改了表 A.1 中的管系数(见附录 A)；
- 硫化物含量测定中扩散管距底部的距离由 5 mm(0.2 in)改为 6 mm(0.25 in)(见 A.4.3.9)；
- 表 A.4 中 KCl 浓度由 0.175 改为 0.18，钾离子浓度由 262.5 改为 263(见附录 A)；
- 修改了公式(B.2)(见附录 B)；
- 钻杆腐蚀环试验中增加了 2 项药品和仪器(见 E.2.9、E.2.10)，细化了定性检验腐蚀环方法(见 E.3.4)；
- 取样、检验和拒收中增加了比对方面内容(见 F.5)；
- 删除了“用旋转黏度计测量钻井液静切力”(见 2006 年版的附录 I)；
- 增加了“用螺钉固定杯盖式渗透性封堵仪测定水基钻井液高温高压滤失量”(见附录 I)；
- 增加了“用螺纹杯盖式渗透性封堵仪测定水基钻井液高温高压滤失量”(见附录 J)；
- 增加了“水基钻井液报表格式”(见附录 K)。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 10414-1:2008《石油天然气工业 钻井液现场测试 第 1 部分：水基钻井液》(英文版)。

本部分还做了下列编辑性修改：

- a) 调整了部分符号的顺序；
- b) 用密度符号“g/cm<sup>3</sup>”代替符号“g/mL”；

c) 改正了印刷错误:

- 1) 原文 14.3.8 中“钙指示剂”改为“硬度指示剂”;
- 2) 原文 A.7.3.1 中“100 mL 量筒”改为“100 mL 容量瓶”;
- 3) 原文 A.7.3.2 中“用 25 mL 量筒量取”改为“用 25 mL 移液管量取”;
- 4) H.2.1 中“H.3”改为“H.3.1”;
- 5) J.3.2.7 中“200 kPa(30 psi)”改为 207 kPa(30 psi);
- 6) J.4.3.1 中的“表 2”改为“表 I.1”。

d) 原文中部分章条使用  $N$  作为浓度单位,由于  $N$  这个浓度单位已经淘汰,将其改为 mol/L。

本部分由全国石油天然气标准化技术委员会(SAC/TC 355)提出并归口。

本部分主要起草单位:中国石油化工集团公司胜利石油管理局钻井工艺研究院。

本部分参加起草单位:中国石油化工集团公司中原石油勘探局钻井工程技术研究院。

本部分主要起草人:韩来聚、严新新、唐志军、王爱国、乔军、张敬辉、周晓蕾、王俊涛、罗云凤、张志财、夏晔、王丽萍、李灵英、张星梅、张虹。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 16783—1997;

——GB/T 16783.1—2006。

# 石油天然气工业 钻井液

## 现场测试 第1部分:水基钻井液

**警告:**与其他需要使用具有潜在危险性的化学物质的实验室程序一样,本部分的用户应具备相关的知识,并已接受过有害化学物质使用与处置的培训。用户有责任遵守当地、区域和国家对实验室工作人员的所有适用要求,以及当地的健康、安全、环保法规。

### 1 范围

GB/T 16783 的本部分提供了水基钻井液下述性能的测试程序:

- a) 钻井液密度;
- b) 黏度和切力;
- c) 滤失量;
- d) 水、油和固相含量;
- e) 含砂量;
- f) 亚甲基蓝容量;
- g) pH 值;
- h) 碱度和石灰含量;
- i) 氯离子含量;
- j) 以钙离子计的总硬度。

附录 A~附录 J 提供了附加的试验方法,可用于:

- 钙离子、镁离子、硫酸钙、硫离子、碳酸盐、钾离子的化学分析;
- 静切力测定;
- 电阻率测定;
- 从钻井液中除气;
- 钻杆腐蚀监测;
- 取样、检验和拒收;
- 井场取样;
- 玻璃量具、温度计、黏度计、蒸馏器杯和钻井液密度计的检验和校正;
- 用两种测试仪器进行高温高压渗透性封堵测定。

附录 K 提供了水基钻井液报表格式。

### 2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 2.1

**ACS 试剂级 ACS reagent grade**

符合由美国化学协会(ACS)规定的纯度标准的试剂级别。

2.2

**达西 darcy**

多孔介质渗透率的单位,以 D 表示。1 达西的含义是黏度为 1 cP 的单相流体,完全充填孔隙性介质时,在  $1 \text{ atm} \cdot \text{cm}^{-1}$  的压力或等效液压梯度下,在黏滞流动条件下通过单位横截面积孔隙介质的流量,表示为  $1 \text{ mL} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$ 。

注 1:  $1 \text{ cP} = 1 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 。

注 2:  $1 \text{ atm} \cdot \text{cm}^{-1} = 101.325 \text{ kPa} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

注 3:  $1 \text{ D} = 1.02 \mu\text{m}$ 。

2.3

**四等分 quarter**

<动词>将试样按四分法混合均匀并分为四等份,以保证试样的均一性。

2.4

**瞬时滤失量 spurt loss**

滤饼形成前通过过滤介质的液体体积。

2.5

**取样管取样法 tube sampling**

将取样管插入袋装或散装的粉状材料中,将端口闭合并小心抽出,从而取出样品的一种方法。

3 符号和缩略语

3.1 符号

注 1: 下标“A”表示国际单位制,下标“B”表示美国传统单位制。

注 2: bbl 为桶(美制)。1 bbl=158.988 L。

注 3: psi 为磅力每平方英寸(lbf/in<sup>2</sup>)。1 psi=6.894 8 kPa。

注 4: gal 为加仑(美制,液体)。1 gal=3.785 4 L。

$A_A$ ——面积,cm<sup>2</sup>

$A_B$ ——面积,in<sup>2</sup>

$C_{th}$ ——温度计的校正值

$c_{b,A}$ ——加重材料含量,kg/m<sup>3</sup>

$c_{b,B}$ ——加重材料含量,lb/bbl

$c_{Ca^{2+},A}$ ——钙离子含量,mg/L

$c_{Ca^{2+},B}$ ——钙离子含量,ppm

$c_{Ca^{2+}+Mg^{2+},A}$ ——钙镁离子含量(总硬度),mg/L

$c_{Ca^{2+}+Mg^{2+},B}$ ——钙镁离子含量(总硬度),ppm

$c_{CaSO_4,A}$ ——硫酸钙含量,mg/L

$c_{CaSO_4,B}$ ——硫酸钙含量,ppm

$c_{CO_2+CO_3^{2-}+HCO_3^-,A}$ ——可溶性碳酸盐总量,mg/L

$c_{CO_2+CO_3^{2-}+HCO_3^-,B}$ ——可溶性碳酸盐总量,ppm

$c_{Cl^-,A}$ ——氯离子含量,mg/L

$c_{Cl^-,B}$ ——氯离子含量,ppm

$c_{ex-CaSO_4,A}$ ——未溶解的(过量的)硫酸钙含量,mg/L

$c_{ex-CaSO_4,B}$ ——未溶解的(过量的)硫酸钙含量,ppm



- $c_{f,KCl,A}$ ——滤液中氯化钾含量, mg/L  
 $c_{f,KCl,B}$ ——滤液中氯化钾含量, ppm  
 $c_{K^+,A}$ ——钾离子含量, mg/L  
 $c_{K^+,B}$ ——钾离子含量, ppm  
 $c_{KCl,A}$ ——氯化钾含量, mg/L  
 $c_{KCl,B}$ ——氯化钾含量, ppm  
 $c_{lg,A}$ ——低密度固相含量, kg/m<sup>3</sup>  
 $c_{lg,B}$ ——低密度固相含量, lb/bbl  
 $c_{lime,A}$ ——钻井液中石灰含量, kg/m<sup>3</sup>  
 $c_{lime,B}$ ——钻井液中石灰含量, lb/bbl  
 $C_{MBT}$ ——亚甲基蓝容量  
 $c_{NaCl,A}$ ——氯化钠含量, mg/L  
 $c_{NaCl,B}$ ——氯化钠含量, ppm  
 $c_{S^{2-},A}$ ——硫离子含量, mg/L  
 $c_{S^{2-},B}$ ——硫离子含量, ppm  
 $c_{ss,A}$ ——悬浮固相含量, kg/m<sup>3</sup>  
 $c_{ss,B}$ ——悬浮固相含量, lb/bbl  
 $D$ ——外径  
 $E_{BE,A}$ ——膨润土当量, kg/m<sup>3</sup>  
 $E_{BE,B}$ ——膨润土当量, lb/bbl  
 $F_w$ ——水的(体积)系数  
 $f$ ——表 A.1 及表 A.2 中的管系数, 用于硫化物或碳酸盐的浓度计算  
 $K$ ——电池常数, m<sup>2</sup>/m  
 $k_{cor}$ ——校正系数  
 $l_A$ ——浸入在钻井液中的切力计浮筒长度, cm  
 $l_B$ ——浸入在钻井液中的切力计浮筒长度, in  
 $l_{st}$ ——Dräger 管变色长度  
 $M_f$ ——滤液甲基橙碱度  
 $m_{ds}$ ——干燥样品质量, g  
 $m_s$ ——亚甲基蓝质量, g  
 $m_{st}$ ——切力计浮筒质量, g  
 $m_{tot}$ ——切力总质量(平板和砝码总质量), g  
 $m_w$ ——水的质量, g  
 $\Delta m$ ——腐蚀环损失质量, g  
 $P_{df}$ ——钻井液酚酞碱度  
 $P_f$ ——滤液酚酞碱度  
 $q_A$ ——腐蚀速率, kg/(m<sup>2</sup>·a)  
 $q_B$ ——腐蚀速率, lb/(ft<sup>2</sup>·a)  
 $R_{QAS/STPB}$ ——季铵盐与四苯硼钠的浓度比值  
 $R_{r,df}$ ——钻井液的电阻率仪读数, Ω  
 $R_{r,f}$ ——滤液的电阻率仪读数, Ω  
 $R_1$ ——标准温度计的平均读值  
 $R_2$ ——待校正温度计的平均读值

- $R_{2,cor}$ ——温度计校正读值  
 $R_{300}$ ——300 r/min 时的黏度计读值  
 $R_{600}$ ——600 r/min 时的黏度计读值  
 $r_{df}$ ——钻井液电阻率,  $\Omega \cdot m$   
 $r_f$ ——滤液电阻率,  $\Omega \cdot m$   
 $t$ ——腐蚀环放置总时间, h  
 $t_1$ ——初始读值的时间, min(推荐选择  $t_1 = 7.5$  min)  
 $t_2$ ——最终读值的时间, min(推荐选择  $t_2 = 30$  min)  
 $V_{df}$ ——钻井液样品体积, mL  
 $V_{EDTA}$ ——EDTA 溶液体积, mL  
 $V_{EDTA,df}$ ——钻井液消耗的 EDTA 溶液体积, mL  
 $V_{EDTA,f}$ ——钻井液滤液消耗的 EDTA 溶液体积, mL  
 $V_f$ ——滤液样品体积, mL  
 $V_{mb}$ ——亚甲基蓝溶液体积, mL  
 $V_o$ ——油的体积, mL  
 $V_{PPT}$ ——渗透性封堵滤失量, mL  
 $V_{RC}$ ——蒸馏器杯体积, mL  
 $V_s$ ——样品体积, mL  
 $V_{sn}$ ——硝酸银溶液体积, mL  
 $V_w$ ——水的体积, mL  
 $V_1$ ——瞬时滤失量, mL  
 $V_{7.5}$ ——7.5 min 的滤液体积, mL  
 $V_{30}$ ——30 min 的滤液体积, mL  
 $v_{sf}$ ——静滤失速率(渗漏速率),  $mL/min^{1/2}$   
 $Y_{P,A}$ ——动切力, Pa  
 $Y_{P,B}$ ——动切力, lbf/100 ft<sup>2</sup>  
 $\gamma_A$ ——静切力, Pa  
 $\gamma_B$ ——静切力, lbf/100 ft<sup>2</sup>  
 $\Gamma_{DFG,A}$ ——钻井液压力梯度, kPa/m  
 $\Gamma_{DFG,B}$ ——钻井液压力梯度, psi/1 000 ft  
 $\eta_a$ ——表观黏度,  $mPa \cdot s$   
 $\eta_{P,A}$ ——塑性黏度,  $mPa \cdot s$   
 $\eta_{P,B}$ ——塑性黏度, cP  
 $\theta$ ——温度, °C 或 °F  
 $\rho$ ——与蒸馏水相比时的密度,  $g/cm^3$   
 $\rho_A$ ——密度,  $kg/m^3$   
 $\rho_{B1}$ ——密度, lb/gal  
 $\rho_{B2}$ ——密度, lb/ft<sup>3</sup>  
 $\rho_b$ ——加重材料密度,  $g/cm^3$   
 $\rho_{df,A}$ ——钻井液密度,  $g/cm^3$   
 $\rho_{df,B}$ ——钻井液密度, lb/gal  
 $\rho_f$ ——滤液密度,  $g/cm^3$   
 $\rho_{lg}$ ——低密度固相密度,  $g/cm^3$ (如未知则用 2.6)

$\rho_o$ ——油的密度,  $\text{g}/\text{cm}^3$  (如未知则用 0.8)

$\rho_w$ ——试验温度下水的密度,  $\text{g}/\text{cm}^3$

$\varphi_b$ ——加重材料的体积分数, %

$\varphi_{lg}$ ——低密度固相的体积分数, %

$\varphi_o$ ——油的体积分数, %

$\varphi_s$ ——蒸馏固相的体积分数, %

$\varphi_{ss}$ ——悬浮固相的体积分数, %

$\varphi_w$ ——水的体积分数, %

### 3.2 缩略语

AA —— 原子吸收光谱

ACS —— 美国化学协会

API —— 美国石油学会

ASTM —— 美国试验与材料协会

BE —— 膨润土当量

CAS —— 化学文摘社

DFG —— 钻井液压力梯度

DS —— 钻井固相

EDTA —— 乙二胺四乙酸

HTHP —— 高温高压

LGS —— 低密度固相

MBT —— 亚甲基蓝试验/容量

meq —— 毫克当量

OCMA —— 油田化学材料制造商协会(原中东公司)

PPA —— 渗透性封堵仪

PPT —— 渗透性封堵试验

PTFE —— 聚四氟乙烯

PV —— 塑性黏度, 油田常用术语

QAS —— 季铵盐

TC —— 盛液用

TD —— 移液用

USC —— 美国传统单位制, 常用于美国制定的测试方法

## 4 钻井液密度

### 4.1 概述

本方法可测定给定体积的流体质量(即密度)。钻井液密度的单位为克每立方厘米或千克每立方米(磅每加仑或磅每立方英尺)。

### 4.2 仪器

4.2.1 密度计: 精度可达  $\pm 0.01 \text{ g}/\text{cm}^3$  或  $\pm 10 \text{ kg}/\text{m}^3$  ( $0.1 \text{ lb}/\text{gal}$  或  $0.5 \text{ lb}/\text{ft}^3$ ) 的任何一种仪器。

通常用钻井液密度计来测定钻井液的密度。钻井液杯位于臂梁的一端, 由臂梁另一端的固定平衡

锤和一个可沿刻度梁自由移动的游码来平衡。臂梁上装有水准泡以确保准确地平衡,必要时可使用扩大量程的附件。

应经常用淡水来校正仪器。在 21 °C (70 °F) 时,淡水的密度值应为 1.00 g/cm<sup>3</sup> 或 1 000 kg/m<sup>3</sup> (8.345 lb/gal 或 62.3 lb/ft<sup>3</sup>)。否则,应根据需要调节刻度梁末端的平衡螺丝或增减刻度梁末端小孔内的铅粒数。

4.2.2 温度计:量程为 0 °C ~ 105 °C (32 °F ~ 220 °F)。

### 4.3 测定程序

4.3.1 将仪器底座放置在一个水平的平面上。

4.3.2 测量并记录待测钻井液的温度。

4.3.3 将待测钻井液注入洁净、干燥的钻井液杯中,把杯盖放在注满钻井液的杯上,旋转杯盖至盖紧。应确保有一些钻井液从杯盖小孔溢出,以排出混入钻井液中的空气或其他气体(见附录 D 关于从钻井液中除气的信息)。

4.3.4 将杯盖压紧在钻井液杯上(用一手指堵住杯盖的小孔),将杯和盖的外部冲洗干净并擦干。

4.3.5 将仪器臂梁放在底座的刀垫上,沿刻度梁移动游码使之平衡。当水准泡位于两条刻度线中间时即达到平衡。

4.3.6 从游码朝向钻井液杯的一侧读取四种单位中任意一种单位表示的钻井液密度值。可直接读取以 g/cm<sup>3</sup>、lb/gal、lb/ft<sup>3</sup> 为单位的密度值或以 psi/1 000 ft 表示的钻井液压力梯度。

### 4.4 计算

4.4.1 记录钻井液密度值,精确至 0.01 g/cm<sup>3</sup> 或 10 kg/m<sup>3</sup> (0.1 lb/gal 或 0.5 lb/ft<sup>3</sup>)。

4.4.2 用式(1)~式(3)将密度  $\rho$  的单位从 g/cm<sup>3</sup> 转换为其他单位。

$$\rho_A = 1\,000 \times \rho \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$\rho_A$ ——密度,单位为千克每立方米(kg/m<sup>3</sup>)。

$$\rho_{B1} = 8.345 \times \rho \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$\rho_{B1}$ ——密度,单位为磅每加仑(lb/gal)。

$$\rho_{B2} = 62.3 \times \rho \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$\rho_{B2}$ ——密度,单位为磅每立方英尺(lb/ft<sup>3</sup>)。

表 2 给出了密度单位的换算系数。

式(4)~式(7)可将密度转换为钻井液压力梯度  $\Gamma_{DFG}$ ,单位为千帕每米(或磅每平方英寸每一千英尺)。

$$\Gamma_{DFG,A} = 9.81 \times \rho \quad \dots\dots\dots(4)$$

$$\Gamma_{DFG,A} = 0.022\,6 \times \Gamma_{DFG,B} \quad \dots\dots\dots(5)$$

$$\Gamma_{DFG,B} = 52.0 \times \rho_{B1} \quad \dots\dots\dots(6)$$

$$\Gamma_{DFG,B} = 6.94 \times \rho_{B2} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$\Gamma_{DFG,A}$ ——钻井液压力梯度,单位为千帕每米(kPa/m);

$\Gamma_{DFG,B}$ ——钻井液压力梯度,单位为磅每平方英寸每一千英尺(psi/1 000 ft)。

密度转换参见表 1。

表 1 密度转换

| 克每立方厘米 <sup>a</sup><br>g/cm <sup>3</sup> | 千克每立方米<br>kg/m <sup>3</sup> | 磅每加仑<br>lb/gal     | 磅每立方英尺<br>lb/ft <sup>3</sup> |
|--|-----------------------------|--------------------|------------------------------|
| 0.70                                     | 700                         | 5.8                | 43.6                         |
| 0.80                                     | 800                         | 6.7                | 49.8                         |
| 0.90                                     | 900                         | 7.5                | 56.1                         |
| 1.00                                     | 1 000                       | 8.345 <sup>b</sup> | 62.3                         |
| 1.10                                     | 1 100                       | 9.2                | 68.5                         |
| 1.20                                     | 1 200                       | 10.0               | 74.8                         |
| 1.30                                     | 1 300                       | 10.9               | 81.0                         |
| 1.40                                     | 1 400                       | 11.7               | 87.2                         |
| 1.50                                     | 1 500                       | 12.5               | 93.5                         |
| 1.60                                     | 1 600                       | 13.4               | 99.7                         |
| 1.70                                     | 1 700                       | 14.2               | 105.9                        |
| 1.80                                     | 1 800                       | 15.0               | 112.1                        |
| 1.90                                     | 1 900                       | 15.9               | 118.4                        |
| 2.00                                     | 2 000                       | 16.7               | 124.6                        |
| 2.10                                     | 2 100                       | 17.5               | 130.8                        |
| 2.20                                     | 2 200                       | 18.4               | 137.1                        |
| 2.30                                     | 2 300                       | 19.2               | 143.3                        |
| 2.40                                     | 2 400                       | 20.0               | 149.5                        |
| 2.50                                     | 2 500                       | 20.9               | 155.8                        |
| 2.60                                     | 2 600                       | 21.7               | 162.0                        |
| 2.70                                     | 2 700                       | 22.5               | 168.2                        |
| 2.80                                     | 2 800                       | 23.4               | 174.4                        |
| 2.90                                     | 2 900                       | 24.2               | 180.7                        |

<sup>a</sup> 与相对密度的值相同。

<sup>b</sup> 精确的换算系数。

表 2 密度单位的换算

| 测量单位               | 乘以系数后转换的单位        |                   |         |                    |
|--------------------|-------------------|-------------------|---------|--------------------|
|                    | g/cm <sup>3</sup> | kg/m <sup>3</sup> | lb/gal  | lb/ft <sup>3</sup> |
| g/cm <sup>3</sup>  | 1                 | 1 000             | 8.345   | 62.3               |
| kg/m <sup>3</sup>  | 0.001             | 1                 | 0.008 3 | 0.062 3            |
| lb/gal             | 0.120             | 120               | 1       | 7.476              |
| lb/ft <sup>3</sup> | 0.016 1           | 16.05             | 0.133 9 | 1                  |

## 5 钻井液密度测定补充方法

### 5.1 概述

对于含有空气或其他气体的钻井液,可用加压钻井液密度计进行更精确的密度测定。加压钻井液密度计的操作与常规密度计相似,所不同的是在加压条件下将钻井液样品注入到固定体积的样品杯中。

在加压条件下注入样品的目的是把混入钻井液中的空气或其他气体对钻井液密度测定的影响降到最低程度。对样品杯加压后,可将混入钻井液中的空气或其他气体的体积压缩到可忽略不计的程度,这样测得的钻井液密度更接近于井下钻井液的实际密度。

### 5.2 仪器

5.2.1 密度计:精度可达 $\pm 0.01 \text{ g/cm}^3$  或  $\pm 10 \text{ kg/m}^3$  ( $0.1 \text{ lb/gal}$  或  $0.5 \text{ lb/ft}^3$ )的任何一种仪器。

通常用加压钻井液密度计来测定加压条件下的钻井液密度。加压钻井液密度计的钻井液杯位于臂梁的一端,由臂梁另一端的固定平衡锤和可沿刻度梁自由移动的游码来平衡。臂梁上装有水准泡以确保准确地平衡。

应经常用淡水来校正仪器。在  $21 \text{ }^\circ\text{C}$  ( $70 \text{ }^\circ\text{F}$ ) 时,淡水的密度值应为  $1.00 \text{ g/cm}^3$  或  $1\ 000 \text{ kg/m}^3$  ( $8.345 \text{ lb/gal}$  或  $62.3 \text{ lb/ft}^3$ )。否则,应根据需要调节刻度梁末端的平衡螺丝或增减刻度梁末端小孔内的铅粒数。

5.2.2 温度计:量程为  $0 \text{ }^\circ\text{C} \sim 105 \text{ }^\circ\text{C}$  ( $32 \text{ }^\circ\text{F} \sim 220 \text{ }^\circ\text{F}$ )。

### 5.3 测定程序

5.3.1 测量并记录待测钻井液的温度。

5.3.2 将待测钻井液注入样品杯中,使液面略低于样品杯上端[约  $6.5 \text{ mm}$  ( $0.25 \text{ in}$ )]。

5.3.3 盖上杯盖,将盖上的单向阀置于向下(开启)的位置。将盖子向下压入样品杯口,直至盖子外缘与样品杯上的缘面接触。过量的钻井液会通过单向阀排出。杯盖放在杯上后,向上拉单向阀使之处于关闭位置。用水冲洗样品杯和螺纹,然后拧紧带螺纹的样品杯盖。

5.3.4 加压器的操作与注射器相似。使活塞杆位于完全向内的位置,将加压器的下端浸入钻井液中,向上拉活塞杆将钻井液吸入加压器缸筒内。为确保缸筒内的钻井液不被上次清洗加压器时残留的液体所稀释,应将第一次吸入的钻井液排出,重新抽入新鲜的钻井液样品。

5.3.5 将加压器喷嘴套入带有 O 型圈的杯盖加压阀上。下压加压器缸筒使单向阀处于向下(开启)的位置,同时向内推活塞杆对样品杯加压,活塞杆上的压力应维持在约  $225 \text{ N}$  ( $50 \text{ lbf}$ ) 或更大些。

5.3.6 杯盖上的单向阀是由压力驱动的,当样品杯内有压力时,单向阀就会被上推至关闭位置。为使单向阀逐渐关闭,在保持活塞杆压力的情况下,减缓缸筒的下压力,单向阀关闭后,先释放活塞杆上的压力再取下加压器。

5.3.7 加压后的钻井液样品即可用于测定密度。将样品杯外部洗净并擦干,将仪器放在底座的刀垫上,左右移动游码使臂梁达到平衡。当水准泡位于两条黑色标线的正中间时,臂梁即达到平衡。从游码箭头记号一侧读取四种单位中任意一种单位表示的钻井液密度值。可直接读取以  $\text{g/cm}^3$ 、 $\text{lb/gal}$ 、 $\text{lb/ft}^3$  为单位的密度值或以  $\text{psi}/1\ 000 \text{ ft}$  表示的钻井液压力梯度。

5.3.8 为释放样品杯内的压力,再次连接空的加压器,将其缸筒下压。

5.3.9 用水彻底冲洗样品杯并擦净。测试水基钻井液时,应经常在单向阀上涂抹防水润滑脂。

### 5.4 计算

记录钻井液密度值,精确至  $0.01 \text{ g/cm}^3$  或  $10 \text{ kg/m}^3$  ( $0.1 \text{ lb/gal}$  或  $0.5 \text{ lb/ft}^3$ )。

可按 4.4.2 中的公式进行单位换算。

## 6 黏度和切力

### 6.1 概述

黏度和切力是与钻井液流动性能(流变性)相关的参数。用以下仪器来测定钻井液的黏度和切力:

- a) 马氏漏斗:一种用于日常测定黏度的简单设备;
- b) 直读式黏度计:一种用于在不同剪切速率下测定黏度的机械设备。

注:参考文献[3]对钻井液流变性进行了深入论述。

### 6.2 用马氏漏斗测定黏度

#### 6.2.1 仪器

6.2.1.1 马氏漏斗:在  $21\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $70\text{ }^{\circ}\text{F}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{F}$ )下,从漏斗中流出 946 mL(1 qt)淡水的时间为  $26\text{ s}\pm 0.5\text{ s}$ ,用一个标有刻度的杯子作为接收器。

6.2.1.1.1 漏斗锥体:长度 305 mm(12.0 in),直径 152 mm(6.0 in),至筛网底部的容积 1 500 mL(1.6 qt)。

6.2.1.1.2 流出口:长度 50.8 mm(2.0 in),内径 4.7 mm( $0.188\text{ in}=3/16\text{ in}$ )。

6.2.1.1.3 筛网:孔径 1.6 mm( $0.063\text{ in}=1/16\text{ in}$ )(12 目),固定在距漏斗顶部 19.0 mm( $0.75\text{ in}=3/4\text{ in}$ )的位置。

6.2.1.2 刻度杯:标有 946 mL(1 qt)刻度线的杯子。

6.2.1.3 秒表:精度 0.1 s。

6.2.1.4 温度计:量程为  $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $32\text{ }^{\circ}\text{F}\sim 220\text{ }^{\circ}\text{F}$ )。

注:qt 为夸脱(美制,湿量)。1 qt=946 mL。

#### 6.2.2 测定程序

6.2.2.1 用手指堵住马氏漏斗流出口,将新取的钻井液样品通过筛网倒入干净且直立的漏斗内,直至样品液面达到筛网底部为止。

6.2.2.2 移开手指的同时启动秒表,测量钻井液流至杯内 946 mL(1 qt)刻度线所需时间。

6.2.2.3 测量钻井液温度,以  $^{\circ}\text{C}$ (或  $^{\circ}\text{F}$ )表示。

6.2.2.4 以秒(s)为单位记录 6.2.2.2 中测得的钻井液流出时间,作为钻井液的马氏漏斗黏度,并以  $^{\circ}\text{C}$ (或  $^{\circ}\text{F}$ )为单位记录 6.2.2.3 中测得的钻井液温度。

### 6.3 用直读式黏度计测定黏度和切力

#### 6.3.1 仪器

6.3.1.1 直读式黏度计:由电动机或手摇曲柄提供动力。

钻井液处于两个同心圆筒间的环形间隙内,外筒(或称转筒)以一定转速旋转,浸在钻井液中的外筒的旋转对内筒(或称悬锤)施加扭矩,有一扭力弹簧限制了内筒的转动,与内筒相连的表盘指示出内筒的偏转量。仪器常数已调好,因此利用外筒在 300 r/min 和 600 r/min 下转动时的读值可得到表观黏度、塑性黏度和动切力。

直读式黏度计规格:

a) 外筒:

- 内径:36.83 mm(1.450 in);

- 总长度:87.0 mm(3.425 in);
- 刻度线:位于外筒底部之上 58.4 mm(2.30 in)处,在刻度线有两排相距 120°(2.09 弧度)、直径 3.18 mm(0.125 in)的小孔。
- b) 内筒(密闭,平底锥顶):
  - 直径:34.49 mm(1.358 in);
  - 柱体长度:38.00 mm(1.496 in)。
- c) 扭力弹簧常数: $3.86 \times 10^{-3} \text{ N} \cdot \text{cm}/(^{\circ})$ [386 dyn · cm/(°)]。
- d) 外筒转速:
  - 高速:600 r/min;
  - 低速:300 r/min。

注:不同厂商生产的黏度计还有其他转速。

6.3.1.2 秒表:精度 0.1 s。

6.3.1.3 温度计:量程为 0 °C ~ 105 °C (32 °F ~ 220 °F)。

6.3.1.4 黏度计配备的样品杯。

### 6.3.2 测定程序

6.3.2.1 向样品杯中注入钻井液样品至刻度线处,将样品杯放在黏度计底架上,移动底架使样品液面恰好与外筒上的刻度线重合。现场测量时,应在取样之后尽快进行(如有可能,应在 5 min 之内),且测量时的钻井液温度应尽量接近取样处的钻井液温度,温差不要超过 6 °C (10 °F)。应在报表上注明取样位置。

警告:仪器最高工作温度为 90 °C (200 °F)。如需测定温度高于此温度的钻井液,应使用实心金属内筒或内部完全干燥的空心金属内筒。当浸入高温流体中时,空心内筒中残留的液体可能会蒸发而导致内筒爆裂。

6.3.2.2 测量并记录钻井液的温度。

6.3.2.3 使外筒在 600 r/min 下旋转,待表盘读值稳定(所需时间取决于钻井液的特性)后,读取并记录 600 r/min 时的表盘读值。

6.3.2.4 将转速转换为 300 r/min,待表盘读值稳定后,读取并记录 300 r/min 时的表盘读值。

6.3.2.5 将钻井液样品在 600 r/min 下搅拌 10 s。

6.3.2.6 将钻井液样品静置 10 s,然后缓慢、平稳地按表盘产生正读值的方向转动手轮,最大读值即为初切力。如黏度计具有 3 r/min 转速挡,则记录 3 r/min 转速开始旋转后的最大读值即为初切力(10 s 切力),单位为磅力每一百平方英尺(lbf/100 ft<sup>2</sup>)。

注:1 lbf/100 ft<sup>2</sup> = 0.48 Pa。

6.3.2.7 将钻井液样品在 600 r/min 下重新搅拌 10 s,而后使其静置 10 min。重复 6.3.2.6 的操作步骤,记录最大读值即为终切力(10 min 切力),单位为磅力每一百平方英尺(lbf/100 ft<sup>2</sup>)。

### 6.3.3 计算

按式(8)计算塑性黏度  $\eta_p$ ,单位为毫帕秒(厘泊)。

$$\eta_p = R_{600} - R_{300} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$R_{600}$ ——600 r/min 时的表盘读值;

$R_{300}$ ——300 r/min 时的表盘读值。

注 1: 塑性黏度可用 PV 表示,单位为 Pa 或 lbf/100 ft<sup>2</sup>。

注 2: 1 cP = 1 mPa · s。



按式(9)计算动切力  $Y_{P,A}$ , 单位为帕。

$$Y_{P,A} = 0.48 \times (R_{300} - \eta_P) \quad \dots\dots\dots(9)$$

用 USC 单位进行计算时, 按式(10)计算动切力  $Y_{P,B}$ , 单位为磅力每一百平方英尺。

$$Y_{P,B} = R_{300} - \eta_P \quad \dots\dots\dots(10)$$

注3: 动切力可用  $Y_P$  表示, 单位为 Pa 或 lbf/100 ft<sup>2</sup>。

按式(11)计算表观黏度  $\eta_a$ , 单位为毫帕秒(厘泊)。

$$\eta_a = \frac{R_{600}}{2} \quad \dots\dots\dots(11)$$

注4: 表观黏度可用  $AV$  表示, 单位为 mPa·s 或 cP。

## 7 滤失量

### 7.1 概述

钻井液的滤失性能及滤饼特性的测定, 与滤液本身(如油、水或乳状液含量)的特性一样, 均为钻井液控制和处理的基础。这些性能受钻井液中固相类型、固相含量以及不同组分之间物理、化学作用的影响, 而这些物理、化学作用还受温度和压力的影响。因此, 应在低温低压和高温高压两种条件下进行试验, 两种试验需要不同的仪器和技术。

### 7.2 低温低压(API)滤失试验

#### 7.2.1 仪器

7.2.1.1 滤失仪: 主体是一个内径 76.2 mm(3 in)、高度至少 64.0 mm(2.5 in)的筒状钻井液杯。

钻井液杯由耐强碱溶液的材料制成, 装配好后加压介质可方便地从其顶部注入和释放。装配时在钻井液杯下部底座上放一张直径为 90 mm(3.54 in)的滤纸, 其过滤面积为  $45.8 \text{ cm}^2 \pm 0.6 \text{ cm}^2$  ( $7.1 \text{ in}^2 \pm 0.1 \text{ in}^2$ )。在底座下部有一个排出管, 可将滤液排放至量筒内。用密封圈密封后, 将钻井液杯放在一个支架上。可用任何无危险的流体介质加压。加压器上应安装压力调节器, 以便通过便携式气瓶、小型气弹或液压装置等提供压力。为获得相关性好的结果, 应使用一张直径为 90 mm 的滤纸(如 Whatman No.50、S&S No.576<sup>1)</sup> 或相当的产品)。

低温低压滤失仪的过滤面积为  $45.2 \text{ cm}^2 \sim 46.4 \text{ cm}^2$  ( $7.0 \text{ in}^2 \sim 7.2 \text{ in}^2$ ), 相应的直径为 75.86 mm ~ 76.86 mm(2.987 in ~ 3.026 in)。密封圈是过滤面积的决定因素。应使用圆锥型卡尺检测密封圈, 并用最大直径 76.86 mm(3.026 in)、最小直径 75.86 mm(2.987 in)标记。不可使用超过该范围(大于标记值或小于标记值)的密封圈。

注: 使用不同过滤面积的滤失仪所得结果与使用标准尺寸滤失仪所得结果没有直接的相关关系。

7.2.1.2 计时器: 可定时 30 min。

7.2.1.3 量筒: 10 mL(TC)或 25 mL(TC)。

#### 7.2.2 测定程序

7.2.2.1 确保钻井液杯各部件清洁干燥, 尤其是滤网, 确保密封圈未变形或损坏。将钻井液样品注入钻井液杯中, 使其液面距钻井液杯顶部 1 cm ~ 1.5 cm(0.4 in ~ 0.6 in)(以减少二氧化碳对滤液的污染), 然后放好滤纸并安装好滤失仪。

1) Whatman No.50 滤纸和 S&S No.576 滤纸是适合的市售滤纸的实例。给出这一信息是为了方便本标准的使用者, 并不表示对这些产品的认可。

7.2.2.2 将干燥的量筒放在排出管下面以接收滤液。关闭泄压阀并调节压力调节器,在 30 s 或更短时间内使压力达到  $690\text{ kPa} \pm 35\text{ kPa}$  ( $100\text{ psi} \pm 5\text{ psi}$ ),在加压的同时开始计时。

7.2.2.3 到 30 min 后,测量收集到的滤液体积。关闭压力调节器并小心打开泄压阀。如测定时间不是 30 min,应注明。

7.2.2.4 以 mL 为单位记录滤液体积(精确至 0.1 mL),同时以 $^{\circ}\text{C}$ (或 $^{\circ}\text{F}$ )为单位记录钻井液样品的初始温度。保留滤液用于化学分析。

7.2.2.5 确保钻井液杯中的压力完全被释放,然后从支架上取下钻井液杯。拆开钻井液杯并倒掉钻井液,小心取下滤纸,尽可能减少对滤饼的损坏,用缓慢的水流冲洗滤纸上的滤饼。

7.2.2.6 测量并记录滤饼的厚度,精确至 0.5 mm( $1/32\text{ in}$ )。

7.2.2.7 还应对滤饼进行描述,如硬、软、坚韧、柔韧、弹性、致密等。尽管这类描述带有主观性,但对了解滤饼质量仍很重要。

### 7.3 高温高压(HTHP)滤失试验

#### 7.3.1 仪器

7.3.1.1 高温高压滤失仪:主要组成是一个可控制的压力源(二氧化碳或氮气)、压力调节器、一个可承受  $4\ 140\text{ kPa} \sim 8\ 960\text{ kPa}$  ( $600\text{ psi} \sim 1\ 300\text{ psi}$ )工作压力的钻井液杯、一套加热系统、一个能防止滤液蒸发并承受一定回压(见表 3)的滤液接收器以及一个合适的支架。钻井液杯配有温度计插孔、耐油密封圈、支撑过滤介质的端盖以及位于滤液排放管上方可控制滤液排放的阀杆,密封圈需经常更换。

加热套上的过热保险管和钻井液杯上的压力指示表等装置可为该仪器提供安全保障。在钻井液杯中可能存在压力时,这些装置有助于保障仪器拆卸的安全。

**警告:**并非所有制造商的设备都能达到同样的温度和压力。操作时不应超过制造商推荐的最高温度、最高压力和最大样品体积,否则可能会造成严重的人身伤害。

**警告:**一氧化二氮气弹不可用作高温高压滤失试验中的压力源。在高温高压下,一氧化二氮在有润滑脂、油或含碳物质存在时可能会爆炸。一氧化二氮气弹只能用于 Garrett 气体分析仪的碳酸盐分析。

7.3.1.2 过滤介质<sup>2)</sup>。

7.3.1.2.1 滤纸:温度低于或等于  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $400\text{ }^{\circ}\text{F}$ )时,使用 Whatman No.50 滤纸或相当的产品。

7.3.1.2.2 多孔滤盘:温度高于  $200\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $400\text{ }^{\circ}\text{F}$ )时,使用 Dynalloy X-5 或相当的产品,每次试验应使用新的多孔滤盘。

7.3.1.3 计时器:可定时 30 min。

7.3.1.4 温度计:量程可达  $260\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $500\text{ }^{\circ}\text{F}$ )。

7.3.1.5 量筒:25 mL(TC)或 50 mL(TC)。

7.3.1.6 高速搅拌器。

#### 7.3.2 温度不超过 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ( $300\text{ }^{\circ}\text{F}$ )时的测定程序

7.3.2.1 将温度计插入加热套上的温度计插孔内,将加热套预热至比所需试验温度高约  $6\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $10\text{ }^{\circ}\text{F}$ ),调节恒温开关以保持所需温度。

7.3.2.2 用高速搅拌器将钻井液样品搅拌 10 min,关紧底部阀杆,将钻井液倒入钻井液杯中。考虑到样品的膨胀,注意使液面距钻井液杯顶部至少 1.5 cm( $0.6\text{ in}$ )。放好滤纸。

7.3.2.3 组装好钻井液杯并关紧顶部和底部的阀杆,将其放入加热套内。将温度计插入钻井液杯上的温度计插孔中。

2) Whatman No.50 滤纸和 Dynalloy X-5 多孔圆盘是适合的市售产品的实例。Dynalloy 是美国 Memtec 公司提供的产品商标名称。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对这些产品的认可。

7.3.2.4 将高压滤液接收器连接到底部阀杆上并锁定。

7.3.2.5 将可调节的压力源分别连接到顶部阀杆和底部的滤液接收器上并锁定。

7.3.2.6 在保持顶部和底部的阀杆都关闭的情况下,分别将顶部和底部的压力调节器调至 690 kPa (100 psi)。打开顶部阀杆,对钻井液施加 690 kPa(100 psi)的压力,维持此压力 1 h。如 1 h 后钻井液杯的温度未达到试验所需温度,应终止试验并维修试验装置。

注:一项 API 资助的研究发现,用于高温滤失量试验的某些仪器不能将钻井液充分加热至设定的试验温度。可以对钻井液杯进行改进,附加一个内加热槽和绝缘层,以解决这一问题<sup>[7]</sup>。在试验的加热阶段,安装一个热电偶直接测量加热杯中钻井液的温度,可以确保钻井液温度测定的准确性。

7.3.2.7 1 h 后,将顶部压力增加到 4 140 kPa(600 psi),并打开底部阀杆开始测定滤失量。测定期间温度波动应维持在  $\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) 以内。收集滤液 30 min。如果在测定过程中回压超过 690 kPa (100 psi),应小心地从滤液接收器中放出部分滤液以降低回压。记录滤液总体积、温度、压力和时间。

7.3.2.8 应将测得的滤液体积校正到过滤面积为  $45.8\text{ cm}^2$  ( $7.1\text{ in}^2$ ) 时的体积。如过滤面积为  $22.6\text{ cm}^2$  ( $3.5\text{ in}^2$ ),则将所测得的滤液体积乘以 2。

7.3.2.9 试验结束后关闭钻井液杯顶部和底部的阀杆,并从压力调节器释放压力。

**警告:**钻井液杯内仍有约 4 140 kPa(600 psi)的压力。为避免可能造成的严重伤害,应保持其直立并冷却至室温。在拆开之前,应先放掉钻井液杯内的压力。如钻井液杯的固定螺钉难以松开,表明钻井液杯内可能仍有压力。可使用配有压力指示装置的钻井液杯以提高安全性。如果推测钻井液杯内仍有压力,该装置有助于安全拆卸钻井液杯。

7.3.2.10 确定底部和顶部的阀杆已关闭且已从压力调节器中释放全部压力后,从加热套中取出钻井液杯。将钻井液杯直立,打开阀杆,放掉杯内压力,然后打开钻井液杯,非常小心地取出滤纸,倒掉钻井液,保留滤饼。用缓慢的水流冲洗滤纸上的滤饼。

7.3.2.11 测量并记录滤饼的厚度,精确至 0.5 mm( $1/32\text{ in}$ )。

7.3.2.12 对滤饼进行描述,如硬、软、坚韧、柔韧、弹性、致密等。尽管这类描述带有主观性,但对了解滤饼质量仍很重要。

### 7.3.3 温度高于 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ ( $300\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) 时的测定程序

7.3.3.1 将温度计插入加热套上的温度计插孔中,将加热套预热至比所需温度高约  $6\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $10\text{ }^{\circ}\text{F}$ )。调节恒温开关以保持所需温度。

7.3.3.2 用高速搅拌器将钻井液样品搅拌 10 min,关闭钻井液杯的底部阀杆,将钻井液倒入钻井液杯中。考虑到样品的膨胀,注意使液面距钻井液杯顶部至少 4 cm ( $1.5\text{ in}$ )。放好合适的过滤介质(见 7.3.1.2)。

**警告:**并非所有制造商的设备都可用于  $150\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $300\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) 以上的测定。应了解所用仪器的压力和温度的适用范围,否则可能会造成严重的人身伤害。高温高压下进行测定时需要增强安全预防措施。

所有压力容器都应装有手动泄压阀,加热套应装有过热保险管和恒温装置。随着测量温度的提高,钻井液液相的蒸气压是非常重要的临界设计参数。不同温度下水的蒸气压见表 3。

7.3.3.3 组装好钻井液杯并关紧顶部和底部的阀杆,然后将其放入加热套内。将温度计插入钻井液杯上的温度计插孔中。

7.3.3.4 将高压滤液接收器与底部阀杆连接并锁定。

7.3.3.5 将可调节的压力源分别连接到顶部阀杆和底部的滤液接收器上并锁定。

7.3.3.6 在顶部和底部的阀杆都关闭的情况下,分别对顶部和底部施加测试温度下所推荐的回压(见表 3)。加热时,打开顶部阀杆,将相同压力施加到钻井液上,保持压力 1 h。如 1 h 后钻井液杯的温度未达到试验所需温度,应终止试验并维修试验装置。

注:一项 API 资助的研究发现,用于高温滤失量试验的某些仪器不能将钻井液充分加热至设定的试验温度。可以

对钻井液杯进行改进,附加一个内加热槽和绝缘层,以解决这一问题<sup>[7]</sup>。在试验的加热阶段,安装一个热电偶直接测量加热杯中钻井液的温度,可以确保钻井液温度测定的准确性。

7.3.3.7 1 h后,将顶部压力在所施加回压的基础上增加 3 450 kPa(500 psi),并打开底部阀杆开始测定滤失量。测定期间温度波动应维持在 $\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ ( $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{F}$ )以内并保持合适的回压。收集滤液 30 min。如试验期间回压升至设定值以上,应小心排放少量滤液以降低回压。

7.3.3.8 测定结束后,关闭带压钻井液杯顶部和底部的阀杆,从压力调节器释放压力。应将滤液冷却 5 min以上以防蒸发,然后小心地放出滤液并记录滤液总体积,同时记录温度、压力和时间。

**警告:**样品杯内的压力可能高达 6 500 kPa(950 psi)。为避免可能造成的严重伤害,应保持其直立并冷却至室温。在拆开之前,应先放掉钻井液杯内的压力。如钻井液杯的固定螺钉难以松开,表明钻井液杯内可能仍有压力。可使用配有压力指示装置的钻井液杯以提高安全性。如果推测钻井液杯内仍有压力,该装置有助于安全拆卸钻井液杯。

7.3.3.9 试验结束后,关闭钻井液杯顶部和底部的阀杆,并从压力调节器释放压力。

7.3.3.10 应将测得的滤液体积校正到过滤面积为 45.8 cm<sup>2</sup>(7.1 in<sup>2</sup>)时的体积。如过滤面积为 22.6 cm<sup>2</sup>(3.5 in<sup>2</sup>),则将所测得的滤液体积乘以 2。

7.3.3.11 确定底部和顶部的阀杆都已关闭且已从压力调节器中释放所有压力后,从加热套中取出钻井液杯。将钻井液杯直立,打开阀杆,释放杯内压力,然后打开钻井液杯,非常小心地取出滤纸,倒掉钻井液,保留滤饼。用缓慢的水流冲洗滤纸上的滤饼。

7.3.3.12 测量并记录滤饼的厚度,精确至 0.5 mm(1/32 in)。

7.3.3.13 对滤饼进行描述,如硬、软、坚韧、柔韧、弹性、致密等。尽管这类描述带有主观性,但对了解滤饼质量仍很重要。

表 3 推荐的最低回压

| 试验温度               |                    | 蒸气压   |      | 最低回压  |     |
|--------------------|--------------------|-------|------|-------|-----|
| $^{\circ}\text{C}$ | $^{\circ}\text{F}$ | kPa   | psi  | kPa   | psi |
| 100                | 212                | 101   | 14.7 | 690   | 100 |
| 120                | 250                | 207   | 30   | 690   | 100 |
| 150                | 300                | 462   | 67   | 690   | 100 |
| “正常”现场试验的极限        |                    |       |      |       |     |
| 175                | 350                | 932   | 135  | 1 104 | 160 |
| 200                | 400                | 1 704 | 247  | 1 898 | 275 |
| 230                | 450                | 2 912 | 422  | 3 105 | 450 |

## 8 水、油和固相含量

### 8.1 概述

可用蒸馏器来分离和测定水基钻井液样品所含水、油和固相的体积。在蒸馏器中加热已知体积的水基钻井液样品,使液相组分蒸发,然后使之冷凝并收集在带刻度的接收器内。可直接从接收器上的刻度读取液相体积(油和水),根据差值(样品总体积减去液相体积)可计算出总固相体积(悬浮的和溶解的)。由于溶解的固相都留在蒸馏器内,因此应经过计算来确定悬浮固相体积。低密度固相和加重材料的相对体积同样可计算得出。了解固相浓度和固相组分是控制水基钻井液的黏度和滤失量的基础。

## 8.2 仪器

8.2.1 蒸馏器:通常用三种体积(10 mL、20 mL 和 50 mL)的蒸馏器,各自的规格如下:

- a) 样品杯:标准样品杯的容量为 10 mL(精度为 $\pm 0.05$  mL)、20 mL(精度为 $\pm 0.1$  mL)和 50 mL(精度为 $\pm 0.25$  mL)。

注:从设备制造商处可获取其他容量的样品杯。

- b) 液体冷凝器:具有足够的容量,能够将油和水的蒸气在其离开冷凝器之前冷却至它们的汽化温度以下。
- c) 加热管:具有足够的功率,可在 15 min 内将样品温度升至液相汽化温度以上,且不会使固相溢出。
- d) 温度控制器:可将蒸馏器的温度控制在  $500\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 40\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $930\text{ }^{\circ}\text{F} \pm 70\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) 以内。

8.2.2 液体接收器(TC):一种专门设计的量筒型玻璃器皿,底部为半圆型,以便于清洗,顶部为漏斗状,可接收落下的液滴。规格如下:

- a) 总容量, mL: 10、20、50。
- b) 精度(0~100%), mL:  $\pm 0.05$ 、 $\pm 0.05$ 、 $\pm 0.25$ 。
- c) 刻度值(0~100%), mL: 0.10、0.10、0.50。
- d) 校正方法:  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $68\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) 时的容量(TC)。
- e) 刻度单位: mL 或体积分数(%)。
- f) 材料:在  $32\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $90\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) 以下时不与油、水和盐溶液发生反应的透明惰性材料。

应使用重量法对接收器的容量进行校正。10 mL、20 mL 和 50 mL 液体接收器的校正步骤及计算见附录 H。

8.2.3 细钢丝毛:没有油污染。

不宜使用“液体钢丝毛”或类似产品。

8.2.4 高温硅酮润滑脂:用于螺纹密封和润滑。

8.2.5 试管刷。

8.2.6 刮刀:叶片状,可伸入蒸馏器样品杯的内部。

8.2.7 马氏漏斗。

8.2.8 消泡剂。

8.2.9 螺丝刀。

## 8.3 测定程序

8.3.1 确保蒸馏器的样品杯、冷凝器及液体接收器在上次使用后已洗净、干燥并冷却至室温。在每次测定前,应使用刮刀彻底清洗样品杯的内部及盖子,并定期用钢丝毛轻轻擦洗样品杯内部。在每次测定前还应使用试管刷清洗冷凝器并使之干燥,冷凝器内的沉积物可能会影响冷凝效率,导致收集到的液相体积读值发生偏差。

注:所用蒸馏器不同,测定程序也略有不同。完整的测定程序参见制造商的说明书。

8.3.2 采集有代表性的水基钻井液样品并使之冷却至约  $27\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $80\text{ }^{\circ}\text{F}$ )。用马氏漏斗上孔径为 1.6 mm ( $0.063\text{ in} = 1/16\text{ in}$ ) (12 目) 的筛网将样品过滤,除去堵漏材料、大颗粒钻屑和其他碎屑。

8.3.3 如样品内混有空气或其他气体,可向约 300 mL 样品中加入 2~3 滴消泡剂并缓慢搅拌 2 min~3 min 以清除气体。

8.3.4 在样品杯和冷凝管的螺纹上涂上薄薄一层硅酮润滑脂,以防止蒸气在螺纹处漏失,也有利于测试结束后拆卸和清洗仪器。

8.3.5 向样品杯上部容器内加入少量钢丝毛,其加量恰使钢丝毛足以防止沸溢固相进入液体接收器。

注:钢丝毛的加量根据经验确定。

8.3.6 将已除气的水基钻井液样品(见 8.3.3)注入蒸馏器样品杯。空气或其他气体的清除程序见附录 D。

8.3.7 小心盖上样品杯的盖子,应确保有少许过量的样品从盖上的小孔溢出,以保证样品杯内的样品体积准确。

8.3.8 盖紧盖子,擦掉样品杯和盖子外面溢出的样品。应确保擦过的样品杯螺纹上仍有一层硅酮润滑脂,且盖子上的小孔未堵塞。

8.3.9 小心取下盖子,将样品杯与蒸馏器的其他部件组装好。

8.3.10 将洁净、干燥的液体接收器放置在冷凝器排出管下方。

8.3.11 加热蒸馏器并观察从冷凝器滴下的液体。在冷凝物不再滴出后,继续加热 10 min。

8.3.12 从蒸馏器上取下液体接收器。注意所收集的液体中是否有固体,如果有,表明钻井液沸溢出样品杯,应重复 8.3.6 及之后的试验。

8.3.13 待液体接收器冷却至室温后,读取液体接收器内水和油的体积(或体积分数)并记录。

8.3.14 冷却蒸馏器,用螺丝刀取出钢丝毛,并用刮刀清洗样品杯。

#### 8.4 计算

8.4.1 根据所测得的油和水的体积以及钻井液样品的原始体积(10 mL、20 mL 或 50 mL),可计算钻井液中水、油、固相的体积分数。

a) 水的体积分数:

水的体积分数  $\varphi_w$  用样品的体积分数表示,按式(12)计算。

$$\varphi_w = 100 \times \frac{V_w}{V_{df}} \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

$V_w$  ——水的体积,单位为毫升(mL);

$V_{df}$  ——钻井液样品的体积,单位为毫升(mL)。

b) 油的体积分数:

油的体积分数  $\varphi_o$  用样品的体积分数表示,按式(13)计算。

$$\varphi_o = 100 \times \frac{V_o}{V_{df}} \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中:

$V_o$  ——油的体积,单位为毫升(mL);

$V_{df}$  ——钻井液样品的体积,单位为毫升(mL)。

c) 蒸馏固相的体积分数:

蒸馏固相的体积分数  $\varphi_s$  用样品的体积分数表示,按式(14)计算。

$$\varphi_s = 100 - (\varphi_w + \varphi_o) \quad \dots\dots\dots (14)$$

注:式(14)中的蒸馏固相体积分数为样品总体积(10 mL、20 mL 或 50 mL)与水和油的体积之和的差值,该差值中包括悬浮固相(加重材料和低密度固相)和溶解物(如盐)。因此,这一蒸馏固相体积分数仅为未处理过的淡水钻井液的悬浮固相体积分数。

8.4.2 为确定悬浮固相体积分数以及悬浮固相中低密度固相和加重材料的相对体积分数,需要进行一些附加计算。为此,需要有精确的钻井液密度和氯离子浓度。悬浮固相的体积分数  $\varphi_{ss}$  用样品的体积分数表示,按式(15)计算。

$$\varphi_{ss} = \varphi_s - \left( \frac{\varphi_w c_{Cl^-}}{1\ 680\ 000 - 1.21 \times c_{Cl^-}} \right) \quad \dots\dots\dots (15)$$

式中:

$c_{Cl^-}$  —— 氯离子浓度,单位为毫克每升(mg/L);

$\varphi_w$  —— 水的体积分数,以百分数表示(%);

$\varphi_s$  —— 固相的体积分数,以百分数表示(%).

8.4.3 低密度固相的体积分数  $\varphi_{lg}$  用样品的体积分数表示,国际单位制按式(16)计算,美国传统单位制按式(17)计算。

$$\varphi_{lg} = \left( \frac{1}{\rho_b - \rho_{lg}} \right) [100\rho_f + (\rho_b - \rho_f) \times \varphi_{ss} - 100\rho_{df,A} - (\rho_f - \rho_o) \times \varphi_o] \quad \dots\dots\dots(16)$$

$$\varphi_{lg} = \left( \frac{1}{\rho_b - \rho_{lg}} \right) [100\rho_f + (\rho_b - \rho_f) \times \varphi_{ss} - 12\rho_{df,B} - (\rho_f - \rho_o) \times \varphi_o] \quad \dots\dots\dots(17)$$

式中:

$\rho_{df,A}$  —— 钻井液密度,单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>);

$\rho_{df,B}$  —— 钻井液密度,单位为磅每加仑(lb/gal);

$\rho_f$  —— 滤液密度,单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>),按式(18)计算;

$$\rho_f = 1 + 0.000\ 001\ 09 \times c_{Cl^-} \quad \dots\dots\dots(18)$$

$\rho_b$  —— 加重材料密度,单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>);

$\rho_{lg}$  —— 低密度固相密度,单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>)(如未知,则用 2.6);

$\rho_o$  —— 油的密度,单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>)(如未知,则用 0.8)。

注:依据氯化钠浓度按式(18)计算  $\rho_f$ 。

8.4.4 加重材料体积分数  $\varphi_b$  用百分数表示,按式(19)计算。

$$\varphi_b = \varphi_{ss} - \varphi_{lg} \quad \dots\dots\dots(19)$$

8.4.5 低密度固相浓度  $c_{lg,A}$ 、加重材料浓度  $c_{b,A}$  及悬浮固相浓度  $c_{ss,A}$  用千克每立方米表示时,分别按式(20)、式(21)和式(22)计算。

$$c_{lg,A} = 10\rho_{lg} \times \varphi_{lg} \quad \dots\dots\dots(20)$$

$$c_{b,A} = 10\rho_b \times \varphi_b \quad \dots\dots\dots(21)$$

$$c_{ss,A} = c_{lg,A} + c_{b,A} \quad \dots\dots\dots(22)$$

式中:

$\varphi_{lg}$  —— 低密度固相体积分数,以百分数表示(%);

$\varphi_b$  —— 重晶石体积分数,以百分数表示(%).

低密度固相浓度  $c_{lg,B}$ 、加重材料浓度  $c_{b,B}$  及悬浮固相浓度  $c_{ss,B}$  用磅每桶表示时,则分别按式(23)、式(24)和式(25)计算。

$$c_{lg,B} = 3.50\rho_{lg} \times \varphi_{lg} \quad \dots\dots\dots(23)$$

$$c_{b,B} = 3.50\rho_b \times \varphi_b \quad \dots\dots\dots(24)$$

$$c_{ss,B} = c_{lg,B} + c_{b,B} \quad \dots\dots\dots(25)$$

式中:

$\varphi_{lg}$  —— 低密度固相体积分数,以百分数表示(%);

$\varphi_b$  —— 重晶石体积分数,以百分数表示(%).

## 9 含砂量

### 9.1 概述

钻井液的含砂量是指直径大于 74  $\mu\text{m}$  的颗粒在钻井液中所占的(体积)分数,用一套筛砂装置

测定。

## 9.2 仪器

9.2.1 筛网:直径 63.5 mm(2.5 in)、孔径 74 μm(200 目)。

9.2.2 漏斗:与筛网配套。

9.2.3 玻璃测量管:标有钻井液样品体积刻度线,还标有 0%~20%的百分数刻度线,可直接读取含砂量。

## 9.3 测定程序

9.3.1 将钻井液注入玻璃测量管至“钻井液”标记处,加水至下一标记处,堵住管口并剧烈振荡。

9.3.2 向洁净、湿润的筛网中倾倒上述基液,弃掉通过筛网的流体。向玻璃测量管中再加些水,振荡并倒入筛网上。重复上述步骤直至玻璃测量管洁净。冲洗筛网上的砂子以除去残留的钻井液。

9.3.3 将漏斗上口朝下套在筛框上,缓慢倒置,并把漏斗尖端插入到玻璃测量管口中,用小水流通过筛网将砂子冲入玻璃测量管内,使砂子沉降到测量管底部,从测量管上的刻度读取砂子的体积分数。

9.3.4 以(体积)分数记录钻井液的含砂量。同时记录钻井液取样位置,如振动筛前、钻井液池等。除砂子外的其他粗颗粒(如堵漏材料等)也会留在筛网上,应注明存在这类固相。

## 10 亚甲基蓝容量

### 10.1 概述

10.1.1 钻井液的亚甲基蓝容量是用亚甲基蓝测定法测得的一种活性粘土(膨润土和/或钻井固相)含量指标。用亚甲基蓝容量可估算钻井液中固相的总阳离子交换容量。亚甲基蓝容量和阳离子交换容量并不一定相等,通常亚甲基蓝容量略小于实际的阳离子交换容量。

10.1.2 将亚甲基蓝溶液加入到(已用过氧化氢处理并酸化过的)钻井液样品中,直至滤纸上的固体悬浮液滴周围出现染料“色环”。这种钻井液测定程序修改后可用于钻井固相和商品膨润土,以估算钻井液中存在的各种类型固相含量(见 ISO 10416<sup>[4]</sup>或 API RP 13I<sup>[5]</sup>)。

10.1.3 除活性膨润土外,钻井液中还经常含有其他可吸附亚甲基蓝的物质。用过氧化氢处理(见 10.3.2)后可消除诸如木质素磺酸盐、褐煤、纤维素类聚合物、聚丙烯酸盐等有机物的影响。

### 10.2 药品和仪器

10.2.1 亚甲基蓝溶液:试剂级亚甲基蓝(CAS No.61-73-4),3.20 g/L(1 mL=0.01 meq,即 1 mL 该浓度亚甲基蓝溶液中亚甲基蓝的物质的量为 0.01 mmol)。

每次配制溶液时,应测定试剂级亚甲基蓝的含水量。将 1.00 g 亚甲基蓝在 93 °C ± 3 °C (200 °F ± 5 °F)干燥至恒量。配制溶液时,按式(26)对亚甲基蓝取样量  $m_s$  进行校正。

$$m_s = \frac{3.2}{m_{ds}} \dots\dots\dots (26)$$

式中:

$m_{ds}$ ——干燥的亚甲基蓝样品质量,单位为克(g)。

10.2.2 过氧化氢(CAS No.7722-88-5):3%溶液。

警告:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 为强氧化剂,应避免与皮肤直接接触。

10.2.3 稀硫酸(CAS No.7664-93-9):约 2.5 mol/L。

警告:H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 为强酸且有毒。

10.2.4 注射器:2.5 mL(TD)或 3 mL(TD)。



- 10.2.5 锥形瓶:250 mL。  
 10.2.6 滴定管:10 mL(TD)。  
 10.2.7 微量移液管:0.5 mL(TD)或刻度移液管:1 mL(TD)。  
 10.2.8 量筒:50 mL(TD)。  
 10.2.9 搅拌棒。  
 10.2.10 加热板。  
 10.2.11 滤纸:Whatman No.1 型<sup>3)</sup>或相当的产品。

### 10.3 测定程序

10.3.1 向已加有 10 mL 水的锥形瓶中加入 2.0 mL 钻井液样品(或需消耗 2 mL~10 mL 亚甲基蓝溶液的适量钻井液)。所用注射器的容量应大于 2.0 mL,通常为 2.5 mL 或 3 mL。使用较大的注射器可不必除去进入注射器内的空气。为确保准确加入 2.0 mL 钻井液样品,采取下列步骤:

- 应清除混入钻井液样品中的空气或其他气体(除气方法见附录 D)。搅拌钻井液以破坏其凝胶,并迅速将样品吸入注射器内。保持注射器口浸没在钻井液中,缓慢地把注射器内的钻井液排出。
- 再次将钻井液样品吸入注射器内,直至柱塞的顶端到达注射器上的最大刻度线(如 3 mL 注射器上的 3 mL 刻度线)。
- 将柱塞从最大刻度线起推进至准确排出 2.0 mL 样品。对 3 mL 注射器,柱塞应推至 1 mL 刻度线。

10.3.2 加入 15 mL 3%过氧化氢溶液和 0.5 mL 稀硫酸。缓慢煮沸 10 min,但不要蒸干。加水稀释至约 50 mL。

10.3.3 以每次 0.5 mL 的量将亚甲基蓝溶液逐次加入锥形瓶中。如从以前的试验中已大致知道到达终点所需亚甲基蓝溶液的量,则开始滴定时每次可加入 1 mL~2 mL。每次加入亚甲基蓝溶液后,将锥形瓶摇动 30 s,在保持固相颗粒悬浮的情况下,用搅拌棒取一滴悬浮液滴在滤纸上。当滤纸上已被染色的固体颗粒周围出现蓝色或绿蓝色环时,即已达到最初的滴定终点,如图 1(示例)中说明 4 所示。

10.3.4 观察到固体颗粒斑点周围的蓝色环后,继续摇动锥形瓶 2 min,并再取一滴悬浮液于滤纸上。如蓝色环仍很明显,则达到滴定终点,如图 1(示例)中说明 8 所示。如未出现图 1(示例)中说明 4 和说明 9 所示的蓝色环,则按上述操作方法(见 10.3.3)继续加入亚甲基蓝溶液,直至 2 min 后所取悬浮液滴显示蓝色环。如 2 min 后蓝色环消失,表明尚未完全达到滴定终点。

### 10.4 计算

按式(27)计算并记录钻井液的亚甲基蓝容量  $c_{\text{MBT}}$ 。

$$c_{\text{MBT}} = \frac{V_{\text{mb}}}{V_{\text{df}}} \quad \dots\dots\dots (27)$$

式中:

$V_{\text{mb}}$ ——滴定消耗亚甲基蓝溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_{\text{df}}$ ——钻井液样品的体积,单位为毫升(mL)。

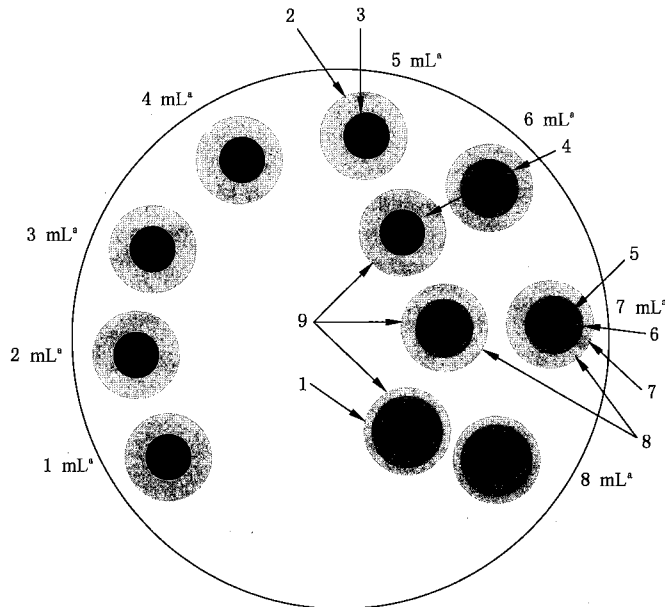
另外,亚甲基蓝容量还可用膨润土当量表示(膨润土的阳离子交换容量为 70 meq/100 g)。单位为千克每立方米时, $E_{\text{BE,A}}$ 按式(28)计算;单位为磅每桶时, $E_{\text{BE,B}}$ 按式(29)计算。

$$E_{\text{BE,A}} = \frac{14.25 \times V_{\text{mb}}}{V_{\text{df}}} \quad \dots\dots\dots (28)$$

3) Whatman No.1 滤纸是适合的市售滤纸的实例。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对这些产品的认可。

$$E_{BE,B} = \frac{5 \times V_{mb}}{V_{df}} \dots\dots\dots (29)$$

注：由式(28)[或式(29)]计算得到的单位为千克每立方米(或磅每桶)的膨润土当量不等于钻井液中的商品膨润土含量。与商品膨润土一样，钻井固相中的活性粘土会影响膨润土当量值。参见 ISO 10416<sup>[4]</sup> 或 API RP 13<sup>[5]</sup> 中关于估算商品膨润土和钻井固相亚甲基蓝容量的附加说明。



说明：

- 1——终点过量；
  - 2——渗出的水分；
  - 3——染色的钻井液固相(不存在游离的、未吸附的蓝色环)；
  - 4——加至 6 mL 后,出现游离可见的蓝色环,但在 2 min 后被吸收,表明尚未达到终点；
  - 5——染色的钻井液固相；
  - 6——游离、未吸收的蓝色环；
  - 7——水分；
  - 8——终点；
  - 9——2 min 后圆环的外观。
- <sup>a</sup> 加入的亚甲基蓝溶液的体积, mL。

图 1 亚甲基蓝滴定终点的点滴试验(示例)

## 11 pH 值

### 11.1 概述

11.1.1 钻井液(或滤液)的 pH 值的现场测定和调节是钻井液性能控制的一项基本工作。pH 值会影响到粘土的相互作用、各种组分和污染物的溶解性以及添加剂的效能,也会影响到酸和硫化物的腐蚀。

11.1.2 术语“pH”指水溶液中氢离子 H<sup>+</sup> 活度的负对数(只有在稀溶液中,活度才等于浓度): pH = -lg[H<sup>+</sup>]。对纯水而言,在 24 °C(75 °F)时,氢离子活度[H<sup>+</sup>]为 10<sup>-7</sup> mol/L,故 pH=7。由于此时氢氧根离子活度[OH<sup>-</sup>]也为 10<sup>-7</sup> mol/L,因此称为“中性”体系。温度为 24 °C(75 °F)时,水溶液中的离子积[H<sup>+</sup>]×[OH<sup>-</sup>]为 10<sup>-14</sup> mol/L(为一常数)。因此,[H<sup>+</sup>]的增加意味着[OH<sup>-</sup>]的减少,pH 值变化

一个单位,则表示 $[H^+]$ 和 $[OH^-]$ 均变化10倍。pH值小于7的溶液称为酸性溶液,而pH值大于7的溶液称为碱性溶液。

11.1.3 推荐使用玻璃电极pH计测定钻井液的pH值。此方法准确可靠,且使用高质量电极和设计合理的仪器还可排除一些干扰。使用一种自动温度补偿斜率的pH计比手调式pH计结果更准确。

pH试纸比色法可用于井场测定pH值,但并非推荐方法。此方法只有在非常简单的水基钻井液中才可靠。钻井液中的固相、溶解盐、化学添加剂以及深色液体等都会对pH试纸的测定值造成严重误差。此方法可读出的数值一般为0.5个pH值单位。

## 11.2 药品和仪器

11.2.1 缓冲溶液:在待测钻井液样品测定前用于pH计的校正并建立斜率。

- a) pH=4.0:0.05 mol/L的邻苯二甲酸氢钾水溶液,24℃(75°F)时pH值为4.01;
- b) pH=7.0:0.020 66 mol/L磷酸二氢钾和0.029 34 mol/L磷酸氢二钠的水溶液,24℃(75°F)时pH值为7.00;
- c) pH=10.0:0.025 mol/L碳酸钠和0.025 mol/L碳酸氢钠的水溶液,24℃(75°F)时pH值为10.01。

缓冲溶液可从供货商处获取,包括预先配制好的溶液、袋装干粉或给定的配方。所有缓冲溶液的使用期不应超过6个月。井场使用的缓冲溶液的配制日期应标在瓶子上。瓶子应密闭保存。

11.2.2 蒸馏水或去离子水:盛在洗瓶内。

11.2.3 温和的液体清洁剂。

11.2.4 氢氧化钠(CAS No.1310-73-2):0.1 mol/L(近似浓度),修复电极用。

**警告:**氢氧化钠为强腐蚀碱性化学剂,应避免与皮肤接触。

11.2.5 盐酸(CAS No.7674-01-0):0.1 mol/L(近似浓度),修复电极用。

**警告:**盐酸为强酸且有毒。

11.2.6 氟化氢铵(CAS No.1341-49-7):10%溶液(近似浓度),修复电极用。

**警告:**应避免与皮肤接触。

11.2.7 毫伏范围电位仪(pH计):已标定,可通过测定玻璃电极与标准“参比”电极之间的电位来显示pH值。

仪器(推荐)能防水、防震、耐腐蚀且便于携带。其规格如下:

- a) pH值范围:0~14;
- b) 电极类型:固态(推荐);
- c) 电源:电池(推荐);
- d) 工作温度范围:0℃~66℃(32°F~150°F);
- e) 显示:数字式(推荐);
- f) 分辨率:0.1 pH单位;
- g) 准确度:±0.1 pH单位;
- h) 重复性:0.1 pH单位;
- i) 调节:
  - 电极系统的“温度”补偿;
  - 电极系统的“斜率”(推荐);
  - 读值的“校正”装置(推荐使用带有内部温度补偿的仪器)。

11.2.8 电极系统:由一个对 $H^+$ 敏感的玻璃电极和一个具有标准电位的参比电极组成,其结构宜相似于一个单一电极。

电极体应使用耐用材料制造。为保护电极且便于清洗,电极末端宜为平端。推荐使用防水连接系

统,其规格如下:

- a) 玻璃 pH 电极响应范围:(0~14)pH 单位;
- b) 电极:由一个玻璃电极和一个银/氯化银电极所组成的结合体,并配有陶瓷或塑料制成的单式或双式接头;

注:在测定含硫离子或溴离子的溶液时,应使用双式接头电极以免损害(银)参比电极。

- c) 参比电极内的电解质:KCl 凝胶;
- d) 玻璃组分:钠离子误差较低的合适的玻璃;
- e) 钠离子误差:pH=13 或  $\text{Na}^+$  浓度为 0.1 mol/L 时,误差小于 0.1 pH 单位。

11.2.9 软纸:擦电极用。

11.2.10 温度计:玻璃温度计,量程为  $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $32\text{ }^{\circ}\text{F}\sim 220\text{ }^{\circ}\text{F}$ )。

11.2.11 软毛试管刷:清洗电极用。

11.2.12 电极贮存瓶:保持电极的湿度。

### 11.3 pH 值的测定程序

11.3.1 取一份待测钻井液样品,使其温度达到  $24\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $75\text{ }^{\circ}\text{F}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{F}$ )。

11.3.2 使缓冲溶液的温度也达到与待测钻井液样品相同的温度。

为准确测定 pH 值,待测钻井液样品、缓冲溶液及参比电极的温度都应相同。容器标签上所标出的缓冲溶液 pH 值只有在  $24\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $75\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) 下才是正确的。如需在其他温度下进行校正,应使用相应温度下缓冲溶液的实际 pH 值。可从供应商处获取不同温度下缓冲溶液的 pH 值数据表,供校正时使用。

11.3.3 用蒸馏水冲洗电极并擦干。

11.3.4 将电极放入 pH 值为 7.0 的缓冲溶液中。

11.3.5 启动仪器,等待 60 s 使读值稳定(如仪器读值不稳定,见 11.4)。

11.3.6 测定 pH 值为 7.0 的缓冲溶液的温度。

11.3.7 将“温度”旋钮调至此温度。

11.3.8 调“校正”旋钮使仪器读值为“7.0”。

11.3.9 用蒸馏水冲洗电极并擦干。

11.3.10 用 pH 值为 4.0 或 10.0 的缓冲溶液重复 11.3.6~11.3.9 的操作。如待测钻井液样品呈“酸性”,则使用 pH 值为 4.0 的缓冲溶液;如待测钻井液样品呈“碱性”,则使用 pH 值为 10.0 的缓冲溶液。调节“斜率”旋钮将仪器读值分别调至“4.0”或“10.0”(如没有“斜率”旋钮,可用“温度”旋钮将仪器的读值调至“4.0”或“10.0”)。

11.3.11 再次用 pH 值为 7.0 的缓冲溶液校准仪器。如读值发生变化,则用“校正”旋钮将读值重新调至“7.0”。重复 11.3.6~11.3.9 的操作。如仪器无法准确校正,应按 11.4 修复或更换电极。

校正用过的缓冲溶液样品应弃掉,不可再使用。仪器应每天用两种缓冲溶液按 11.3.2~11.3.9 的步骤校正一次。如仪器测量时间超过 3 h 还需继续使用,在继续使用前应使用 pH 值为 7.0 的缓冲溶液每 3 h 校正一次。

11.3.12 校正好仪器后,用蒸馏水冲洗电极并擦干。将电极放入待测钻井液样品中并缓慢搅动,等待 60 s~90 s 使读值稳定。

11.3.13 记录样品的 pH 值,精确至 0.1 pH 单位,并记录样品的温度。

11.3.14 小心清洗电极以备下次使用。电极应存放在 pH 值为 4.0 的缓冲溶液中,不可使电极探头变干。

11.3.15 关闭仪器并盖好,以保护仪器。不可在极端温度[低于  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $32\text{ }^{\circ}\text{F}$ ) 或高于  $50\text{ }^{\circ}\text{C}$  ( $120\text{ }^{\circ}\text{F}$ )]下存放仪器。

## 11.4 电极维护程序

11.4.1 应定期清洗电极,尤其注意清洗玻璃电极或参比电极的多孔玻璃表面上粘附的油或粘土颗粒。应使用软毛刷和温和的清洁剂清洗电极。

11.4.2 当电极发生严重堵塞,其灵敏度降低,读值发生漂移,且使用“斜率”和“校正”旋钮均不能进行调节时,需要修复电极。

11.4.3 修复电极的步骤是先将电极在 0.1 mol/L 盐酸中浸泡 10 min,然后用蒸馏水冲洗,接着在 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液中浸泡 10 min,再用蒸馏水冲洗。

11.4.4 按 11.3.2~11.3.11 的步骤进行校正以检验电极的灵敏度。

11.4.5 如电极仍不能正常工作,则将电极浸泡在 10% 氟化氢铵溶液中 2 min。重复 11.3.2~11.3.11 的步骤检验电极的校正能力。

11.4.6 如 11.4.3~11.4.5 的步骤仍不能修复电极,应更换电极系统。

## 12 碱度和石灰含量

### 12.1 概述

12.1.1 碱度是指一种物质中和酸的能力。在钻井液测试中,既可测定钻井液的碱度(以下标 df 表示),也可测定滤液的碱度(以下标 f 表示)。碱度测定所得数据也可用于估算钻井液中氢氧根( $\text{OH}^-$ )、碳酸根( $\text{CO}_3^{2-}$ )和碳酸氢根( $\text{HCO}_3^-$ )离子的浓度。

12.1.2 在许多钻井作业中,为确保合理调控钻井液的化学性能,了解钻井液和滤液的碱度非常重要。钻井液添加剂(尤其是一些解絮凝剂)需要在碱性环境中才能有效发挥作用。一般认为由氢氧根离子所引起的碱度对钻井液性能有益,而由碳酸根和/或碳酸氢根离子所引起的碱度则对钻井液性能不利。

12.1.3 引起滤液碱度的离子主要有氢氧根( $\text{OH}^-$ )、碳酸根( $\text{CO}_3^{2-}$ )和碳酸氢根( $\text{HCO}_3^-$ )。需要注意的是随着溶液 pH 值的变化,碳酸根和碳酸氢根可互相转化。由于对滤液碱度的解释涉及到计算按下述步骤(12.3 中的步骤)所得滴定结果间的差值,因此,应特别注意在所有操作步骤中对各种试剂进行准确的标定。另外还需注意,下述计算结果仅仅是根据化学平衡原理对所报告的各种离子浓度进行的估算。

12.1.4 通常钻井液滤液的组分相当复杂,仅根据估算的离子组分对碱度进行解释可能会导致错误结论。任何一个特定的碱度值代表在所测定的 pH 值范围内能与酸作用的所有离子。能引起碱度的无机离子除氢氧根、碳酸根和碳酸氢根离子外,还包括硼酸根、硅酸根、硫离子以及磷酸根等离子。在钻井液中,阴离子型有机稀释剂、降滤失剂及其降解产物对碱度的影响可能更大,而且会干扰滴定终点的颜色变化。由于这些有机物对  $M_T$  影响特别大,因此在测定有机稀释剂处理过的钻井液时,会产生很大的误差。不过对于一些配方简单、不含有机稀释剂的膨润土钻井液体系, $P_T$  和  $M_T$ (见 12.3)可为确定是否存在碳酸根/碳酸氢根污染物以及为减少这些污染物需采取何种处理措施提供依据。

### 12.2 药品和仪器

12.2.1 硫酸(CAS No.7664-93-9)溶液:0.01 mol/L 标准溶液。

**警告:**硫酸为强酸且有毒。

12.2.2 酚酞(CAS No.518-51-4)指示剂溶液:1 g/100 mL 的 50% 乙醇水溶液。

12.2.3 甲基橙(CAS No.547-58-0)指示剂溶液:0.1 g/100 mL 水溶液。

12.2.4 pH 计(可选)。

**注:**pH 计比指示剂溶液更准确。

12.2.5 锥形瓶:100 mL 或 150 mL,推荐使用无色透明的锥形瓶。

12.2.6 刻度移液管(TD):1 mL(TD)和 10 mL(TD)。

12.2.7 移液管:1 mL(TD)。

12.2.8 注射器:1 mL(TD)。

12.2.9 搅拌棒。

### 12.3 滤液酚酞碱度和甲基橙碱度的测定程序

12.3.1 取 1 mL 或更多滤液于锥形瓶中,加入 2 滴或更多的酚酞指示剂溶液。如指示剂变为粉红色,则用刻度移液管逐滴加入 0.01 mol/L 硫酸并不断搅拌,直至粉红色恰好消失。如样品颜色较深而干扰指示剂颜色变化,可用 pH 计测定,pH 值降至 8.3 时即为滴定终点(参见第 11 章关于 pH 值的测定)。

12.3.2 以每毫升滤液所消耗的 0.01 mol/L 硫酸的毫升数,记录滤液的酚酞碱度  $P_f$ 。

12.3.3 向测完  $P_f$  之后的样品中加入 2~3 滴甲基橙指示剂溶液,用刻度移液管逐滴加入硫酸标准溶液并不断搅拌,直至指示剂颜色从黄色变为粉红色。也可用 pH 计测定,pH 值降至 4.3 时即达到滴定终点(参见第 11 章关于 pH 值的测定)。

12.3.4 以每毫升滤液到达甲基橙终点所消耗的 0.01 mol/L 硫酸的总体积数(mL)(包括到达  $P_f$  终点所消耗的量),记录滤液的甲基橙碱度  $M_f$ 。

### 12.4 钻井液酚酞碱度的测定程序

12.4.1 用注射器或移液管取 1.0 mL 钻井液于锥形瓶中,用 25 mL~50 mL 蒸馏水稀释,加入 4~5 滴酚酞指示剂溶液。如指示剂变为粉红色,则边搅拌边用 0.01 mol/L 硫酸标准溶液迅速滴定至粉红色消失。如滴定终点的颜色变化不明显,可用 pH 计测定,pH 值降至 8.3 时即为滴定终点(参见第 11 章关于 pH 值的测定)。

如怀疑有水泥污染,则应尽可能快地滴定,并以粉红色第一次消失作为滴定终点。

12.4.2 以每毫升钻井液所消耗的 0.01 mol/L 硫酸的毫升数,记录钻井液的酚酞碱度  $P_{df}$ 。

### 12.5 $P_f$ 和 $M_f$ 的计算

氢氧根、碳酸根和碳酸氢根离子的浓度可按表 4 中的  $P_f$  和  $M_f$  估算。

表 4  $\text{OH}^-$ 、 $\text{CO}_3^{2-}$  和  $\text{HCO}_3^-$  的浓度

| $P_f$ 和 $M_f$ 的相对值 | 浓度<br>mg/L        |                     |                      |
|--------------------|-------------------|---------------------|----------------------|
|                    | $\text{OH}^-$     | $\text{CO}_3^{2-}$  | $\text{HCO}_3^-$     |
| $P_f=0$            | 0                 | 0                   | $1\ 220M_f$          |
| $2P_f < M_f$       | 0                 | $1\ 200P_f$         | $1\ 220(M_f - 2P_f)$ |
| $2P_f = M_f$       | 0                 | $1\ 200P_f$         | 0                    |
| $2P_f > M_f$       | $340(2P_f - M_f)$ | $1\ 200(M_f - P_f)$ | 0                    |
| $P_f = M_f$        | $340M_f$          | 0                   | 0                    |

### 12.6 石灰含量的估算

12.6.1 按 12.3 和 12.4 所述步骤测定滤液和钻井液的  $P_f$  和  $P_{df}$ 。

由液相和固相含量测定(见第 8 章)中得到的水的体积分数,按式(30)计算钻井液中水的(体积)系数  $F_w$ (以小数表示)。

$$F_w = \frac{\varphi_w}{100} \quad \dots\dots\dots(30)$$

式中:

$\varphi_w$ ——钻井液中水的(体积)系数,以百分数表示(%) (见第8章)。

12.6.2 按式(31)计算并记录钻井液中的石灰含量  $c_{\text{lime,A}}$ ,单位为千克每立方米[或按式(32)计算  $c_{\text{lime,B}}$ ,单位为磅每桶]。

$$c_{\text{lime,A}} = 0.742 \times (P_{\text{df}} - F_w P_{\text{f}}) \quad \dots\dots\dots(31)$$

$$c_{\text{lime,B}} = 0.26 \times (P_{\text{df}} - F_w P_{\text{f}}) \quad \dots\dots\dots(32)$$

式中:

$F_w$  ——钻井液中水的(体积)系数(以小数表示);

$P_{\text{df}}$  ——钻井液的酚酞碱度;

$P_{\text{f}}$  ——滤液的酚酞碱度。

## 13 氯离子含量

### 13.1 概述

本方法用于测定钻井液滤液中的氯离子浓度。

### 13.2 药品和仪器

13.2.1 硝酸银(CAS No.7761-88-8)标准溶液:4.791 g/L(0.028 2 mol/L,相当于0.001 g/mL 氯离子),存放在棕色或不透明的玻璃瓶中。

13.2.2 铬酸钾(CAS No.7789-00-6)指示剂溶液:5 g/100 mL 水溶液。

**警告:**铬酸钾为致癌物,应小心处理。

13.2.3 硫酸(CAS No.7664-93-9)标准溶液:0.01 mol/L 或硝酸(CAS No.7697-37-2)标准溶液:0.02 mol/L。

**警告:**硫酸和硝酸均为强酸且有毒。

13.2.4 酚酞(CAS No.518-51-4)指示剂溶液:1 g/100 mL 的50%乙醇水溶液。

13.2.5 碳酸钙(CAS No.471-34-1):沉淀物,化学纯。

13.2.6 蒸馏水。

13.2.7 刻度移液管:1 mL(TD)、10 mL(TD)。

13.2.8 锥形瓶:100 mL 或 150 mL,推荐使用无色透明的锥形瓶。

13.2.9 搅拌棒。

### 13.3 测定程序

13.3.1 取1 mL 或更多滤液于锥形瓶中,加入2~3滴酚酞溶液。如指示剂变为粉红色,则边搅拌边用移液管逐滴加入硫酸或硝酸标准溶液,直至粉红色消失。如滤液颜色较深,则先加入2 mL 0.01 mol/L 硫酸或0.02 mol/L 硝酸并搅拌均匀,然后加入1 g 碳酸钙并搅拌。

13.3.2 加入25 mL~50 mL 蒸馏水和5~10滴铬酸钾溶液。在不断搅拌下,用移液管逐滴加入硝酸银标准溶液,直至颜色由黄色变为砖红色并能保持30 s 为止。记录到达终点所消耗的硝酸银溶液的毫升数。如硝酸银标准溶液用量超过10 mL,则取较少一些的滤液样品重复上述测定。

**注:**如滤液中的氯离子浓度超过10 000 mg/L,可使用相当于0.01 g/mL(0.282 mol/L)氯离子的硝酸银溶液。此时,需将式(33)中的系数1 000 改为10 000。

### 13.4 计算

13.4.1 按式(33)计算并记录滤液中的氯离子浓度  $c_{\text{Cl}^-}$ , 单位为毫克每升。

$$c_{\text{Cl}^-} = 1\,000 \times \frac{V_{\text{sn}}}{V_{\text{f}}} \dots\dots\dots(33)$$

式中:

$V_{\text{sn}}$ ——滴定中所消耗的硝酸银标准溶液体积, 单位为毫升(mL);

$V_{\text{f}}$ ——滤液样品体积, 单位为毫升(mL)。

13.4.2 按式(34)将  $c_{\text{Cl}^-}$  转换为氯化钠浓度  $c_{\text{NaCl,A}}$ , 单位为毫克每升。

$$c_{\text{NaCl,A}} = 1.65c_{\text{Cl}^-} \dots\dots\dots(34)$$

13.4.3 按式(35)和由式(18)计算出的滤液密度, 将氯化钠浓度单位从毫克每升转换为 ppm(美国传统单位制)。

$$c_{\text{NaCl,B}} = \frac{c_{\text{NaCl,A}}}{\rho_{\text{f}}} \dots\dots\dots(35)$$

注: 在非常稀的溶液中, 毫克每升等同于 ppm。

## 14 以钙离子计的总硬度

### 14.1 概述

水或钻井液滤液的硬度主要由钙离子和镁离子而引起。将 EDTA(或其盐)加入水中或滤液中时, 它与钙、镁离子络合, 其终点可用合适的指示剂确定。水或滤液的总硬度以钙离子浓度来表示, 单位为毫克每升。如存在深颜色组分造成滴定终点难以分辨, 可加入氧化剂(如次氯酸钠等), 氧化这些组分予以解决。

### 14.2 药品和仪器

14.2.1 EDTA 溶液(CAS No.6381-92-6): 0.01 mol/L 的乙二胺四乙酸二钠盐标准溶液(1 mL 该浓度 EDTA 溶液中物质的量与 1 mL 1 000 mg/L  $\text{CaCO}_3$  溶液相同, 1 mL 该浓度 EDTA 溶液中物质的量与 1 mL 400 mg/L  $\text{Ca}^{2+}$  溶液相同)。

注: 不同供应商提供的 EDTA 名称不同, 最常见的是乙二胺四乙酸盐<sup>4)</sup>或“乙二胺四乙酸盐标准溶液”。

14.2.2 缓冲溶液: 67.5 g 氯化铵(CAS No.12125-02-9)加 570 mL 氢氧化铵(CAS No.1336-21-6)(15 mol/L), 用蒸馏水稀释至 1 000 mL。

14.2.3 硬度指示剂溶液: 1 g/L 钙镁试剂<sup>5)</sup>或相当的试剂; 1-(1-羟基-4-甲基-2-苯偶氮基)-2-萘酚-4-磺酸(CAS No.3147-14-6)的水溶液。

14.2.4 乙酸(CAS No.64-19-7): 冰醋酸。

**警告: 应避免与皮肤接触。**

14.2.5 掩蔽剂: 体积比为 1 : 1 : 2 的三乙醇胺(CAS No.102-71-6)、四乙烯基戊胺(CAS No.112-57-2)和去离子水的混合液。

14.2.6 次氯酸钠溶液(CAS No.7681-52-9): 5.25%(质量分数)的去离子水溶液。

**警告: 应避免与皮肤接触。**

4) 乙二胺四乙酸盐<sup>®</sup>是适合的市售产品的实例。给出这一信息是为了方便本标准的使用者, 并不表示对该产品的认可。

5) 钙镁试剂<sup>®</sup>是适合的市售产品的实例。给出这一信息是为了方便本标准的使用者, 并不表示对该产品的认可。



市售的许多商品漂白剂中含有次氯酸钙或草酸,不应使用这类试剂。应确保所用的次氯酸钠是新鲜的,时间久了会变质。

#### 14.2.7 去离子水或蒸馏水的空白试验:

应测定去离子水和次氯酸钠溶液的硬度。在不加样品的情况下,取 50 mL 去离子水和 10 mL 次氯酸钠溶液,按 14.3.7 和 14.3.8 的步骤进行测定。如加入样品,则按 14.3.2~14.3.6 的步骤加入 50 mL 去离子水和 10 mL 次氯酸钠溶液,从测定结果中减除去离子水和次氯酸钠溶液的硬度后即样品的硬度。

14.2.8 锥形瓶:150 mL。

14.2.9 刻度移液管:5 mL(TD)、10 mL(TD)。

14.2.10 移液管:1 mL(TD)、2 mL(TD)和 5 mL(TD)。

14.2.11 加热板(滤液颜色较深时使用)。

14.2.12 pH 试纸。

### 14.3 测定程序

14.3.1 取 1.0 mL 或更多样品于 150 mL 锥形瓶中(如滤液无色或颜色较浅,可省略 14.3.2~14.3.5 的步骤)。

14.3.2 加 10 mL 次氯酸钠并混匀。

14.3.3 加入 1 mL 乙酸并混匀。

14.3.4 煮沸样品 5 min,煮沸时按需加入去离子水以保持样品体积不变。煮沸可除去过量的氯气。将 pH 试纸浸在样品中可测试氯气是否除净。如试纸被漂白,则需要继续煮沸。

煮沸应在通风良好的地方进行。

14.3.5 冷却样品。

14.3.6 用去离子水冲洗锥形瓶内壁并将样品稀释至 50 mL,加入约 2 mL 缓冲溶液并混合均匀。

注:可溶性铁可能会干扰终点的确定。如怀疑存在铁离子,可用三乙醇胺、四乙烯基戊胺和去离子水的混合液(体积比为 1:1:2)作掩蔽剂,每次滴定时加入 1.0 mL 即可。

14.3.7 加入足够的硬度指示剂(2~6 滴)并混匀。如存在钙离子或镁离子,将会呈现酒红色。

14.3.8 边摇动边用 EDTA 溶液滴定至终点,硬度指示剂将由红色变为蓝色。继续加入 EDTA 溶液时不再有由红到蓝的颜色变化,即为最恰当的终点。所消耗的 EDTA 体积将用于 14.4 中的计算。

### 14.4 计算

按式(36)计算钙镁离子总硬度  $c_{Ca^{2+}+Mg^{2+}}$ ,单位为毫克每升(以钙离子计)。

$$c_{Ca^{2+}+Mg^{2+}} = 400 \times \frac{V_{EDTA}}{V_f} \dots\dots\dots (36)$$

式中:

$V_{EDTA}$  —— 滴定中所消耗的 EDTA 标准溶液体积,单位为毫升(mL);

$V_f$  —— 滤液样品体积,单位为毫升(mL)。

注:工业上一般将钙离子和镁离子浓度作为总硬度,并以钙离子计。

附录 A  
(资料性附录)  
水基钻井液化学分析

## A.1 钙离子含量

### A.1.1 概述

向含有钙离子和镁离子的水或钻井液滤液中加入 EDTA(或其盐)后,EDTA 先与钙离子发生络合。如样品的 pH 值足够高,镁离子会以氢氧化物形式沉淀,使用特殊的钙指示剂,可用 EDTA 测定钙离子含量。当 pH 值为 12~13,所有钙离子都被 EDTA 络合时,有些指示剂会发生颜色变化。深色的有机组分会造成终点难以分辨,可加入氧化剂(如次氯酸钠等),氧化这些组分子以解决。

### A.1.2 药品和仪器

**A.1.2.1** EDTA(CAS No.6381-92-6):0.01 mol/L 的乙二胺四乙酸二钠盐标准溶液(1 mL 该浓度 EDTA 溶液中物质的量与 1 mL 1 000 mg/L CaCO<sub>3</sub> 溶液相同,1 mL 该浓度 EDTA 溶液中物质的量与 1 mL 400 mg/L Ca<sup>2+</sup> 溶液相同)。

注:不同供应商提供的 EDTA 名称不同,最常见的是乙二胺四乙酸盐®或“乙二胺四乙酸盐标准溶液”。

**A.1.2.2** 测钙离子用缓冲溶液:1 mol/L 氢氧化钠(CAS No.1310-73-2)溶液。

**警告:**氢氧化钠为强碱性化学品,应避免与皮肤接触。

**A.1.2.3** 钙指示剂:Calver® II<sup>6)</sup> 或 羟基萘酚蓝(CAS No.63451-35-4)。

**A.1.2.4** 乙酸(CAS No.64-19-7):冰醋酸。

**警告:**应避免与皮肤接触。

**A.1.2.5** 锥形瓶:150 mL。

**A.1.2.6** 刻度移液管:1 mL(TD)、10 mL(TD)。

**A.1.2.7** 移液管:1 mL(TD)、2 mL(TD)和 5 mL(TD)。

**A.1.2.8** 加热板(滤液颜色较深时使用)。

**A.1.2.9** 掩蔽剂:体积比为 1:1:2 的三乙醇胺(CAS No.102-71-6)、四乙基戊胺(CAS No.112-57-2)和去离子水的混合液。

**A.1.2.10** pH 试纸。

**A.1.2.11** 量筒:50 mL(TC)。

**A.1.2.12** 次氯酸钠(CAS No.7681-52-9)溶液:5.25%(质量分数)次氯酸钠的去离子水溶液。

**警告:**应避免与皮肤接触。

市售的许多次氯酸钠中含有次氯酸钙或草酸,不应使用这类试剂。应确保所用的次氯酸钠是新鲜的,时间久了会变质。

**A.1.2.13** 去离子水或蒸馏水的空白试验:应测定去离子水和次氯酸钠溶液中的钙离子含量。在不加样品的情况下,取 50.0 mL 去离子水和 10 mL 次氯酸钠溶液进行测定。然后按 A.1.3 中的步骤,用 50.0 mL 去离子水、10 mL 次氯酸钠溶液以及样品重新测定,从测定结果中减去去离子水和次氯酸钠溶液中的钙离子含量,即为样品中的钙离子含量。

6) Calver® II 是适合的市售产品的实例。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。

### A.1.3 测定程序

A.1.3.1 用移液管取 1 mL 或更多样品于 150 mL 锥形瓶中。该样品体积将用于式(A.1)的计算。如滤液无色或颜色较浅,可省略 A.1.3.2~A.1.3.5 的步骤。

A.1.3.2 用刻度移液管加入 10 mL 次氯酸钠溶液并混合均匀。

A.1.3.3 用刻度移液管加入 1 mL 乙酸并混合均匀。

A.1.3.4 将样品煮沸 5 min,在煮沸期间按需加入去离子水以保持样品体积不变。煮沸可除去过量的氯气。将 pH 试纸浸在样品中可测试氯气是否除净。如试纸被漂白,则需要继续煮沸。充分煮沸过的样品其 pH 值为 5.0。

A.1.3.5 冷却样品。

A.1.3.6 用去离子水冲洗锥形瓶内壁并将样品稀释至约 50 mL,加入 10 mL~15 mL 测钙离子用缓冲溶液或足量的 NaOH,使 pH 值达到 12~13。

注:可溶性铁离子可能会干扰终点的确定。如怀疑存在铁离子,可用三乙醇胺、四乙烯基戊胺和去离子水的混合液(体积比为 1:1:2)作掩蔽剂。完成 A.1.3.6 步骤后,加入 1.0 mL 该混合液。

A.1.3.7 加入足量的钙指示剂(0.1 g~0.2 g),如存在钙离子,则会呈现粉红色至酒红色。如指示剂加得过多,会导致终点不明显。

注:加入钙指示剂时如再加入几滴甲基橙指示剂,可使滴定终点较为明显。

A.1.3.8 边摇动边用 EDTA 标准溶液滴定至终点,钙指示剂将由红色变为蓝色。继续加入 EDTA 溶液时不再有由红到蓝的颜色变化,即为最恰当的终点。所消耗的 EDTA 体积将用于式(A.1)的计算。

### A.1.4 计算

按式(A.1)计算钙离子含量  $c_{Ca^{2+}}$ ,单位为毫克每升。

$$c_{Ca^{2+}} = 400 \times \frac{V_{EDTA}}{V_f} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$c_{Ca^{2+}}$  ——钙离子含量,单位为毫克每升(mg/L);

$V_{EDTA}$  ——滴定中消耗的 EDTA 标准溶液体积,单位为毫升(mL)(1 mL 该浓度 EDTA 溶液中 EDTA 的物质的量与 1 mL 400 mg/L  $Ca^{2+}$  溶液中  $Ca^{2+}$  的物质的量相同);

$V_f$  ——滤液样品体积,单位为毫升(mL)。

## A.2 镁离子含量

### A.2.1 概述

从总硬度中减去钙离子含量可得到钻井液滤液中的镁离子含量,这样得到的是以钙离子计的镁离子含量。乘以原子量的比值(24.3/40=0.6),即可转换为镁离子含量。

### A.2.2 测定程序

A.2.2.1 测定以钙离子计的总硬度(见 14.3~14.4)。

A.2.2.2 按 A.1 测定钙离子含量。

### A.2.3 计算

按式(A.2)计算镁离子含量  $c_{Mg^{2+}}$ ,单位为毫克每升。

$$c_{\text{Mg}^{2+}} = 0.6 \times (c_{\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}} - c_{\text{Ca}^{2+}}) \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

$c_{\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}}$  ——以钙离子计的总硬度,单位为毫克每升(mg/L);

$c_{\text{Ca}^{2+}}$  ——钙离子含量,单位为毫克每升(mg/L)。

### A.3 硫酸钙含量

#### A.3.1 概述

钻井液中的硫酸钙含量可用 A.1 中所述 EDTA 方法测定。先用此方法测定钻井液滤液和钻井液中的钙离子总量,然后可计算出钻井液中硫酸钙总量和未溶解的(过量的)硫酸钙含量。

#### A.3.2 药品和仪器

A.3.2.1 EDTA(CAS No.6381-92-6)溶液:0.01 mol/L 乙二胺四乙酸二钠盐标准溶液(1 mL 该浓度 EDTA 溶液中物质的量与 1 mL 1 000 mg/L  $\text{CaCO}_3$  溶液相同,1 mL 该浓度 EDTA 溶液中物质的量与 1 mL 400 mg/L  $\text{Ca}^{2+}$  溶液相同)。

注:不同供应商提供的 EDTA 名称不同,最常见的是乙二胺四乙酸盐<sup>®</sup>或“乙二胺四乙酸盐标准溶液”。

A.3.2.2 测钙离子用缓冲溶液:1 mol/L 氢氧化钠(CAS No.1310-73-2)溶液。

警告:氢氧化钠为强碱性化学品,应避免与皮肤接触。

A.3.2.3 钙指示剂:Calver<sup>®</sup> II<sup>7)</sup>或羟基萘酚蓝(CAS No.63451-35-4)。

A.3.2.4 乙酸(CAS No.64-19-7):冰醋酸。

警告:应避免与皮肤接触。

A.3.2.5 掩蔽剂:体积比为 1 : 1 : 2 的三乙醇胺(CAS No.102-71-6)、四乙烯基戊胺(CAS No.112-57-2)和去离子水的混合液。

A.3.2.6 次氯酸钠(CAS No.7681-52-9)溶液:5.25%次氯酸钠(质量分数)的去离子水溶液。

警告:应避免与皮肤接触。

市售的许多次氯酸钠中含有次氯酸钙或草酸,不应使用这类试剂。应确保所用次氯酸钠是新鲜的,时间久了会变质。

A.3.2.7 去离子水或蒸馏水的空白试验:

应测定去离子水和次氯酸钠溶液中的硫酸钙含量。在不加样品的情况下,取 10 mL 去离子水和 10 mL 次氯酸钠溶液进行测定。然后按 A.3.3 中的步骤,用 10 mL 去离子水、10 mL 次氯酸钠溶液以及样品重新测定,从测定结果中减去去离子水和次氯酸钠溶液中的硫酸钙含量,即为样品中的硫酸钙含量。

A.3.2.8 锥形瓶:150 mL。

A.3.2.9 刻度移液管:1 mL(TD)、10 mL(TD)。

A.3.2.10 移液管:1 mL(TD)、2 mL(TD)、5 mL(TD)和 10 mL(TD)。

A.3.2.11 加热板(滤液颜色较深时使用)。

A.3.2.12 pH 试纸。

A.3.2.13 量筒:50 mL(TC)。

A.3.2.14 钻井液蒸馏器:见 8.2.1。

7) Calver<sup>®</sup>是适合的市售产品的实例。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。

### A.3.3 测定程序

A.3.3.1 将 5 mL 钻井液加入 245 mL 去离子水中,搅拌 15 min 后用 7.2.1.1 规定的滤失仪过滤,只收集澄清滤液。用 10 mL 移液管取 10 mL 澄清滤液置于 150 mL 锥形瓶中,然后按 A.1 所述步骤,用 EDTA 溶液滴定至终点,此时所消耗的 EDTA 体积为  $V_{\text{EDTA,df}}$ 。

A.3.3.2 用 EDTA 滴定 1 mL 原始钻井液滤液(按 7.2 所述方法得到)至终点,此时所消耗的 EDTA 体积以  $V_{\text{EDTA,f}}$  表示。

A.3.3.3 用水、油和固相含量测定(见第 8 章)中得到的水的体积分数  $\varphi_w$ (以百分数表示)和式(A.3)计算钻井液中水的(体积)系数  $F_w$ (以小数表示)。

$$F_w = \frac{\varphi_w}{100} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

### A.3.4 计算

A.3.4.1 按式(A.4)计算钻井液中硫酸钙含量  $c_{\text{CaSO}_4,A}$ ,单位为千克每立方米[或按式(A.5)计算  $c_{\text{CaSO}_4,B}$ ,单位为磅每桶]。

$$c_{\text{CaSO}_4,A} = 6.81V_{\text{EDTA,df}} \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

$$c_{\text{CaSO}_4,B} = 2.38V_{\text{EDTA,df}} \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

$V_{\text{EDTA,df}}$ ——钻井液滴定所消耗的 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL)(见 A.3.3.1)。

A.3.4.2 按式(A.6)计算钻井液中未溶解的(过量的)硫酸钙含量  $c_{\text{ex-CaSO}_4,A}$ ,单位为千克每立方米[或按式(A.7)计算  $c_{\text{ex-CaSO}_4,B}$ ,单位为磅每桶]。

$$c_{\text{ex-CaSO}_4,A} = 6.81V_{\text{EDTA,df}} - 1.36(V_{\text{EDTA,f}} \times F_w) \quad \dots\dots\dots (A.6)$$

$$c_{\text{ex-CaSO}_4,B} = 2.38V_{\text{EDTA,df}} - 0.48(V_{\text{EDTA,f}} \times F_w) \quad \dots\dots\dots (A.7)$$

式中:

$c_{\text{ex-CaSO}_4,A}$ ——未溶解的(过量的)硫酸钙含量,单位为千克每立方米( $\text{kg}/\text{m}^3$ );

$c_{\text{ex-CaSO}_4,B}$ ——未溶解的(过量的)硫酸钙含量,单位为磅每桶(lb/bbl);

$F_w$ ——钻井液中水的(体积)系数,以小数表示;

$V_{\text{EDTA,df}}$ ——钻井液所消耗的 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL)(见 A.3.3.1);

$V_{\text{EDTA,f}}$ ——钻井液滤液消耗的 EDTA 标准溶液的体积,单位为毫升(mL)(见 A.3.3.2)。

## A.4 硫离子含量

### A.4.1 概述

A.4.1.1 本方法可测定钻井液中的可溶性硫化物含量,可溶性硫化物包括硫化氢( $\text{H}_2\text{S}$ )、硫离子( $\text{S}^{2-}$ )和硫氢根离子( $\text{HS}^-$ )。在 Garrett 气体分析仪中,先将钻井液滤液酸化,使所有硫化物转变为硫化氢,然后被通入样品的惰性载气带出。气体分离器从液体样品中分离出气体,并使这种气体通过一个硫化氢探测器(即 Dräger<sup>8)</sup>管),Dräger 管中的试剂与硫化氢发生反应而沿其长度逐渐变暗,变暗的长度与钻井液滤液中的硫化物含量成正比。低浓度 Dräger 管为白色,硫化氢可将其变为棕黑色;高浓度 Dräger 管为淡蓝色,硫化氢可将其变为烟黑色。常规的钻井液污染物不会发生这种变色反应。

A.4.1.2 用 Garrett 气体分析仪进行测定前,应先用乙酸铅试纸定性分析是否存在硫化物。如乙酸铅试纸变暗则表明存在硫化物,此时应使用 Dräger 管进行定量分析。

8) Dräger 管是适合的市售产品的实例。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。

#### A.4.2 药品和仪器

A.4.2.1 硫酸(CAS No.7664-93-9);约 2.5 mol/L,ACS 试剂级。

警告:硫酸为强酸且有毒。

A.4.2.2 消泡剂:盛于滴瓶中。

A.4.2.3 载气:不与硫化氢、酸和 Dräger 管内试剂反应的气体。

推荐使用氮气,也可用二氧化碳气体(不可使用空气或其他含氧气体)。

A.4.2.4 Dräger 硫化氢分析管:

a) 低浓度管:标识“H<sub>2</sub>S 100/a”(No.CH 29101,100 mg/L~200 mg/L H<sub>2</sub>S);

b) 高浓度管:标识“H<sub>2</sub>S 0.2%/a”[No.CH 28101,0.2%~7%(体积分数)H<sub>2</sub>S]。

A.4.2.5 Garrett 气体分析仪:包括一组用透明塑料制成的气体分离室、一个惰性气体气源和压力调节器、一个浮球流量计和一个 Dräger 管。

Garrett 气体分析仪的规格如下:

a) 本体:

1) 第 1 室:

◆ 深度 90 mm(3.54 in);

◆ 直径 39 mm(1.52 in)。

2) 第 2 室和第 3 室:

◆ 深度 90 mm(3.54 in);

◆ 直径 30 mm(1.18 in)。

3) 室间通道:直径 2.0 mm(0.08 in)。

4) 材料:与酸、硫化物和硫化氢气体不发生反应的透明材料或玻璃。

b) 扩散管:

1) 管体:

◆ 直径 8.0 mm(0.315 in);

◆ 长度 150 mm(5.9 in)。

2) 扩散过滤填料(铃形细颗粒):直径 30 mm(1.18 in)。

3) 材料:低膨胀系数耐热玻璃。

c) 流量计:推荐使用浮球式,可测定流速为 300 mL/min 的 CO<sub>2</sub> 气体。

d) 软管:不与硫化氢及载气发生反应,推荐使用乳胶管或相当的塑料管。

e) 接头和硬管:不与硫化氢和酸发生反应。

f) 橡胶隔膜。

A.4.2.6 乙酸铅试纸盘(见 A.4.3.16)。

A.4.2.7 注射器:10 mL 和 2.5 mL(用于取酸);5 mL 和 10 mL(用于取样)。

A.4.2.8 针头:38 mm(1.5 in)21 号针头。

#### A.4.3 测定程序

A.4.3.1 确保各气体分离室洁净、干燥并置于水平台面上,取下顶盖。

注:气体分离室内的水可能会导致流量计内的浮球不能正常浮起,并且会影响 Dräger 管读值的准确度。

A.4.3.2 向第 1 室加入 20 mL 去离子水。

A.4.3.3 向第 1 室加入 5 滴消泡剂。

A.4.3.4 参照表 A.1 中有关不同硫化物浓度范围所需样品体积和 Dräger 管类型,选择合适的 Dräger 管,敲断管两端的尖头。

表 A.1 不同硫化物浓度下所用 Dräger 管(或同类产品)的型号、样品体积及管系数

| 硫化物浓度范围<br>mg/L | 样品体积 $V_s$<br>mL | Dräger 管标识 <sup>a</sup> | 管系数 $f^{b,c}$      |
|-----------------|------------------|-------------------------|--------------------|
| 1.2~24          | 10.0             | H <sub>2</sub> S 100/a  | 0.12 <sup>d</sup>  |
| 2.4~48          | 5.0              | H <sub>2</sub> S 100/a  | 0.12 <sup>d</sup>  |
| 4.8~96          | 2.5              | H <sub>2</sub> S 100/a  | 0.12 <sup>d</sup>  |
| 30~1 050        | 10.0             | H <sub>2</sub> S 0.2%/a | 1 450 <sup>e</sup> |
| 60~2 100        | 5.0              | H <sub>2</sub> S 0.2%/a | 1 450 <sup>e</sup> |
| 120~4 200       | 2.5              | H <sub>2</sub> S 0.2%/a | 1 450 <sup>e</sup> |

<sup>a</sup> 见管体。  
<sup>b</sup> 用于计算。  
<sup>c</sup> 如使用其他管,应根据制造商的说明修改表 A.1 中的管系数。  
<sup>d</sup> 管系数 0.12 用于标识为“H<sub>2</sub>S 100/a”(Cat. No. CH 29101)的管,刻度为 100 mg/L~2 000 mg/L。对于刻度为 1~20 的较早以前的管,所用管系数为 12。  
<sup>e</sup> 管系数 1 450 用于标识为“H<sub>2</sub>S 0.2%/a”(Cat. No. CH 28101)的管,刻度为 0.2%~7.0%(体积分数)。对于刻度为 1 cm<sup>3</sup>~17 cm<sup>3</sup> 的较早以前的管,所用管系数为“批量因子/0.40”比值的 600 倍。

A.4.3.5 将 Dräger 管插入设置好的插孔,使箭头朝下。同样插入流量计管,使顶部(TOP)标记朝上。确保每只管子都用 O 型圈密封。

A.4.3.6 将气体分离室的顶盖盖上,并用手均匀地拧紧所有螺丝以使所有 O 型圈密封。

A.4.3.7 关闭压力调节器,用软管把载气源与第 1 室内的扩散管连接起来。如使用 CO<sub>2</sub> 气弹,则安装并接通后将其连接到扩散管上。

A.4.3.8 用软管将第 3 室出口与 Dräger 管连接起来。

只能使用乳胶管或惰性塑料管。不要夹紧软管,以便在压力过高时可安全泄压。

A.4.3.9 调整第 1 室内的扩散管使其距底部约 6 mm(0.25 in)。

A.4.3.10 缓慢地通入载气 30 s 以清除体系内的空气。检查是否漏气。关闭载气。

A.4.3.11 收集足够的无固体滤液以便进行分析(如待测滤液中的可溶性硫化物浓度较低,则滤液的用量较多,见表 A.1)。

A.4.3.12 用带针头的注射器取一定量的无固体滤液样品,并通过橡胶隔膜注入第 1 室内。

A.4.3.13 用带针头的注射器取 10 mL 硫酸溶液,并通过橡胶隔膜缓慢注入第 1 室内。

A.4.3.14 立即重新打开载气,并调节流速在 200 mL/min~400 mL/min 范围内。

注:在此流速下,一个 CO<sub>2</sub> 气弹可使用约 15 min~20 min。

A.4.3.15 观察 Dräger 管外观的变化。在前端开始变模糊之前,观测并记录最大变暗长度(管体上标有单位)。继续通气,时间共计 15 min,此时前端可能会出现弥漫状和羽毛状染色。在高浓度管中,如样品中存在亚硫酸盐,则在暗色前端之前可能会出现橙色(由 SO<sub>2</sub> 引起)。在记录变暗长度时,应忽略由 SO<sub>2</sub> 引起的橙色段。

为使 Dräger 管的准确度最高,“变暗长度”宜占管长的一半以上,因此应仔细选择样品体积。

A.4.3.16 在第 3 室 O 型圈下面装一个乙酸铅试纸盘可代替气体分析仪中的 Dräger 管。乙酸铅试纸可定性测定样品中是否存在硫化物,试纸变黑则表明存在硫化物。证实存在硫化物后,应取另一份样品用 Dräger 管进行定量分析。

A.4.3.17 拆下软管并取下气体分离室的顶盖,清洗气体分析仪。从插孔中取下 Dräger 管和流量计,然后用塞子堵住插孔以保持干燥。用软毛刷、温水和温和的清洁剂清洗各气体分离室,用试管刷清洗各室间通道,冲洗、漂洗并用干燥气体吹扫扩散管,用去离子水冲洗仪器后将水排干。

**A.4.4 计算**

按式(A.8)计算样品中的硫离子含量  $c_{S^{2-}}$ ,单位为毫克每升。

$$c_{S^{2-}} = \frac{l_{st} \times f}{V_s} \dots\dots\dots (A.8)$$

式中:

$l_{st}$ ——Dräger 管最大变暗长度,单位见管上标记;

$V_s$ ——样品体积,单位为毫升(mL);

$f$ ——表 A.1 中的管系数,见表 A.1。

**A.5 碳酸盐含量**

**A.5.1 概述**

本方法可测定钻井液滤液中的可溶性碳酸盐含量。可溶性碳酸盐包括二氧化碳(CO<sub>2</sub>)、碳酸根离子(CO<sub>3</sub><sup>2-</sup>)和碳酸氢根离子(HCO<sub>3</sub><sup>-</sup>)。在 Garrett 气体分析仪中酸化钻井液滤液,使所有碳酸盐转化为 CO<sub>2</sub>,然后被通入样品的惰性载气带出。气体分离器从液体中分离出气体,并用一个 1 L 的气袋收集这些气体(使 CO<sub>2</sub> 混合均匀),然后以一定的流速通过二氧化碳探测器(即 Dräger<sup>9)</sup>管),Dräger 管中的试剂与 CO<sub>2</sub> 发生反应而沿其长度逐渐变紫。CO<sub>2</sub> 与联氨类发生反应可使结晶紫指示剂变为紫色,变紫的长度与钻井液滤液中的碳酸盐含量成正比。

**A.5.2 药品和仪器**

A.5.2.1 Garrett 气体分析仪:包括一组用透明塑料制成的气体分离室、一个惰性气体气源和压力调节器、一个浮球流量计和一个 Dräger 管。

Garrett 气体分析仪的规格如下:

a) 本体:

1) 第 1 室:

- 深度 90 mm(3.54 in);
- 直径 39 mm(1.52 in)。

2) 第 2 室和第 3 室:

- 深度 90 mm(3.54 in);
- 直径 30 mm(1.18 in)。

3) 室间通道:直径 2.0 mm(0.08 in)。

4) 材料:与酸、硫化物和硫化氢气体不发生反应的透明材料或玻璃。

b) 扩散管:

1) 管体:

- 直径 8.0 mm(0.315 in);
- 长度 150 mm(5.9 in)。

2) 扩散过滤填料(铃形细颗粒):直径 30 mm(1.18 in)。

9) Dräger 管是适合的市售产品的实例。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。



- 3) 材料:低膨胀系数耐热玻璃。
- c) 流量计:推荐使用浮球式,可测定流速为 300 mL/min 的 CO<sub>2</sub> 气体。
- d) 软管:不与硫化氢及载气发生反应,推荐使用乳胶管或相当的塑料管。
- e) 接头和硬管:不与硫化氢和酸发生反应。
- f) 橡胶隔膜。

A.5.2.2 载气:推荐使用装有低压压力调节器的高纯氮气(N<sub>2</sub>),也可用 N<sub>2</sub>O 气弹。

**警告:**一氧化二氮气弹不可用作高温高压(HTHP)滤失量测定中的压力源。在高温高压下,一氧化二氮在有润滑脂、油或含碳物质存在时可能会爆炸。一氧化二氮气弹只能用于 Garrett 气体分析仪的碳酸盐分析。

A.5.2.3 Dräger CO<sub>2</sub> 分析管:标识“CO<sub>2</sub>100/a”(Cat. No. 8101811),100 mg/L~3 000 mg/L。

A.5.2.4 Dräger 1 L ALCOTEST 气袋:No.7626425 或相当产品。

A.5.2.5 Dräger Accuro®<sup>10)</sup> 手动波纹管气体探测真空泵:31 型或同类产品。

A.5.2.6 旋塞阀:两通,配有聚四氟乙烯塞的 8 mm(0.315 in)玻璃阀。

A.5.2.7 硫酸(CAS No.7664-93-9):约 2.5 mol/L,ACS 试剂级。

**警告:**硫酸为强酸且有毒。

A.5.2.8 消泡剂:盛于滴瓶中。

A.5.2.9 注射器:1.0 mL、5 mL 和 10 mL(用于取酸);10 mL(用于取样)。

A.5.2.10 针头:38 mm(1.5 in)21 号针头。

注:推荐使用氮气而非 N<sub>2</sub>O 作载气。N<sub>2</sub>O 气体膨胀后会造成温度下降,使压力调节器内的隔膜变冷,如长期使用 N<sub>2</sub>O 气体会导致压力调节器不能正常调压。

### A.5.3 测定程序

A.5.3.1 确保气体分析仪清洁、干燥并置于水平台面上,取下顶盖。

如前次试验(即硫化物分析)中曾使用 CO<sub>2</sub> 作载气,应使用本次试验所用载气吹洗压力调节器、软管和扩散管。

A.5.3.2 向第 1 室加入 20 mL 去离子水。

A.5.3.3 向第 2 室加入 5 滴消泡剂。

A.5.3.4 盖上气体分离室的顶盖,并用手均匀拧紧所有螺丝以使所有 O 型圈密封。

A.5.3.5 调整扩散管使其距底部约 6 mm(0.25 in)。

A.5.3.6 关闭压力调节器,用软管把载气气源与第 1 室内的扩散管连接起来。

A.5.3.7 向气体分离室通入载气 1 min 以清除系统内的空气,检查气体分析仪系统是否漏气。

A.5.3.8 完全压紧气袋,检查气袋系统是否漏气。操作方法为:将气袋和旋塞阀连接到手动泵上(用一个废弃的 Dräger 管作为连接管,将气袋完全放空),完全压紧手动泵后放松。如气袋被完全抽空且不漏气,则手动泵会保持数分钟的压紧状态。如发现漏气,应检查手动泵和所有连接部件。如单独检查泵,可将一个密封的 Dräger 管插入真空泵的开口处,然后压紧波纹管。如不漏气,真空泵将保持被压紧的状态。

A.5.3.9 将气袋完全压紧后,用软管把旋塞阀和气袋连接到第 3 室的出口。

A.5.3.10 按表 A.2 所示取样体积,用带针头的注射器取一定量的无固体滤液样品,并通过橡胶隔膜注入第 1 室。

10) Dräger Accuro®是适合的市售产品的实例。给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。

表 A.2 不同碳酸盐浓度下所用 Dräger 管(或同类产品)的型号、样品体积和管系数

| 碳酸盐浓度范围<br>mg/L | 样品体积 $V_s$<br>mL | Dräger 管标识 <sup>a</sup><br>(见管体) | 管系数 $f^{b,c}$<br>(用于计算) |
|-----------------|------------------|----------------------------------|-------------------------|
| 25~750          | 10.0             | CO <sub>2</sub> 100/a            | 2.5 <sup>d</sup>        |
| 50~1 500        | 5.0              | CO <sub>2</sub> 100/a            | 2.5 <sup>d</sup>        |
| 100~3 000       | 2.5              | CO <sub>2</sub> 100/a            | 2.5 <sup>d</sup>        |
| 250~7 500       | 1.0              | CO <sub>2</sub> 100/a            | 2.5 <sup>d</sup>        |

<sup>a</sup> 见管体。  
<sup>b</sup> 用于计算。  
<sup>c</sup> 如使用其他管,应根据制造商的说明修改表 A.2 中的管系数。  
<sup>d</sup> 管系数 2.5 用于标识为“CO<sub>2</sub> 100/a”(Cat. No. 8101811)的管,刻度为 100 mg/L~3 000 mg/L。

A.5.3.11 用洁净的带针头注射器取 10 mL 硫酸溶液,并通过橡胶隔膜缓慢注入第 1 室。轻轻摇动气体分析仪,使 1 号室内的酸和样品混合均匀。

A.5.3.12 打开气袋上的旋塞阀,重新通入载气并在 10 min 内对气袋稳定充气。当气袋触摸坚硬时(注意不要爆裂),关闭气源和旋塞阀,并立即进行下步操作。

A.5.3.13 敲断 Dräger 管两端的尖头。

A.5.3.14 从第 3 室的出口取下软管,并将其连接到 Dräger 管的前端(观察管上指示气流方向的箭头)。将 Dräger 手动泵连接到 Dräger 管的后端。

A.5.3.15 打开气袋上的旋塞阀,用手平稳地完全压紧手动泵,然后将手从泵上松开,使气体流出气袋并通过 Dräger 管。继续操作手动泵并记录压缩次数,直至气袋被完全抽空(压 10 次应能抽空气袋,如多于 10 次则表明漏气,试验结果不准确)。

A.5.3.16 如气袋中存在 CO<sub>2</sub> 气体,Dräger 管前端会变紫,按 Dräger 管上标出的单位记录管变紫的长度(变紫长度中包括淡蓝色长度)。

为使 Dräger 管的准确度最高,“变紫长度”宜占管长的一半以上,因此应仔细选择样品体积。

A.5.3.17 拆下软管和顶盖,清洗气体分析仪。用毛刷、温水和温和的清洁剂清洗气体分离室,用试管刷清洗各室间通道,冲洗、漂洗并用干燥气体吹扫扩散管,用去离子水冲洗仪器后将水排干。应定期更换气袋以免漏气或气袋内被污染(推荐进行 10 次分析后更换气袋)。

#### A.5.4 计算

按式(A.9)计算滤液样品中的可溶性碳酸盐总量  $c_{CO_2+CO_3^{2-}+HCO_3^-}$ ,单位为毫克每升。

$$c_{CO_2+CO_3^{2-}+HCO_3^-} = \frac{l_{st} \times f}{V_s} \dots\dots\dots (A.9)$$

式中:

- $V_s$  ——样品体积,单位为毫升(mL);
- $l_{st}$  ——Dräger 管变紫长度,单位见管上标记;
- $f$  ——表 A.2 中的管系数。

## A.6 钾离子含量(浓度高于 5 000 mg/L)

### A.6.1 概述

钻井液中存在钾离子可稳定页岩并抑制粘土膨胀,因此应精确测定钾离子含量以便调控钻井液性能。本方法用于测定钾离子浓度高于 5 000 mg/L,即氯化钾浓度高于 10 kg/m<sup>3</sup>(3.5 lb/bbl)时,钻井液滤液中的钾离子含量。在离心管中用高氯酸盐沉淀钾离子后,测定沉淀的体积,从已绘制好的标准曲线上读出钾离子含量。

### A.6.2 药品和仪器

A.6.2.1 高氯酸钠(NaClO<sub>4</sub>)(CAS No.7601-89-0)溶液:150.0 g/100 mL 蒸馏水。

警告:干燥状态下,高氯酸钠和高氯酸钾如受热或与有机还原剂接触易发生爆炸。但如保持潮湿状态,则高氯酸盐无危险。高氯酸盐在水中会发生分解但无危险。

A.6.2.2 氯化钾(CAS No.7447-40-7)标准溶液:称取 14.0 g 氯化钾,用去离子水或蒸馏水定容至 100 mL。

A.6.2.3 离心机:水平悬摆式转体(手摇或电动),转速可达约 1 800 r/min。

注:使用手摇离心机时,按以下方法操作可获得非常稳定的 1 800 r/min 转速:测定每转动一圈手柄时转体的转数,即非常缓慢地转一圈手柄,并记下转体的转数。例如:每转一圈手柄,转体转 15 圈。计算转体转 1 800 转所需手柄转动的圈数。例如:转体转 1 800 转时手柄需要转 120 圈(1 800/15)。所以手柄在 1 min 内应转动 120 圈才能获得转体转速 1 800 r/min。在此转速,手柄在 5 s 内应转动 10 圈[(120/60)×5]。边数 5 s 内手柄所转圈数边调节至所需圈数,即可在 15 s~20 s 内达到稳定的 1 800 r/min 转速。调整转速至 1 800 r/min 所用时间应计入样品的离心时间。

A.6.2.4 离心试管:10 mL Kolmer 型。

A.6.2.5 刻度移液管:1 mL(TD)、2 mL(TD)和 5 mL(TD)。

A.6.2.6 注射器或刻度移液管:10 mL(TD)。

A.6.2.7 蒸馏水或去离子水。

### A.6.3 标准曲线绘制程序

A.6.3.1 每种类型的离心机都应绘制其标准曲线。为获得准确的标准曲线,至少需要三个点[10 kg/m<sup>3</sup>(3.5 lb/bbl)、30 kg/m<sup>3</sup>(10.5 lb/bbl)、50 kg/m<sup>3</sup>(17.5 lb/bbl)]。

A.6.3.2 可用 KCl 标准溶液制备样品[0.5 mL 氯化钾标准溶液相当于 10 kg/m<sup>3</sup>(3.5 lb/bbl)KCl]。分别用刻度移液管取 0.5 mL、1.5 mL 及 2.5 mL 氯化钾标准溶液即可得到 10 kg/m<sup>3</sup>(3.5 lb/bbl)、30 kg/m<sup>3</sup>(10.5 lb/bbl)、50 kg/m<sup>3</sup>(17.5 lb/bbl)的氯化钾溶液。

A.6.3.3 用蒸馏水将每份样品稀释至 7.0 mL 刻度处并摇动。

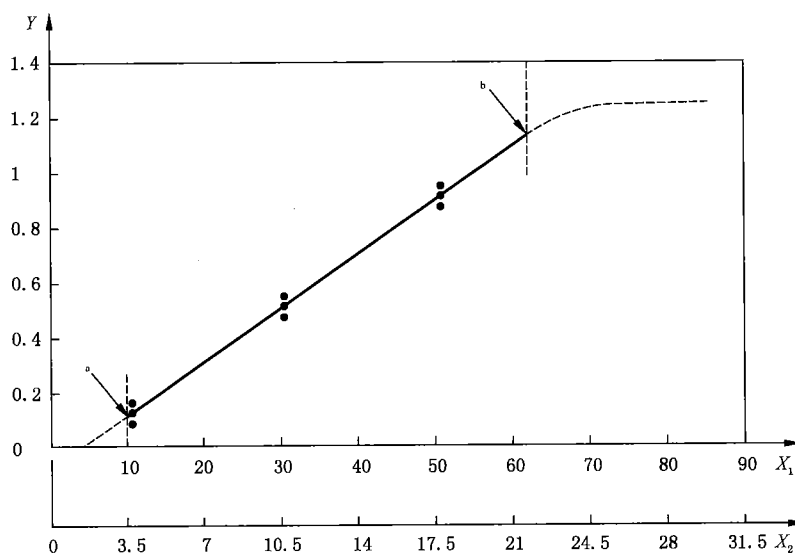
A.6.3.4 加入 3.0 mL 高氯酸钠标准溶液(不要摇动)。

A.6.3.5 在稳定转速(约 1 800 r/min)下离心 1 min 并立即读出沉淀体积。

离心时应使用另一支盛有等重液体的离心试管作平衡物。

A.6.3.6 为易于清洗,离心试管用完后应立即洗涤。

A.6.3.7 在直角坐标纸上以沉淀体积(mL)对 KCl 含量(kg/m<sup>3</sup> 或 lb/bbl)作图,如图 A.1 所示。



说明:

$X_1$  ——  $c_{KCl,A}$ ,  $kg/m^3$ ;

$X_2$  ——  $c_{KCl,B}$ ,  $lb/bbl$ ;

$Y$  —— 沉淀体积, mL。

<sup>a</sup> 浓度低于  $10 kg/m^3$  ( $3.5 lb/bbl$ ) 时不宜使用这种测定方法。

<sup>b</sup> 超过此点时, 参考表 A.3。

图 A.1 KCl 标准曲线示例(不可用于计算)

#### A.6.4 滤液样品测定程序

A.6.4.1 用刻度移液管移取适量滤液于离心试管中(取样体积见表 A.3)。

A.6.4.2 如滤液体积少于 7.0 mL, 则用蒸馏水稀释至 7.0 mL 并摇动。

A.6.4.3 加入 3.0 mL 高氯酸钠标准溶液, 不要摇动。如存在钾离子, 立即产生沉淀。

A.6.4.4 在稳定转速(约 1 800 r/min)下离心 1 min, 立即读取并记录沉淀体积。

离心时应使用另一支盛有等重液体的离心试管作平衡物。

A.6.4.5 再加 2~3 滴高氯酸钠溶液于离心试管中, 如仍有沉淀形成, 表明尚未测出全部钾离子。按表 A.3 所示, 另取一份少些的滤液, 并重复 A.6.4.1~A.6.4.4 的操作。

A.6.4.6 将所测得的沉淀体积与 A.6.3 中绘制的标准曲线进行对比, 即可确定稀释试验样品中的 KCl 浓度, 以  $kg/m^3$  为单位记录 KCl 浓度  $c_{KCl,A}$  (或以  $lb/bbl$  为单位记录  $c_{KCl,B}$ ), 也可以  $mg/L$  为单位记录钾离子浓度。如从标准曲线上读出的稀释样品 KCl 浓度  $c_{KCl,A}$  ( $c_{KCl,B}$ ) 超过  $50 kg/m^3$  (或  $17.5 lb/bbl$ ), 则测定结果的准确度降低。为获得更准确的结果, 可按表 A.3 所示滤液取样体积, 另取一份少些的滤液, 并重复 A.6.4.1~A.6.4.4 的操作。

表 A.3 不同 KCl 浓度下滤液的取样体积

| KCl 浓度范围                |                         | 滤液中钾离子浓度<br>mg/L | 滤液样品体积 $V_f$<br>mL |
|-------------------------|-------------------------|------------------|--------------------|
| $c_{KCl,A}$<br>$kg/m^3$ | $c_{KCl,B}$<br>$lb/bbl$ |                  |                    |
| 10~50                   | 3.5~17.5                | 5 250~26 250     | 7.0                |

表 A.3 (续)

| KCl 浓度范围                         |                       | 滤液中钾离子浓度<br>mg/L | 滤液样品体积 $V_f$<br>mL |
|----------------------------------|-----------------------|------------------|--------------------|
| $c_{KCl,A}$<br>kg/m <sup>3</sup> | $c_{KCl,B}$<br>lb/bbl |                  |                    |
| 50~100                           | 17.5~35               | 26 250~52 500    | 3.5                |
| 100~200                          | 35~70                 | 52 500~105 000   | 2.0                |
| >200                             | >70                   | >105 000         | 1.0                |

## A.6.5 计算

按式(A.10)计算滤液中 KCl 含量  $c_{f,KCl,A}$ , 单位为千克每立方米[或按式(A.11)计算  $c_{f,KCl,B}$ , 单位为磅每桶]。

$$c_{f,KCl,A} = \left(\frac{7}{V_f}\right) \times c_{KCl,A} \quad \dots\dots\dots (A.10)$$

$$c_{f,KCl,B} = \left(\frac{7}{V_f}\right) \times c_{KCl,B} \quad \dots\dots\dots (A.11)$$

式中:

$c_{KCl,A}$ ——标准曲线  $X_1$  轴所对应的氯化钾含量(见图 A.1), 单位为千克每立方米(kg/m<sup>3</sup>);

$c_{KCl,B}$ ——标准曲线  $X_2$  轴所对应的氯化钾含量(见图 A.1), 单位为磅每桶(lb/bbl);

$V_f$ ——滤液样品体积, 单位为毫升(mL)。

用单位为千克每立方米的  $c_{f,KCl,A}$  按式(A.12)计算滤液中钾离子含量  $c_{K^+,A}$ , 单位为毫克每升[或用  $c_{f,KCl,B}$  按式(A.13)计算  $c_{K^+,B}$ , 单位为磅每桶]。

$$c_{K^+,A} = 525 \times c_{f,KCl,A} \quad \dots\dots\dots (A.12)$$

$$c_{K^+,B} = 0.525 \times c_{f,KCl,B} \quad \dots\dots\dots (A.13)$$

式中,  $c_{f,KCl,A}$  和  $c_{f,KCl,B}$  见上述定义。

## A.7 钾离子含量(浓度低于 5 000 mg/L)

## A.7.1 概述

本方法用于测定钾离子浓度低于 5 000 mg/L 时钻井液滤液中的钾离子含量。加入过量的四苯硼钠(STPB)标准溶液时, 钾离子会以四苯硼钾的形式沉淀。然后以溴酚蓝作指示剂, 用季铵盐(QAS)(十六烷基三甲基溴化铵)滴定未反应的四苯硼钠, 颜色由紫蓝色变为淡蓝色即为滴定终点。从样品所加入的四苯硼钠总量中减去未反应的四苯硼钠的量, 即可算出样品中的钾离子含量  $c_{K^+}$ 。

## A.7.2 药品和仪器

A.7.2.1 四苯硼钠(STPB)(CAS No.143-66-8)标准溶液: 8.754 g 四苯硼钠加入 800 mL 去离子水中, 再加入 10 g~12 g 氢氧化铝, 搅拌 10 min 后过滤。向滤液中加入 2 mL 20% NaOH 溶液, 用去离子水稀释至 1 L。

A.7.2.2 季铵盐(QAS)(CAS No.57-09-0)标准溶液: 取 1.165 g 十六烷基三甲基溴化铵, 用去离子水稀释至 500 mL。

A.7.2.3 氢氧化钠(CAS No.1310-73-2)溶液:在去离子水中的质量分数为 20%。

警告:氢氧化钠为强碱性化学品,应避免与皮肤接触。

A.7.2.4 溴酚蓝(CAS No.115-39-9)指示剂:向 3 mL 0.1 mol/L NaOH 中加入 0.04 g 溴酚蓝,用去离子水稀释至 100 mL。

A.7.2.5 去离子水或蒸馏水。

A.7.2.6 刻度移液管:2 mL(TD)(精度为 0.01 mL)、5 mL(TD)和 10 mL(TD)。

A.7.2.7 移液管:25 mL(TD)。

A.7.2.8 容量瓶:100 mL(TC)。

A.7.2.9 锥形瓶:250 mL。

A.7.2.10 漏斗。

A.7.2.11 滤纸。

A.7.3 测定程序

A.7.3.1 按表 A.4 中的取样量,取适量滤液置于 100 mL 容量瓶中。应使用移液管量取滤液。

表 A.4 不同 KCl 浓度下滤液的取样体积

| KCl 浓度范围          |           | 滤液中钾离子浓度<br>mg/L | 滤液样品体积 $V_f$<br>mL |
|-------------------|-----------|------------------|--------------------|
| kg/m <sup>3</sup> | lb/bbl    |                  |                    |
| 0.5~3.0           | 0.18~1.05 | 263~1 575        | 10.0               |
| 3.0~6.0           | 1.05~2.1  | 1 575~3 150      | 5.0                |
| 6.0~20.0          | 2.1~7.0   | 3 150~10 500     | 2.0                |

A.7.3.2 加入 4 mL NaOH 溶液(质量分数 20%,用 5 mL 移液管量取)和 25 mL 四苯硼钠溶液(用 25 mL 移液管量取),然后用去离子水稀释至 100 mL。

A.7.3.3 混合均匀后静置 10 min。

A.7.3.4 过滤至 100 mL 烧杯内。如滤液仍混浊,应再过滤一次。

A.7.3.5 移取 25 mL 上述滤液(用 25 mL 移液管量取)于 250 mL 锥形瓶中。

A.7.3.6 加入 10~15 滴溴酚蓝指示剂。

A.7.3.7 用季铵盐溶液滴定至颜色从紫蓝色变为淡蓝色。

应每月检验季铵盐溶液与四苯硼钠溶液的相对浓度。取 2 mL 四苯硼钠溶液于锥形瓶中,加入 50 mL 去离子水,加入 1 mL 20% NaOH 溶液和 10~20 滴溴酚蓝指示剂,用季铵盐溶液滴定至颜色从紫蓝色变为淡蓝色,即可测得季铵盐溶液的等效浓度。

按式(A.14)计算季铵盐与四苯硼钠的浓度比值  $R_{QAS/STPB}$ 。

$$R_{QAS/STPB} = \frac{V_{QAS}}{2} \dots\dots\dots(A.14)$$

式中:

$V_{QAS}$ ——季铵盐溶液的体积,单位为毫升(mL)。

如该比值不在  $4.0 \pm 0.5$  范围内,在计算钾离子含量  $c_{K^+,V_{QAS}}$  (以 mg/L 为单位)时需使用按式(A.15)得出的校正系数  $k_{cor}$ 。

$$k_{cor} = \frac{8}{V_{QAS}} \dots\dots\dots(A.15)$$

## A.7.4 计算

如  $R_{QAS/STPB}$  值在  $4.0 \pm 0.5$  范围内,按式(A.16)计算钾离子含量  $c_{K^+,A}$ ,单位为毫克每升。

$$c_{K^+,A} = \frac{1\,000 \times (25 - V_{QAS})}{V_f} \dots\dots\dots (A.16)$$

式中:

$V_f$ ——滤液样品体积,mL。

如需使用校正系数,则按式(A.17)计算滤液中的钾离子含量  $c_{K^+,A}$ ,单位为毫克每升。

$$c_{K^+,A} = 1\,000 \left[ \frac{25 - (k_{cor} \times V_{QAS})}{V_f} \right] \dots\dots\dots (A.17)$$

按式(A.18)计算滤液中的氯化钾含量  $c_{f,KCl,A}$ ,单位为千克每立方米[或按式(A.19)计算  $c_{f,KCl,B}$ ,单位为磅每桶]。

$$c_{f,KCl,A} = \frac{c_{K^+,A}}{525} \dots\dots\dots (A.18)$$

$$c_{f,KCl,B} = \frac{c_{K^+,A}}{1\,500} \dots\dots\dots (A.19)$$

**附录 B**  
(资料性附录)  
**用浮筒切力计测定静切力**

**B.1 概述**

**B.1.1** 经验表明,有些钻井液静止后,特别是在高温下,其切力将大大增加。过高的切力会在开泵循环时提高泵压,还会导致井漏。过高的切力还可能给测井、射孔及其他井下作业带来麻烦。

**B.1.2** 本方法可用于测定钻井液切力的变化趋势,并估算其极限切力值的范围。通常用高温老化后静止的钻井液样品测定静切力,因此,所选择的老化温度应与估算的井底温度相近,老化罐应能承受试验所要求的压力和温度。

**B.2 仪器**

**B.2.1** 不锈钢切力计浮筒,参数如下:

- 长度 89 mm(3.5 in);
- 外径 36 mm(1.4 in);
- 壁厚 0.2 mm(0.008 in)。

注:经验表明切力计浮筒下部略呈锥形可改善试验结果的再现性。

**B.2.2** 平板:用于放置砝码。

**B.2.3** 一套砝码:克级。

**B.2.4** 刻度尺:刻度为 mm(in)。

**B.3 测定程序**

**B.3.1** 将切力计浮筒及平板小心地放置在高温老化后冷却至室温的钻井液样品表面上,并使其平衡。可能需要将平板上的砝码左右移动以确保浮筒开始沉入钻井液中时呈垂直状态。如高温老化后的钻井液样品表面形成了一层表皮,应在放置切力计浮筒前先将其轻轻挑破。

**B.3.2** 在平板上小心地加上足量的砝码,使切力计浮筒开始缓慢向下移动。如所加砝码没有过量,则切力计浮筒下沉至某一位置时就不再下沉,此时老化后的钻井液作用在浮筒表面上的力恰好与所加砝码平衡。一般要求浮筒下沉的长度至少为筒身的一半。

**B.3.3** 以克为单位记录平板和砝码的总质量,然后以厘米为单位记录浸入在钻井液样品内的浮筒筒长。可在浮筒达到下沉平衡时测量其未浸入部分的长度,从而更准确地确定浮筒的浸入长度。可用一把刻度尺抵在钻井液表面和浮筒外缘,测出未浸入部分的长度,从浮筒的总长减去此值即为浸入部分的长度。

**B.4 计算**

**B.4.1** 按式(B.1)计算静切力  $\gamma_A$ ,单位为帕(Pa)。

$$\gamma_A = \frac{4.40 \times (m_{st} + m_{tot})}{l_A} - 1.02\rho_{df,A} \dots\dots\dots(B.1)$$



式中:

- $m_{st}$  ——切力计浮筒的质量,单位为克(g);  
 $m_{tot}$  ——切力总质量(砝码和平板的总质量),单位为克(g);  
 $l_A$  ——浸入在钻井液中的切力计浮筒长度,单位为厘米(cm);  
 $\rho_{df,A}$  ——钻井液密度,单位为克每立方厘米( $g/cm^3$ );  
 4.40 ——换算系数,单位为每厘米( $cm^{-1}$ );  
 1.02 ——换算系数,单位为厘米(cm)。

B.4.2 按式(B.2)计算静切力  $\gamma_B$ ,单位为磅力每一百平方英尺(lbf/100 ft<sup>2</sup>)。

$$\gamma_B = \frac{3.61 \times (m_{st} + m_{tot})}{l_B} - 0.256\rho_{df,B} \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

- $m_{st}$  ——切力计浮筒的质量,单位为克(g);  
 $m_{tot}$  ——切力总质量(砝码和平板的总质量),单位为克(g);  
 $l_B$  ——浸入在钻井液中的切力计浮筒长度,单位为英寸(in);  
 $\rho_{df,B}$  ——钻井液密度,单位为磅每加仑(lb/gal);  
 3.61 ——换算系数,单位为每英尺( $ft^{-1}$ );  
 0.256 ——换算系数,单位为英尺(ft)。

附录 C  
(资料性附录)  
电阻率测定

C.1 概述

控制钻井液和钻井液滤液的电阻率,可以更好地利用电测结果评价地层特性。

C.2 仪器

C.2.1 直读式电阻率仪:或类似的电阻率仪。

有关电源、校正、测量及计算按制造商的说明书执行。

C.2.2 校正过的电阻率池。

C.2.3 温度计:量程为 0 °C~105 °C(32 °F~220 °F)。

C.2.4 试管刷:适用于各种类型和容积的电阻率池。

C.2.5 实验室用洗涤剂溶液:适用于清洗金属和塑料。

C.3 测定程序

C.3.1 在洁净、干燥的电阻率池内注满刚搅拌过的钻井液或钻井液滤液。钻井液或钻井液滤液样品中不可混有空气或其他气体。

C.3.2 将电阻率池连接到电阻率仪上。

C.3.3 以  $\Omega \cdot m$ (直读式)或  $\Omega$ (非直读式)为单位测量电阻。仪器或制造商的说明书中会说明读值类型。

C.3.4 测量样品的温度,精确至 0.5 °C(1 °F)。

C.3.5 清洗电阻率池。如必要,用试管刷和洗涤剂清洗。用蒸馏水冲洗后使其干燥。

C.4 计算

C.4.1 以  $\Omega \cdot m$  为单位记录钻井液电阻率  $r_{df}$  或钻井液滤液电阻率  $r_f$ ,精确至 0.01  $\Omega \cdot m$ 。

C.4.2 以 °C(或 °F)为单位记录样品温度。

C.4.3 如读数值  $R_r$  单位为  $\Omega$ ,则按式(C.1)和式(C.2)转换为以  $\Omega \cdot m$  为单位的电阻率。

$$r_{df} = R_{r,df} \times K \quad \dots\dots\dots(C.1)$$

$$r_f = R_{r,f} \times K \quad \dots\dots\dots(C.2)$$

式中:

$K$  —— 电池常数,单位为平方米每米( $m^2/m$ );

$R_{r,df}$  —— 钻井液的电阻率仪读数,单位为欧姆( $\Omega$ );

$R_{r,f}$  —— 滤液的电阻率仪读数,单位为欧姆( $\Omega$ )。

## 附录 D

(资料性附录)

### 测试前钻井液中空气或其他气体的清除方法

#### D.1 概述

在试验前,大多数钻井液不需要用特殊仪器来清除混入的空气或其他气体,一般只需加几滴合适的消泡剂并缓慢搅拌即可。在大多数情况下,用小勺搅拌或来回倾倒几次即可除气。如按上述步骤操作后,钻井液中仍含有空气或其他气体,可用下述程序除气。

注:如只测定钻井液密度,可用第5章中的加压钻井液密度计测定。

#### D.2 仪器

D.2.1 设备:真空泵及其配套仪器。

D.2.2 消泡剂:市售液态钻井液消泡剂。

#### D.3 操作程序

D.3.1 将受到气侵的钻井液注入洁净、干燥的容器内,加至容器约一半处。

D.3.2 在钻井液表面加几滴消泡剂。

D.3.3 装好搅拌器和盖板,然后将带有密封垫的盖子盖好。

D.3.4 用真空管连接泵和仪器,抽真空至约 83 kPa(620 mmHg;24.4 inHg)。

D.3.5 提高真空度至 10 kPa~16 kPa(75 mmHg~120 mmHg;3.0 inHg~4.7 inHg),然后按制造商的说明书进行操作。

D.3.6 如钻井液中气体已清除,则将真空度降至 50 kPa~65 kPa(375 mmHg~490 mmHg;14.8 inHg~19.3 inHg),然后观察钻井液中有无气泡。

D.3.7 如气体未完全清除,则重复 D.3.4~D.3.6 的操作,直至气体完全清除。

D.3.8 除气结束后,完全消除真空,然后倒出钻井液以备试验用。

附录 E  
(资料性附录)  
钻杆腐蚀环试验

## E.1 概述

E.1.1 通常通过在钻柱上安放腐蚀检验环来评价钻井液对钻柱及其他钢制设备的腐蚀。腐蚀环在井下与钻井液接触一段时间后,取下并检验这些腐蚀环,即可获得有关钻井液腐蚀性及其腐蚀类型等信息。对腐蚀环上的腐蚀产物和点蚀坑进行检验,可为分析腐蚀原因提供依据,有助于采取合适的防腐措施。

E.1.2 腐蚀环法适用于局部点蚀或均匀腐蚀破坏的检测,这类腐蚀的特征是金属质量发生损失。腐蚀环法不适用于氢脆、应力腐蚀开裂或其他类型断裂的检测,除非这些破坏与点蚀有关。

## E.2 药品和仪器

E.2.1 盐酸(CAS No.7647-01-0):用蒸馏水配成质量分数为 15%的水溶液。

**警告:盐酸为强酸且有毒。**

E.2.2 无水丙酮(CAS No.67-64-1)。

E.2.3 甲醇(CAS No.67-56-1)。

E.2.4 石油醚(CAS No.8002-05-9)。

E.2.5 去离子水或蒸馏水。

E.2.6 洗涤剂。

E.2.7 腐蚀环:

- a) 环的结构:环形钻柱腐蚀挂片或腐蚀环应加工成在钻杆外螺纹的端部与内螺纹的凹槽相吻合,且其内径应与钻杆接头内径相同,以减少晃动。
- b) 环的组成:为避免电化学腐蚀,应使用与安放腐蚀环的钻杆接头相同的钢材制作腐蚀环。由于这个要求难以实现,可使用化学组分相似的钢材,如 AISI(美国钢铁学会)4130 型钢材。应在试验报告上注明所用钢材级别。腐蚀环一般从未淬火或未回火的钢管上切割,其组成应与 AISI 4130 型钢材和钻杆接头钢材相似,这样可大大减少电化学腐蚀,提供有价值的试验数据。
- c) 环的标记:腐蚀环上应刻有序号,使之能永久性地辨认。
- d) 环的准备(由供应商完成):应使用硬毛刷和洗涤剂溶液刷洗腐蚀环,然后依次用清水和无水丙酮或甲醇冲洗。干燥后称量并记录,准确到毫克(mg)。将环存放在干燥容器(如干燥器)内以防发生腐蚀。送往井场时,腐蚀环还应密封包装以减少空气对环的腐蚀。

E.2.8 超声波清洗器(推荐)或毛刷:硬毛或细颗粒级(000)钢丝棉。

E.2.9 手套:耐酸,进行强酸处理时用于个人防护。

E.2.10 硫化铁试验溶液:磷酸试验用。

## E.3 测定程序

E.3.1 钻杆腐蚀环应在钻柱上至少放置 40 h(通常是 100 h)。由于初始腐蚀速率可能很快,可能会给出误导性的数据,因此腐蚀环在钻井液中的放置时间应不少于 40 h。腐蚀环通常放置在钻铤上面第一

个立柱顶部的接头处,在多个钻头钻进期间可将其留在钻柱中;另一个腐蚀环可放置在方钻杆保护接头处以监测此点的腐蚀情况。应确保内螺纹凹槽清洁,以防干扰接头的吻合并避免损害腐蚀环。在某些情况下,可使用为放置在钻柱上的腐蚀环而专门加工的接头。在放置腐蚀环时应戴上清洁、干燥的手套。

**E.3.2** 应完整地填写钻杆腐蚀环试验报表,每张报表至少应填写腐蚀环的材料、钻井液性能、腐蚀类型、腐蚀环在钻柱上的位置、初始质量、试验时间、放环时井深、取环时井深、环的编号、腐蚀产物颜色以及其他与该试验有关的信息。报表可印在腐蚀环的包装封皮上,也可印成单独的报表与腐蚀环一起包装。

**E.3.3** 从钻柱上取下腐蚀环,用布擦掉残留在环上的钻井液。应检验环的腐蚀程度和机械磨损。如腐蚀严重,应迅速确定腐蚀原因,以便采取补救措施。肉眼观察之后,将腐蚀环放入原包装或含有气态缓蚀剂的包装袋中,送回实验室。

**E.3.4** 宜使用洗涤剂溶液清洗腐蚀环,不宜使用丙酮或石油醚。在清洗称量之前,应对腐蚀副产物和结垢进行定点检测。例如可进行砷酸(硫化铁试验溶液)试验,定性检验腐蚀环表面的硫化物,试验完成后可用洗涤剂溶液和硬毛刷清洗腐蚀环。可能需要将腐蚀环在10%~15%的抑制性盐酸溶液中浸泡5 s~10 s,需要浸泡一次或多次以清除腐蚀产物,每次酸浸后应使用洗涤剂溶液清洗腐蚀环,用清水彻底冲洗腐蚀环,然后用无水丙酮或甲醇冲洗,干燥后称量。不可使用强磨蚀性材料或非抑制性强酸。可用超声波清洗器清洗腐蚀环。

对于10%~15%的抑制性盐酸,可加入一些抑制剂来防止酸洗后腐蚀环继续发生腐蚀,如炔丙基类、乙炔基类、嘧啶类和胺类化合物。腐蚀环的制造商可推荐使用其他合适的化合物。

**E.3.5** 对已预称量的腐蚀环进行适宜的清洗并记录腐蚀膜及腐蚀破坏类型后,将腐蚀环重新称量,准确至毫克(mg),并确定质量损失。如果由于机械磨损而导致金属的质量损失较大,则应注明并在腐蚀环评价中加以考虑。腐蚀速率可以 $\text{kg}/(\text{m}^2 \cdot \text{a})$ 或 $\text{mm}/\text{a}$ [ $\text{lb}/(\text{ft}^2 \cdot \text{a})$ 或 $\text{mil}/\text{a}$ ]为单位。腐蚀速率的计算公式见E.5。

#### E.4 肉眼检验的描述

**E.4.1** 如果用肉眼即可观察到明显的腐蚀,通常可检测到点蚀。均匀腐蚀或一般性腐蚀可用失重法测定。腐蚀环的机械磨损通常根据其外表的缺口或压痕来确定。在某些情况下,腐蚀环上可能出现连续的压痕和磨损点,表明腐蚀环在内螺纹凹槽内发生过剧烈晃动。

**E.4.2** 在评定由失重法计算出的腐蚀速率时,应注意该数值还受钻井液磨蚀作用的影响。由于腐蚀环内壁暴露在泵入钻杆内的钻井液中,因此金属的质量损失包括由腐蚀和磨蚀引起的损失。如钻井液中含有高浓度的砂子,由磨蚀造成的质量损失可能更大。

**E.4.3** 在腐蚀环的检验中可能会出现质量损失较小但有几个较深的蚀坑的现象。这种情况表明,即使计算出的腐蚀速率较低,仍存在相当严重的腐蚀问题。

#### E.5 计算

按式(E.1)计算腐蚀环的腐蚀速率 $q_A$ ,单位为千克每平方米年[ $\text{kg}/(\text{m}^2 \cdot \text{a})$ ];按式(E.2)计算 $q_B$ ,单位为磅每平方英尺年[ $\text{lb}/(\text{ft}^2 \cdot \text{a})$ ]。

$$q_A = \left( \frac{\Delta m}{1 \times 10^6} \right) \left( \frac{1 \times 10^4}{A_A} \right) \left( \frac{8760}{t} \right) = 87.6 \times \left( \frac{\Delta m}{A_A \times t} \right) \dots\dots\dots (\text{E.1})$$

式中:

$\Delta m$  —— 腐蚀环损失质量,单位为毫克(mg);

$A_A$  —— 腐蚀环总表面积,单位为平方厘米( $\text{cm}^2$ );

$t$  —— 腐蚀环放置总时间,单位为小时(h)。

$$q_B = \left( \frac{\Delta m}{453\ 600} \right) \left( \frac{144}{A_B} \right) \left( \frac{8\ 760}{t} \right) \dots\dots\dots(\text{E.2})$$

式中:

$\Delta m$  —— 腐蚀环损失质量,单位为毫克(mg);

$A_B$  —— 腐蚀环总表面积,单位为平方英寸( $\text{in}^2$ );

$t$  —— 腐蚀环放置总时间,单位为小时(h)。

注 1: 计算中使用的是腐蚀环的总表面积。

注 2: 时间是指在钻柱中总的放置时间。

注 3: 对钢制腐蚀环(相对密度 7.86),可按式(E.3)~式(E.7)进行不同单位的换算。

$$q_{\text{Bl}} = 5.01 \times q_A \dots\dots\dots(\text{E.3})$$

$$q_{\text{Bl}} = 24.6 \times q_B \dots\dots\dots(\text{E.4})$$

$$q_{\text{Al}} = 0.127 \times q_A \dots\dots\dots(\text{E.5})$$

$$q_{\text{Al}} = 0.621 \times q_B \dots\dots\dots(\text{E.6})$$

$$q_B = 1.61 \times q_{\text{Al}} \dots\dots\dots(\text{E.7})$$

式中:

$q_{\text{Bl}}$  —— 腐蚀速率,单位为密耳每年(mil/a);

$q_{\text{Al}}$  —— 腐蚀速率,单位为毫米每年(mm/a)。

注 4: 密耳(mil)为厚度单位。1 mil=0.001 in=25.4  $\mu\text{m}$ 。

注 5: 钻井液服务公司或腐蚀测试实验室所提供的腐蚀环通常会提供一个放大系数,这个系数包括金属的密度和腐蚀环的表面积。因此只需将腐蚀环损失质量除以腐蚀环在钻柱内放置总时间,再乘以放大系数即可得到腐蚀速率。

**附录 F**  
**(资料性附录)**  
**取样、检验和拒收**

### F.1 概述

下述程序为符合 GB/T 5005(GB/T 5005—2010,ISO 13500<sup>[1]</sup>:2008,MOD)规范的材料提供了取样、检验和拒收的方法。适用于重晶石粉、赤铁矿粉、钻井级膨润土、未处理膨润土、OCMA 级膨润土、凹凸棒石、海泡石、技术级低粘羧甲基纤维素和技术级高粘羧甲基纤维素等。

### F.2 袋装粉状材料的取样

**F.2.1** 每批材料不少于 15 个取样点(见 F.4),每个点取 0.5 kg(或 1 lb)样品或更多,合并作为试样。

**F.2.2** 每批材料共 1 000 袋或少于 1 000 袋时,应从 15 个袋中取样。

**F.2.3** 经合同双方同意,可按下述任一方法取样:

- a) 从每袋顶部取至少 0.5 kg(或 1 lb)样品。
- b) 用一个内径不小于 2.5 cm(或 1 in)的取样管取样,将取样管插入要取样的袋中,取出与包装袋长度相仿的一管样品。

### F.3 散装粉状材料的取样

**F.3.1** 从贮藏能力为 25 000 kg~100 000 kg(25 t~100 t)的贮仓中采集样品时,应使用一个内径不小于 2.5 cm(或 1 in)的取样管取样。取样管应有足够的长度,以便从要取样的材料顶部到底部取出一管样品。

**F.3.2** 每批(贮仓每重新贮藏一次材料即为一批)材料应取 15 个点。如果由于贮仓尺寸原因而不能用这种方法取样,可按合同双方同意的的方法取样。

**F.3.3** 从贮藏能力少于 20 000 kg(20 t)的贮仓中取样时,如贮仓不超过 10 个,应从每个贮仓中至少取一个点;从 100 000 kg(100 t)或少于 100 000 kg(100 t)的同一批次中取样时,取样总数应不少于 10 个点。

### F.4 测试样品的制备

**F.4.1** 把从每批材料中采集的样品合并、混匀,用四分法或格槽法制备出 7 kg(或 15 lb)试样,将其分为三等份。

**F.4.2** 将每份样品分别密封在密闭、防潮的容器中。一份交给买方,一份交给供方,第三份保存供复检用。

### F.5 比对

合同双方都应对样品进行测定。应按同样的方法,在同样的时间对受控制的或已知的参考样品进行比对试验。如测试结果在允许的误差范围内,则测试结果有效。

## F.6 检验

应为买方检验员提供所有合理的便利条件,以便能仔细地取样和检验。取样和验收工作应在 6 d 内完成。

## F.7 拒收

如未通过规范中所述的试验而拒收材料时,应在试验完成后立即向供方提供报告,并说明拒收的原因。

## F.8 复检

F.8.1 合同双方的任一方都可在完成原始试验报告后的一周内提出复检要求。

F.8.2 如合同双方意见不一致,可将未开封的第三份样品送至双方都认可的仲裁实验室进行复检,双方都应受仲裁试验结果的约束。



**附 录 G**  
(资料性附录)  
**井场取样**

**G.1 概述**

在井场可采用下述方法从专用罐车中取样。如合同双方同意,本方法也可用于对送到井场的材料进行取样。

**G.2 底流取样(推荐)****G.2.1 仪器**

**G.2.1.1 侧流取样器:**见图 G.1。

**G.2.1.2 帆布袋:**直径约 14 cm(5.5 in),长 30 cm(12 in)。

**G.2.1.3 容器:**可扎口的袋子或其他合适的容器,能收集所有细颗粒。

**G.2.2 取样程序**

**G.2.2.1** 将侧流取样器连接到罐车出口上。

**G.2.2.2** 在卸货过程中,取 3 份质量为 1.5 kg~2.5 kg(3 lb~5 lb)的样品,分别在材料卸至大约 1/4、1/2、3/4 时进行取样。

注:如所取样品不具代表性,可改取一份质量为 4 kg~7 kg(9 lb~15 lb)的样品。容器受到上批材料的污染很可能会造成取样误差,严格执行本程序可大大减少取样误差。不可从最顶部表面或从底部最初流出的材料中取样。此外,如输料管未全部充满就从侧流取样器取样也有可能造成取样误差。在罐车快要卸空或材料流动受到干扰时可能会出现这种情况。在这些情况下取样会产生取样误差。

**G.2.2.3** 每份样品取样前,应迅速打开阀门,以便将聚积在侧流取样器中的所有材料冲出来。在取样器上绑上一个洁净的帆布袋,打开阀门将其灌满。

注:在取样前可将底部出口处的气流阀部分关闭,以减少取样时产生的灰尘。

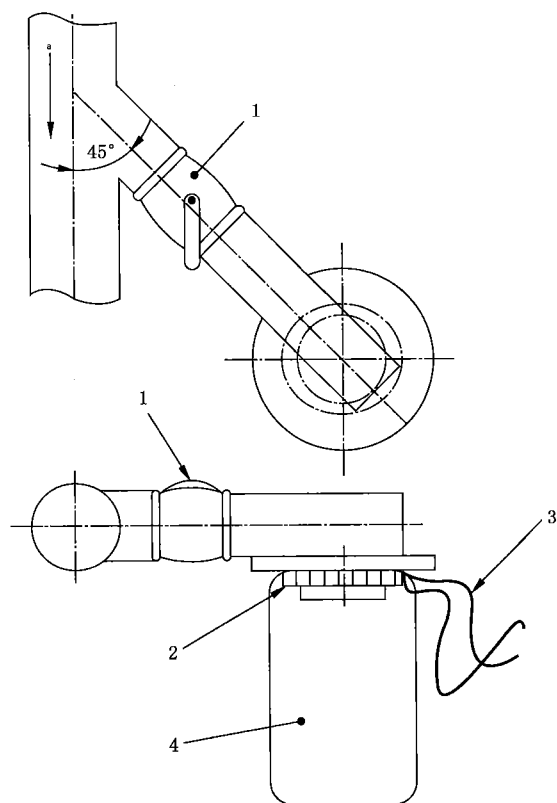
**G.2.2.4** 小心地将样品从帆布袋转移至可扎口的袋子或其他合适的容器中,在容器上贴上注有所有相关信息的标签。

**G.2.2.5** 在下次取样前,将帆布袋倒空。从每一罐车取样时都应使用洁净的或新的帆布袋。

**G.3 抓取法取样****G.3.1 仪器**

**G.3.1.1 样品勺:**如图 G.2 所示,深度 10 cm~15 cm(4 in~6 in),长度 30 cm~45 cm(12 in~18 in)。

**G.3.1.2 容器:**可扎口的袋子或其他合适的容器,能收集所有细颗粒。



说明:

1——连接在 DN50 cm(2 in)支管上的 DN50 cm(2 in)球阀;

2——卡紧帆布袋的滚珠或凸缘;

3——捆扎绳;

4——14 cm×30 cm(5.5 in×12 in)的帆布袋。

a 流程方向。

图 G.1 侧流取样器

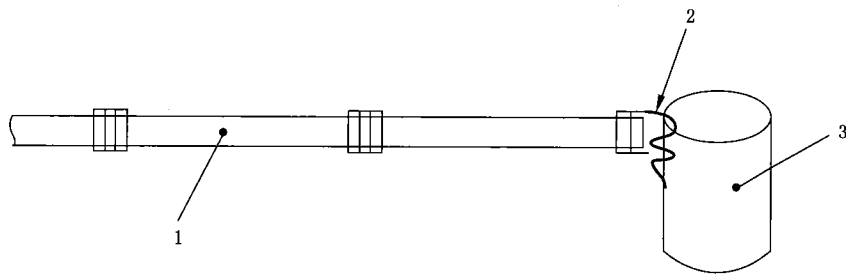
### G.3.2 取样程序

G.3.2.1 小心打开罐车顶盖,注意不要使盖子撞击罐顶。

G.3.2.2 移去顶盖下面的顶部表面材料,形成一个比取样勺宽 1.5 倍的沟槽。

G.3.2.3 从沟槽的底部取出质量为 1.5 kg~2.5 kg(3 lb~5 lb)的样品,并移入一个可扎口的袋子或其他合适的容器中。在容器上贴上标签。

G.3.2.4 在材料顶部的另两个取样点重复上述操作,这两个取样点分别位于罐车中心与两端连线间的中心位置附近。



说明：

- 1——油漆工用的加长手柄，平的一端连接在铰链上；
- 2——带式铰链；
- 3——金属容器。

图 G.2 样品勺

## 附录 H

(资料性附录)

### 玻璃量具、温度计、黏度计、蒸馏器杯和钻井液密度计的检验和校正

#### H.1 概述

本附录为钻井液现场测试所用仪器提供了校正方法,在本部分的测试程序中未包含这些方法。

#### H.2 仪器的校正

##### H.2.1 玻璃量具

玻璃仪器的供应商通常会对移液管、量筒和类似的器具进行校正,这可作为购买要求的一部分。如器具校正十分重要,用户可从供应商处获取玻璃器具的校正证书。可用重量分析法对玻璃器具的校正进行核准,不需要定期重新校正。量筒的校正程序见 H.3.1。

##### H.2.2 温度计

用一支标准温度计来校正现场测试用温度计,尤其是常用的金属刻度盘式温度计。温度计在使用前应进行校正,此后应定期校正,其校正周期取决于测试的重要性的和温度计的稳定性。温度计的校正程序见 H.3.2。

##### H.2.3 黏度计

用可追溯的标准黏度流体来校正现场测试用黏度计。黏度计在使用前应进行校正,此后应定期校正,其校正周期取决于测试的重要性的和黏度计的稳定性。使用中的黏度计应每月至少校正一次,如黏度计读数不稳定,还应增加校正次数。黏度计的校正程序见 H.3.3。

##### H.2.4 钻井液密度计

按测试程序用去离子水校正钻井液密度计。推荐的校正频率是在每一系列测试之前,或由作业者、钻井液公司或利益相关方指定。

##### H.2.5 蒸馏器杯

按测试程序用去离子水校正。蒸馏器杯在使用前应进行校正,此后应定期校正,或由作业者、钻井液公司或利益相关方指定。蒸馏器杯的校正程序见 H.3.4。

#### H.3 校正程序

##### H.3.1 量筒

H.3.1.1 使量筒和蒸馏水达到室温,记录温度,精确至 0.5 °C(1 °F)。

H.3.1.2 把洁净、干燥的量筒放到天平上,之后使天平归零。

H.3.1.3 保持量筒在天平上,加入蒸馏水至不同的刻度线。对 10 mL 量筒,每次增量为 2 mL,即加入

量依次为:2 mL、4 mL、6 mL、8 mL、10 mL;对 20 mL 量筒,每次增量为 4 mL,即加入量依次为:4 mL、8 mL、12 mL、16 mL、20 mL;对 50 mL 量筒,每次增量为 10 mL,即加入量依次为:10 mL、20 mL、30 mL、40 mL、50 mL。用移液管或注射器小心地将蒸馏水注入至所需刻度线,不要让水滴留在量筒壁上。

**H.3.1.4** 记录指定刻度线  $i$  下每一体积所对应的质量  $m_{w,i}$ ,精确至 0.01 g。

**H.3.1.5** 按式(H.1)计算量筒在每一刻度的体积  $V_i$ 。

$$V_i = \frac{m_{w,i}}{\rho_w} \dots\dots\dots (H.1)$$

式中:

$m_{w,i}$  ——指定刻度线  $i$  下水的质量,单位为克(g);

$\rho_w$  ——水在测试温度下的密度(见表 H.1),单位为克每立方厘米( $\text{g}/\text{cm}^3$ )。

**表 H.1 不同温度下水的密度**

| 温度                 |                    | 密度 $\rho_w$<br>$\text{g}/\text{cm}^3$ | 温度                 |                    | 密度 $\rho_w$<br>$\text{g}/\text{cm}^3$ |
|--------------------|--------------------|---------------------------------------|--------------------|--------------------|---------------------------------------|
| $^{\circ}\text{C}$ | $^{\circ}\text{F}$ |                                       | $^{\circ}\text{C}$ | $^{\circ}\text{F}$ |                                       |
| 15.0               | 59.0               | 0.999 1                               | 25.5               | 77.9               | 0.996 9                               |
| 15.5               | 59.9               | 0.999 1                               | 26.0               | 78.8               | 0.996 8                               |
| 16.0               | 60.8               | 0.999 0                               | 26.5               | 79.7               | 0.996 6                               |
| 16.5               | 61.7               | 0.998 9                               | 27.0               | 80.6               | 0.996 5                               |
| 17.0               | 62.6               | 0.998 8                               | 27.5               | 81.5               | 0.996 4                               |
| 17.5               | 63.5               | 0.998 7                               | 28.0               | 82.4               | 0.996 2                               |
| 18.0               | 64.4               | 0.998 6                               | 28.5               | 83.3               | 0.996 1                               |
| 18.5               | 65.3               | 0.998 5                               | 29.0               | 84.2               | 0.995 9                               |
| 19.0               | 66.2               | 0.998 4                               | 29.5               | 85.1               | 0.995 8                               |
| 19.5               | 67.1               | 0.998 3                               | 30.0               | 86.0               | 0.995 6                               |
| 20.0               | 68.0               | 0.998 2                               | 30.5               | 86.9               | 0.995 5                               |
| 20.5               | 68.9               | 0.998 1                               | 31.0               | 87.8               | 0.995 3                               |
| 21.0               | 69.8               | 0.998 0                               | 31.5               | 88.7               | 0.995 2                               |
| 21.5               | 70.7               | 0.997 9                               | 32.0               | 89.6               | 0.995 0                               |
| 22.0               | 71.6               | 0.997 7                               | 32.5               | 90.5               | 0.994 9                               |
| 22.5               | 72.5               | 0.997 6                               | 33.0               | 91.4               | 0.994 7                               |
| 23.0               | 73.4               | 0.997 5                               | 33.5               | 92.3               | 0.994 5                               |
| 23.5               | 74.3               | 0.997 4                               | 34.0               | 93.2               | 0.994 4                               |
| 24.0               | 75.2               | 0.997 3                               | 34.5               | 94.1               | 0.994 2                               |
| 24.5               | 76.1               | 0.997 1                               | 35.0               | 95.0               | 0.994 0                               |
| 25.0               | 77.0               | 0.997 0                               | —                  |                    |                                       |

### H.3.2 温度计

**H.3.2.1** 把待校正的温度计与一支标准温度计并排放入恒温水浴[或容积 4 L(1 gal)以上的适宜容器]中,容器内盛有水,放置在温度相对恒定的房间的工作台上,恒温 30 min。

H.3.2.2 读取并记录两支温度计的读值。

H.3.2.3 每隔 5 min 读值一次,至少读取 4 组数据。

H.3.2.4 计算每一支温度计的平均读值。

H.3.2.5 对可调式温度计,调节待校正的温度计使之与标准温度计读值一致。对其他温度计,执行 H.3.2.6 中的步骤。

H.3.2.6 按式(H.2)计算温度计的校正值  $C_{th}$ ,该值可校正待校正温度计的读值。

$$C_{th} = R_1 - R_2 \quad \dots\dots\dots (H.2)$$

式中:

$R_1$ ——标准温度计的平均读值;

$R_2$ ——待校正温度计的平均读值。

示例 1: 温度计的校正。

SI 单位制:

$$R_1 = 23.9 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$R_2 = 24.2 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$C_{th} = 23.9 \text{ } ^\circ\text{C} - 24.2 \text{ } ^\circ\text{C} = -0.3 \text{ } ^\circ\text{C}$$

USC 单位制:

$$R_1 = 75.0 \text{ } ^\circ\text{F}$$

$$R_2 = 75.5 \text{ } ^\circ\text{F}$$

$$C_{th} = 75.0 \text{ } ^\circ\text{F} - 75.5 \text{ } ^\circ\text{F} = -0.5 \text{ } ^\circ\text{F}$$

示例 2: 温度计校正值的应用。

$$C_{th} = -0.3 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$R_2 = 25.0 \text{ } ^\circ\text{C}$$

$$R_{z,cor}(\text{校正后}) = 25.0 \text{ } ^\circ\text{C} + (-0.3 \text{ } ^\circ\text{C}) = 24.7 \text{ } ^\circ\text{C}$$

H.3.2.7 在温度计上标明校正值和校正日期。

不宜使用校正值超出测量容许误差两倍的温度计。

### H.3.3 黏度计

H.3.3.1 获取经认证的校正用标准流体,以及附带的黏温曲线图或黏度数据表,其黏度应覆盖实际测试范围,如 50 mPa·s(50 cP)、100 mPa·s(100 cP)等。应确定黏温曲线图上的批号与流体包装上的批号一致。由于各批次流体的黏度通常会有微小的差别,每一批次的标准流体都应该经过单独认证。

注:很多经过认证的标准流体的标签上以厘泊(cP)为单位。1 mPa·s=1 cP。

H.3.3.2 洗净并擦干黏度计内筒、外筒和样品杯。

注:水会对标准流体造成污染。

把黏度计和标准流体并排放在温度相对恒定的房间内的工作台上[温度允许误差  $\Delta\theta < 3 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{h}$  ( $< 5 \text{ } ^\circ\text{F}/\text{h}$ )],至少放置 2 h 以恒温。

H.3.3.3 开启黏度计,使黏度计在空气中运转 2 min~4 min,以松弛轴承和齿轮。

如外筒转动时抖动严重,应调整或更换外筒。

H.3.3.4 向样品杯中注入标准流体至刻度线处,将样品杯放在黏度计底架上,移动底架使液面恰好与外筒上的刻度线重合。

H.3.3.5 将一支温度计[精度  $\pm 0.1 \text{ } ^\circ\text{C}$  ( $\pm 0.2 \text{ } ^\circ\text{F}$ )]放在标准流体中,为防止打碎温度计,应握住或用胶带绑住温度计。在低速档下运转黏度计,直至温度计读值在 30 s 内的变化不超过  $0.1 \text{ } ^\circ\text{C}$  ( $0.2 \text{ } ^\circ\text{F}$ ),记录温度读值。

H.3.3.6 运转黏度计,读取 600 r/min 和 300 r/min 的读数,精确至 0.5 格,必要时可使用放大镜。

H.3.3.7 用标准流体所附带的黏温曲线或数据表确定标准流体在该温度下的黏度,精确至

0.5 mPa·s。将 300 r/min 的读值与标准黏度进行对比,记录偏差(正或负)。将 600 r/min 读值除以 2.00,再与标准黏度相对比,记录偏差。

H.3.3.8 偏差超过 1.5 格即为不可接受。如偏差超出这个极限值,应调节或修理黏度计。

H.3.3.9 记录黏度计的序列号、校正日期和偏差。在黏度计上标明校正日期和校正状态。

#### H.3.4 蒸馏器杯

H.3.4.1 使蒸馏器杯、盖子和蒸馏水达到室温,记录温度,精确至 0.5 °C(1 °F)。

H.3.4.2 将清洁、干燥的蒸馏器杯和盖子放到天平上,之后使天平归零。

H.3.4.3 向蒸馏器杯中注满蒸馏水,盖上样品杯的盖子并旋转,使杯与盖恰好吻合。应确保有少许过量的水从盖子上的小孔溢出。擦去过量的水,注意避免将杯内的水吸出。

H.3.4.4 把注满水的蒸馏器杯和盖子放到先前已归零的天平上,记录水的质量,精确至 0.01 g。

H.3.4.5 根据水在室温下的密度(见表 H.1),按式(H.3)计算蒸馏器杯的体积  $V_{RC}$ ,单位为毫升(mL)。

$$V_{RC} = \frac{m_w}{\rho_w} \quad \dots\dots\dots (H.3)$$

式中:

$m_w$  ——水的质量,单位为克(g);

$\rho_w$  ——水在测试温度下的密度(见表 H.1),单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>)。

#### H.3.5 低温低压滤失仪用垫圈和 O 型圈

H.3.5.1 用于低温低压滤失量测定的垫圈或 O 型圈内径应在 75.8 mm(2.99 in)~76.9 mm(3.03 in)。

H.3.5.2 用可测量该直径的量规测定垫圈或 O 型圈的直径。

H.3.5.3 不应使用直径超出此范围的垫圈或 O 型圈进行低温低压滤失试验。

附 录 I  
(规范性附录)

用螺钉固定杯盖式渗透性封堵仪测定水基钻井液高温高压滤失量

I.1 概述

I.1.1 钻井液的滤失性能及滤饼特性的测定,与滤液本身(如油、水或乳状液含量)的特性一样,均为钻井液控制和处理的基础。

I.1.2 这些性能受钻井液中固相类型、固相含量以及不同组分之间物理、化学作用的影响,而这些物理、化学作用还受温度和压力的影响。渗透性封堵仪(PPA)是一种改进型高温高压滤失仪,可在压力高达 13 800 kPa(2 000 psi)、温度从室温至 260 °C(500 °F)条件下,用多种过滤介质评价各种组分之间的相互作用。与标准的 HTHP 滤失仪一样,PPA 既适用于现场测试,也适用于实验室测试。

I.2 安全注意事项

I.2.1 PPA 的工作压力上限取决于所用的样品杯。有两种类型的样品杯可供使用:螺纹杯盖式和螺钉固定杯盖式。这些样品杯共分 5 个压力等级,为确保安全,操作者应确切了解测试仪器的压力上限,且不应超过该压力限制。如有疑问,应与仪器制造商联系或按可能的压力上限的最低值操作。

I.2.2 为安全操作 PPA,操作者应理解并练习正确组装和操作仪器。不恰当的组装、不正确的操作或使用有缺陷的部件,可能会造成样品杯泄漏或损坏,进而造成严重的人身伤害或设备损坏。

I.2.3 在操作过程中样品杯是灼热的,操作者应清楚灼热部位并避免触摸。在正常操作过程中,触摸仪器的灼热部位会造成烫伤。

I.2.4 该仪器为电加热设备,与其他电气设备一样,如电路受损或有故障,会发生短路从而引发火灾、人身伤害、仪器损坏等事故。因此该仪器仅在正常接地时才能使用。

I.2.5 为安全操作液压系统,应执行以下操作程序。

I.2.5.1 在进行以下操作之前,应确保液压已释放,液压泵上的压力表指示回零:

- a) 将液压软管从快速接头处与样品杯断开时;
- b) 将样品杯从加热套中取出时;
- c) 搬动仪器时;
- d) 灌充液压泵时;
- e) 进行维护保养时,包括紧固液压泵上发生泄漏的配件、其他液压配件和样品杯组件。

I.2.5.2 在灌充或维修液压系统后,应将洒落的油清理干净。油洒落在地板上很危险,洒落的油在 PPA 附近积聚是火灾隐患。

I.2.5.3 组装样品杯时,应确保恰当地安装并拧紧固定杯盖的螺钉。

I.2.6 为确保对回压接收器安全加压,应执行以下操作程序。

I.2.6.1 只能用氮气或二氧化碳对回压接收器加压。对于硅酸盐钻井液,只能使用氮气。不应使用压缩空气、氧气或其他非推荐气体。如使用氮气,应使用检定合格的氮气瓶或实验室铺设的氮气供气系统。氮气瓶的固定应符合安全规程。CO<sub>2</sub> 压力源通常使用压力约为 6 200 kPa(900 psi)的小型气弹,主要用于现场测试。

**警告:**不可加热 CO<sub>2</sub> 气弹或将其暴露在明火中,过热时可能会发生爆炸。

**警告:**一氧化二氮气弹不可用作高温高压滤失量测定中的压力源。在高温高压下,一氧化二氮在有



润滑脂、油或含碳物质存在时可能会爆炸。一氧化二氮气弹只能用于 Garrett 气体分析仪的碳酸盐分析。

I.2.6.2 维护调压阀和压力表,使其处于良好状态。不可将油涂抹在调压阀上。

I.2.6.3 应维护或更换泄漏的液压或气压加压系统,压力表、组件和软管应保持完好,并进行漏点检查和改正。应定期测试液压泵上的泄压阀,确保在压力过高时泄压阀能正常发挥作用。不应堵塞泄压阀或使其旁路。

I.2.6.4 对回压接收器组件加压时,应先打开气源,然后调节调压阀。不应尝试在仪器额定压力之上或泄压阀设置压力之上进行操作。对回压接收器泄压时,应先关闭气源,释放系统内的压力,然后再拧松调压阀的 T 形手柄。

I.2.7 为确保安全加热,应执行以下操作程序。

I.2.7.1 在操作过程中,PPA 会变热至足以引起严重灼伤,应注意避免受伤。在未设警告提示的情况下,操作者不应离开已加热或正在加热的 PPA。

I.2.7.2 将样品杯从加热套中取出并用水冷却是很危险的,应避免这种操作。灼热的样品杯遇水产生的蒸汽、直接触摸样品杯或样品杯意外坠落等情况都会造成严重的人身伤害。

I.2.8 为确保安全用电,应执行以下操作程序。

I.2.8.1 确保电源安装了保险丝并接地,检查加热套上的电源线,确保状态完好并正确接地。

I.2.8.2 目视检查中,不一定能发现电线或加热器的电路故障。故障的第一迹象经常表现为保险丝烧断、断路器跳闸、升温时间过长或温控不稳定等。仪器未断开电源之前,不得进行任何电路维修。

I.2.9 在样品杯维护中,用户应充分认识到样品杯是压力容器,应视为潜在的危险源。为确保安全操作,应执行以下安全预防措施。

I.2.9.1 样品杯的材质应与待测样品匹配。

I.2.9.2 如样品杯出现严重凹坑或裂纹,则不应使用。

I.2.9.3 不应使用出现变形或损坏的样品杯、杯盖或垫圈,应仔细检查螺纹有无损坏。

I.2.9.4 只可使用完好无损的淬硬钢螺钉,其他螺钉都不安全。

### I.3 仪器——螺钉固定杯盖式渗透性封堵仪(PPA)

#### I.3.1 PPA 样品杯。

I.3.1.1 可用的螺钉固定杯盖式样品杯有三种类型。常见的、新近制造的样品杯其额定压力为 13 800 kPa(2 000 psi)或 12 420 kPa(1 800 psi)。

目前仍有一些用钢印标记为“2 500 psi”(17 240 kPa)的老式样品杯在使用,1996 年已将这种样品杯的额定压力降为“1 800 psi”(12 420 kPa)。这些样品杯应在“1 800 psi”(12 420 kPa)的上限压力之下使用,除非使用者能证明它们的额定压力确实为 13 800 kPa(2 000 psi)。

仪器应附带操作手册或本程序,不熟悉仪器操作的人在操作前应仔细阅读。

**警告:**操作时不应超过制造商推荐的最高温度、最高压力和最大试样体积,否则可能会造成严重的人身伤害。

I.3.1.2 设计 PPA 的目的是为了改进静态滤失测定。该仪器可在接近井下常见实际压力和温度下进行操作,还可选择使用过滤介质,模拟钻开的砂岩层。测试时样品杯被倒置,从样品杯底端加压,过滤介质在顶端,从顶端收集滤液。用小型手动液压泵对样品杯加压,通过样品杯内可自由滑动的活塞将压力传递至钻井液样品。活塞上安装的多个 O 型圈可防止液压油与样品发生混合。

I.3.1.3 PPA 可使用不同的过滤介质,如多孔性陶瓷盘、烧结金属盘、岩心样品、有涂层或无涂层的砂粒形成的砂床等。目前可用的多孔性陶瓷盘的渗透率范围为 100 mD~100 D。使用能模拟钻开砂岩表面的过滤介质,并采用相应的测试压力和温度,可极大改进操作者对井下实际情况的认识。

为改进测试条件的均一性和试验结果的重现性,操作者可按自定的流动试验程序或 I.3.2.6 规定的方法对过滤盘进行分级。

**I.3.1.4** 测试压差受制造商规定的样品杯安全压力上限的限制:在某个指定温度下,压力上限通常为 12 420 kPa(1 800 psi)或 13 800 kPa(2 000 psi)。如在测试中使用回压,可能需要降低测试压差,以免总压超过样品杯的极限压力而损坏样品杯。

**I.3.1.5** 因超压而导致的样品杯损坏可分为以下几种情况:杯盖扭曲变形、杯盖压缩变形、柱状杯体出现剪切损坏或应力损坏。杯盖扭曲变形可通过目测或仪器测量检查;杯盖压缩变形可通过观察螺钉孔检查,发生变形时,螺钉孔呈椭圆形而非圆形。杯盖发生损坏则不可使用,并应废弃。如样品杯杯体出现应力裂纹、严重凹坑或螺钉孔损坏,则不可使用。

**I.3.1.6** 测试温度超过 93 °C(200 °F)时,应对回压接收器加压以防滤液沸腾。标准的回压接收器用 CO<sub>2</sub> 压力源提供回压,操作者也可用氮气瓶或氮气管汇代替 CO<sub>2</sub> 压力源。

**I.3.1.7** 在加热和滤失测定过程中,样品杯放置在可控温的铝质加热套中。加热套完全包覆过滤面,可在室温至 260 °C(500 °F)范围内的任何温度下测定滤失。将金属温度计插入杯壁上的温度计插孔中,即可测量样品杯的温度。用温控器的旋钮调节温度,刻度盘上的参考刻度为 1~10。达到所需温度后,下次试验时将温控旋钮置于同一位置即可重复该温度。PPA 封堵仪所用的标准样品杯用不锈钢加工制成,加热套的功率为 800 W。

**I.3.2** 过滤介质:任何一种多孔性材料的滤盘,如陶瓷、烧结金属、树脂涂敷砂床、粒度级配砂、岩心样品等。

**I.3.2.1** 滤盘的标准厚度为 6.5 mm(0.25 in),但利用适配器时也可使用更厚的滤盘。每次测试都应使用新的滤盘。测水基钻井液时,滤盘在使用前应在淡水或盐水中浸泡至少 5 min~30 min 直至饱和。低孔低渗滤盘应抽真空饱和。

在本测试中通常使用的陶瓷滤盘,其孔喉直径难免存在差异。建议在进行比对试验时,对滤盘进行测试并分级,以尽可能达到均一性。制造商通常会对滤盘进行质量控制测试分级,并可根据使用者的要求,向其提供平均孔喉直径和平均孔隙度。使用者可用淡水进行简单的流动试验,对滤盘进一步分级。

**I.3.2.2** 也可使用其他类型的滤盘,包括不同孔隙度和渗透率的贝雷砂岩(Berea Sand)岩心。使用者应注意,这些岩心的孔隙度和渗透率也可能存在差异,这些差异会影响测试结果的重现性。可将岩心进行切割以适合仪器的柱状杯体,其厚度一般为 6.5 mm(0.25 in)。如使用改进型杯体,也可使用厚度为 25.4 mm(1 in)的岩心。

**I.3.2.3** 可用树脂涂敷砂制成硬质滤盘,通过筛选砂粒的粒径可得到所需的渗透率。将砂子放置在比常规滤盘稍大的模具中,在 150 °C(300 °F)下加热 1 h~3 h。模具厚度为 6.5 mm(0.25 in)或 25.4 mm(1 in),加热前应为模具涂覆硅脂。改变筛选砂子用的筛孔尺寸,可制成孔喉直径和渗透率范围较广的树脂涂覆砂滤盘。在滤失量极高的情况下,会使用堵漏材料控制渗漏,测试这类材料时,可用粗砂制成滤盘。

**I.3.2.4** 烧结金属滤盘或割缝金属滤盘可用于模拟裂缝或高渗地层。在评价封堵某一特定地层所需的堵漏材料时,滤盘孔喉大小应与该地层相匹配。

**I.3.2.5** 如将 PPA 样品杯调整为从其底端过滤,可用砂床作为过滤介质。为使砂床高度尽可能一致,应先确定所需砂床的高度,再称量达到该高度所需砂子的质量。测试前用基浆浸透砂床。如操作者希望用标准方法进行测试,即在样品杯顶端放置过滤介质,可将树脂涂敷砂放入样品杯,在 150 °C(300 °F)下加热 1 h~3 h,冷却后倒置过来进行测试。

**I.3.2.6** 陶瓷滤盘的分级程序:将滤盘装入 PPA 样品杯并向样品杯中注入水。使用气体渗透率仪,关闭样品杯顶端(过滤端)的阀门,将 207 kPa(30 psi)压力表上的压力调至 28 kPa~31 kPa(4.0 psi~4.5 psi)。打开样品杯过滤端阀门,将压力调至 14 kPa±0.7 kPa(2 psi±0.1 psi)。打开样品杯底端(加压端)阀门后,将过滤端阀门的压力重新调至 14 kPa±0.7 kPa(2 psi±0.1 psi)。用一只 500 mL 量筒,

从 100 mL 刻度到 400 mL 刻度计时,测定 300 mL 水通过滤盘所需时间。如该渗透性封堵试验(PPT)用于进行比对测试,可多测试几个滤盘,将滤盘分级并使用过滤时间相近的滤盘。

I.3.3 计时器:精度为 0.1 min。

I.3.4 温度计:量程 260 °C(500 °F)。

I.3.5 量筒:25 mL(TC)或 50 mL(TC)。

I.3.6 高速搅拌器。

#### I.4 高温高压(HTHP)滤失量测试程序

##### I.4.1 加热套预热

I.4.1.1 将电源线与合适的电源连接,电源电压应与仪器铭牌上标注的电压一致。

I.4.1.2 把温度调节旋钮调至刻度盘中间位置,并将表盘式金属温度计插入加热套上的测温孔内。当加热套温度达到设置温度时,指示灯亮。

I.4.1.3 再次调节温控旋钮至高于所需测试温度 6 °C(10 °F)。

##### I.4.2 安装样品杯

I.4.2.1 样品杯是压力容器,为确保操作安全,应执行以下安全措施:

- a) 杯体材质应与待测样品匹配;
- b) 不应使用杯体出现应力裂纹或严重凹坑的样品杯;
- c) 只可使用完好无损的淬硬钢螺钉。使用损坏的螺钉或普通碳钢、低碳钢螺钉是危险的。

I.4.2.2 PPA 出厂时,制造商配备了额定温度为 260 °C(500 °F)的阀门。在仪器使用年限内如需更换阀门,应确定替代阀门的额定温度为 260 °C(500 °F)或更高。

I.4.2.3 拧松固定两个杯盖的螺钉,然后用阀杆及与之连接的部件作手柄,将两个杯盖从样品杯中垂直拔出。如杯盖被卡,轻轻摇晃仍不能取出,则将起盖器拧进阀杆丝孔内,压下手柄取出杯盖。然后从杯盖上拧下阀杆或起盖器,从样品杯中取出活塞。

I.4.2.4 检查阀杆、活塞、杯体和杯盖上的 O 型圈,更换损坏或脆化的 O 型圈[如测试温度高于 150 °C(300 °F),应在测试结束后更换所有 O 型圈]。所有 O 型圈都应涂抹上一层薄薄的管阀润滑脂,尤其是活塞上的 O 型圈,以保持良好的润滑性。

I.4.2.5 将 T 形手柄拧在活塞上,将其推入样品杯底端(加压端)并上下活动,以确保活塞能自由移动[样品杯加压端(即入口端)的凹槽比过滤端(即出口端)的凹槽浅]。将活塞放置在样品杯加压端或接近加压端的位置,然后从活塞上拧下 T 形手柄。

I.4.2.6 将样品杯加压端朝上放置,向活塞上部空间充满液压油,直至略超过样品杯端面。

I.4.2.7 安装样品杯加压端的杯盖。安装时,可按压加压端杯盖阀杆上的回压球泄压,使杯盖易于滑进样品杯,然后安装并拧紧固定螺钉。

杯盖上的螺纹孔会溢出一些液压油,表明活塞与杯盖之间没有憋入空气。

I.4.2.8 将加压端阀杆组件与液压泵软管连接起来,泵入足够的液压油,排空阀杆组件内的所有空气,小心不要让液压油从阀杆溢出。然后将阀杆组件连接到样品杯加压端杯盖上,拆下液压软管。

I.4.2.9~I.4.2.13 的步骤可在正预热的加热套内完成,也可在尚未加热的加热套内或专用座架上完成。

I.4.2.9 将样品杯上、下颠倒过来,在活塞上方注入约 275 mL 钻井液。由于加热时钻井液体积会膨胀,因此不应超过这个体积。

为提高测试结果的一致性,应将钻井液搅拌 5 min 后立即注入样品杯。

I.4.2.10 将泵压软管再次连接到样品杯加压端阀杆的快速接头上,关闭液压泵上的压力阀,启动液压

泵使钻井液样品液面上升至过滤端 O 型圈凹槽位置。

I.4.2.11 在样品杯过滤端安装 O 型圈,装上选定的陶瓷滤盘或其他过滤介质。

I.4.2.12 将过滤端杯盖安装在样品杯中,均匀地拧紧固定螺钉,并关闭过滤端杯盖阀门。

将密封的样品杯置于灼热的加热套中时,样品杯内钻井液和液压油的热膨胀会使样品杯中的压力迅速升高。将室温下组装好的样品杯放进灼热的加热套中时,应迅速连接液压泵,使液压油及时释放,防止压力过高。在加热过程中,应定时释放过量的液压油,以维持样品杯中的压力。

I.4.2.13 确认已用手柄将加热套内的样品杯支撑销拔出,然后将组装好的样品杯装入加热套,转动样品杯,使加热套底部的定位销插入样品杯加压端的定位孔,以防样品杯转动。

### I.4.3 样品杯加压

I.4.3.1 不同测试温度下所需的对应压力见表 I.1。用液压泵对样品杯加压。如用手动泵加压,泵速宜为 1 冲每秒。

试验温度高于钻井液样品沸点时,应使用回压接收器以防滤液汽化。同时也应对样品加压,防止样品沸腾。

对用于提供回压的、装有 4 100 kPa(600 psi)压力表的氮气管汇应进行改装,以获得 4 850 kPa(700 psi)的压力。但有些试验也可在该管汇的压力上限之下进行而不需要改装。

表 I.1 不同测试温度下样品杯加热的起始压力和回压

| 温度范围 $\theta$ |         | 加热起始压力或回压 $p$ |     |
|---------------|---------|---------------|-----|
| °C            | F       | kPa           | psi |
| 低于 95         | 低于 200  | 0             | 0   |
| 95~150        | 200~300 | 690           | 100 |
| 151~175       | 301~350 | 1 050         | 150 |
| 176~190       | 351~375 | 1 400         | 200 |
| 191~205       | 376~400 | 1 725         | 250 |
| 206~218       | 401~425 | 2 420         | 350 |
| 219~232       | 426~450 | 3 100         | 450 |
| 233~246       | 451~475 | 3 800         | 550 |
| 247~260       | 476~500 | 4 850         | 700 |

I.4.3.2 样品杯的加热过程中,按以下步骤准备安装回压接收器。

检查确认调压器 T 形手柄已逆时针旋转至足以释放全部压力。压力完全释放后,手柄可自由转动。

打开泄压阀,释放残存的压力,并从压力装置上取下 CO<sub>2</sub> 气弹套筒。妥善处置用过的气弹,更换为新的气弹,拧紧气弹套筒使之足以刺穿气弹。此时不可调节调压器。

确认 CO<sub>2</sub> 压力组件上的泄压阀和滤液出口阀处于关闭状态。

将回压组件备用,将按 I.4.3.4 进行安装。

I.4.3.3 用温度计监控样品杯温度,温度计应插在样品杯插孔中而不是加热套插孔中。样品杯达到所需温度时,调低温控器使加热套温度降至测试温度。样品杯应一直保持在所需温度,直至热膨胀完成且样品杯中压力不再增加,这个过程可能长达 1 h。

I.4.3.4 达到所需温度且样品杯压力稳定后,在过滤端阀门适配器上安装回压接收器。用一个固定栓

锁定回压接收器,然后将 CO<sub>2</sub> 压力组件安装到回压接收器顶端,用另一个固定栓锁定 CO<sub>2</sub> 压力组件。

I.4.3.5 如用排出软管排放滤液,应将软管连接在滤液出口阀上,另一端放在接收滤液的量筒中。

为确保测量的准确性,在测试前应用基浆将过滤介质到回压接收器出口及接收器阀门之间的空间充满,这样可确保压滤出的滤液能将同样体积的流体置换出来,由接收器接收。如不采取这种纠正性措施会引入严重误差。

I.4.3.6 按表 I.1 为回压接收器确定适当的压力,转动压力调节器上的 T 形手柄,调节至所需压力。

I.4.3.7 启动液压泵,对样品杯加压至所需压力,然后打开样品杯与回压接收器之间的阀门,开始测试。

注:对样品杯所施加的压力与回压接收器所维持的压力之间的差值即滤失试验压差。

#### I.4.4 滤失量测试

I.4.4.1 用计时器计时,收集滤液并记录滤失时间为 1 min、7.5 min 和 30 min 时的滤液体积。绘制滤液体积与时间平方根的变化曲线(理论上应为一条直线)可获得有参考价值的瞬时滤失量。如需要,可增加数据采集时间点,但不宜在测试开始后的前 1 min 内采集。为精确计算滤失量参数,应准确记录滤失时间和滤液体积。

为更好地确定瞬时滤失量,可记录 1 min、5 min、7.5 min、15 min、25 min 和 30 min 收集的滤液体积,绘制累积滤液体积随时间平方根的变化曲线。

I.4.4.2 打开样品杯与回压接收器之间的阀门,开始进行滤失量测试。确认液压泵上压力表显示的样品杯压力和回压接收器压力保持在所需压力值。在整个测试过程中,随时调节维持这两个压力。

I.4.4.3 随着过滤的进行及液压泵的渗漏,样品杯内的钻井液减少,其压力会缓缓降低。必要时启动液压泵以维持所需压力。如用手动泵加压,泵速宜为每秒 1 冲程。

I.4.4.4 在每一个数据采集时间点,将滤液从回压接收器排入量筒,并记录时间和累积滤液体积。

建议直接从回压接收器的排出口收集滤液,不宜使用排放软管。如使用软管,软管长度应尽可能短,以减少由于液体滞留在软管内壁产生的误差。

I.4.4.5 测试达 30 min 时关闭滤失阀,将回压接收器内残留的滤液全部排入量筒,记录量筒内滤液的总体积。

#### I.5 测试结束和仪器拆卸

##### I.5.1 断开加热套的电源。

样品杯内的温度应降至 38 °C (100 °F) 以下,以确保安全打开样品杯。

I.5.2 带压的样品杯及附属装置应在加热套内冷却。需要进行大量测试时,可使用冷却座、冷却台或水浴加快冷却速度。有样品杯操作专用工具可供使用,搬动灼热的样品杯时应使用该工具。

**警告:**在灼热的样品杯冷却过程中操作应格外小心。

按上述推荐的操作程序,在 8 h 工作日内,用一套 PPA 很难完成一次以上的测试。为提高工作效率,操作者可能希望自行设计冷却步骤和装置,在该设计中,安全应为最重要的事项。

I.5.3 关闭样品杯与回压接收器之间的阀门。

I.5.4 打开液压泵阀门,释放液压泵和样品杯内的压力,然后断开液压泵与样品杯加压端阀杆适配器之间的快速接头。

I.5.5 逆时针旋转调压器上的 T 形手柄至自由转动状态,以释放回压。

I.5.6 打开 CO<sub>2</sub> 压力组件上的泄压阀,释放回压接收器内的压力。打开回压接收器的滤液排出阀,将最后几滴滤液排入量筒。拔出 CO<sub>2</sub> 压力组件与回压接收器之间的固定栓,取下 CO<sub>2</sub> 压力组件。拔出回压接收器下部的固定栓,取下回压接收器。

I.5.7 待样品杯内的钻井液及液压油冷却后,并确认样品杯内无压力时方可打开样品杯。

I.5.7.1 如怀疑样品杯内仍有压力,且加压端杯盖不带滤网,可用以下方法确定活塞的位置:从加压端杯盖上取下快速连接组件,通过加压端杯盖插入一个小钻头或金属丝来确定活塞是否在样品杯底部;如活塞不在底部,表明样品杯内没有压力;如活塞在底部,则样品杯内可能残留有压力。此时应重新连接液压泵,启动泵运转数个泵冲,如样品杯内仍有压力,则从移动活塞所需压力即可明显看出。

I.5.7.2 如迹象表明样品杯内仍有压力,则从样品杯上拆除所有滤失阀组件,用一个小钻头或金属丝插入杯盖清除堵塞物,小钻头或金属丝接触到过滤盘就会受阻。插入小钻头或金属丝时应戴上手套,且样品杯出口朝向应避免开操作者。

I.5.8 可将样品杯从加热套内提出放在杯座上,也可平放在工作台上,之后打开样品杯。

I.5.9 拧松固定杯盖的螺钉,装上阀门和阀杆适配器作为手柄,将杯盖从样品杯中拔出。如杯盖被卡,摇晃阀门和阀杆适配器可解卡。如仍不能拔出杯盖,可卸下阀门和阀杆适配器,换上起盖器取出杯盖。

I.5.10 取出杯盖时样品杯应垂直放置,且过滤端朝上。

I.5.11 取出过滤盘。可用小刀、小螺丝刀或其他薄片类工具撬起过滤盘边沿,取出过滤盘和滤饼。如需要,可先用清水轻轻冲洗滤饼,然后测量并记录滤饼厚度,并记录关于滤饼构造和质地的描述。

I.5.12 倒出样品杯内存留的钻井液,用清水清洗样品杯内壁。除非测试温度为 150 °C (300 °F) 或更高,通常无需取出活塞和加压端杯盖。

如测试温度超过 150 °C (300 °F),应更换所有 O 型圈。

I.5.13 按以下三个步骤更换活塞和加压端杯盖的 O 型圈:

- a) 按 I.5.9 和 I.5.10 的规定取出加压端杯盖;
- b) 取出活塞。将 T 形手柄拧入活塞,推拉手柄滑动活塞,将活塞从样品杯任一端滑出。注意在加压端杯盖未拆下的情况下,可从过滤端取出活塞。取下并处置活塞和杯盖上的所有 O 型圈;
- c) 清洁各部件以备下次使用。

## I.6 试验报告

### I.6.1 滤失量报告

记录选定的各时间段内所收集到的累积滤液体积,以毫升(mL)计。

### I.6.2 瞬时滤失量

以滤失时间的平方根为  $x$  轴,以滤液体积[过滤面积为 22.6 cm<sup>2</sup> (3.5 in<sup>2</sup>) 时,滤液体积应乘以 2]为  $y$  轴,绘制一条直线描述静滤失速率,该直线在  $y$  轴上的截距即为瞬时滤失量(见 2.4)。或按式(I.2)计算瞬时滤失量的近似值。

为获得更准确的瞬时滤失量,可按 I.4.4.1 规定的方法增加数据采集时间点并绘图。

### I.6.3 计算

渗透性封堵滤失量  $V_{PPT}$  等于 30 min 时滤液体积  $V_{30}$  的 2 倍,单位为毫升(mL),见式(I.1)。

$$V_{PPT} = 2V_{30} \quad \dots\dots\dots (I.1)$$

按式(I.2)计算瞬时滤失量  $V_1$ ,单位为毫升(mL)。

$$V_1 = 2[V_{7.5} - (V_{30} - V_{7.5})] = 2(2V_{7.5} - V_{30}) \quad \dots\dots\dots (I.2)$$

式中:

$V_{7.5}$ ——7.5 min 时的滤液体积,单位为毫升(mL)。

按式(I.3)计算静滤失速率(渗漏速率)  $v_{sf}$ ,单位为毫升每分的平方根(mL/min<sup>1/2</sup>)。

$$v_{sf} = \frac{2(V_{30} - V_{7.5})}{\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}} = \frac{2(V_{30} - V_{7.5})}{2.739} \dots\dots\dots (I.3)$$

式中：

$t_1$ ——初始读值的时间，单位为分(min)(使用本仪器时推荐选择  $t_1 = 7.5$  min)；

$t_2$ ——最终读值的时间，单位为分(min)(使用本仪器时推荐选择  $t_2 = 30$  min)。

需要注意的是， $V_{PPT}$ 、 $V_1$  和  $v_{sf}$  这三个参数都应以过滤面积校正后的滤液体积为基础计算。在这些测试中，通常所用的过滤介质的面积是标准低温低压滤失量测试的一半，将滤失量体积乘以 2 可消除过滤面积的差异。使用其他过滤面积进行测试时，应修改校正系数(本仪器的校正系数为 2)。

#### I.6.4 滤饼测试报告

测量并记录滤饼厚度，精确至 1.0 mm(1/32 in)。还应对滤饼进行描述，如硬、软、坚韧、柔韧、弹性和致密等。尽管这类描述带有主观性，但对了解滤饼质量仍很重要。

附录 J  
(规范性附录)

用螺纹杯盖式渗透性封堵仪测定水基钻井液高温高压滤失量

J.1 概述

J.1.1 钻井液的滤失性能及滤饼特性的测定,与滤液本身(如油、水或乳状液含量)的特性一样,均为钻井液控制和处理的基础。

J.1.2 这些性能受钻井液中固相类型、固相含量以及不同组分之间物理、化学作用的影响,而这些物理、化学作用还受温度和压力的影响。渗透性封堵仪(PPA)是一种改进型高温高压滤失仪,可在压力高达 34 500 kPa(5 000 psi)、温度从室温至 260 °C(500 °F)条件下,用多种过滤介质评价各种组分之间的相互作用。与标准的 HTHP 滤失仪一样,PPA 既适用于现场测试,也适用于实验室测试。

J.2 安全注意事项

J.2.1 PPA 的工作压力上限取决于所用的样品杯。有两种类型的样品杯可供使用:螺纹杯盖式和螺钉固定杯盖式。这些样品杯共分为 5 个压力等级,为安全起见,操作者应确切了解测试仪器的压力上限,且不应超过该压力限制,如有疑问,应与仪器制造商联系或按可能的压力上限的最低值操作。

J.2.2 为安全操作 PPA,操作者应理解并练习正确组装和操作仪器。不恰当的组装、不正确的操作或使用有缺陷部件,可能会造成样品杯泄漏或损坏,进而造成严重的人身伤害或设备损坏。

J.2.3 在操作过程中样品杯是灼热的,操作者应清楚灼热部位并避免触摸。在正常操作过程中,触摸仪器的灼热部位会造成烫伤。

J.2.4 该仪器为电加热设备,与其他电气设备一样,如电路受损或有故障,会发生短路从而引发火灾、人身伤害、仪器损坏等事故。因此该仪器仅在正常接地时才能使用。

J.2.5 为安全操作液压系统,应执行以下操作程序:

a) 在进行以下操作之前,应确保液压已释放,液压泵上的压力表指示回零:

——将液压软管从快速接头处与样品杯断开时;

——将样品杯从加热套中取出时;

——搬动仪器时;

——灌充液压泵时;

——进行维护保养时,包括紧固液压泵上发生泄漏的配件、其他液压配件和样品杯组件。

b) 在灌充或维修液压系统后,应将洒落的油清理干净。油洒落在地板上很危险,洒落的油在 PPA 附近积聚是火灾隐患。

c) 组装样品杯时,应确保 O 型圈恰当地安装在样品杯杯盖上。

J.2.6 为确保对回压接收器安全加压,应执行以下操作程序:

a) 只能用氮气或二氧化碳对回压器加压。对于硅酸盐钻井液,只能使用氮气。不应使用压缩空气、氧气或其他非推荐气体。如使用氮气,应使用检定合格的氮气瓶或实验室铺设的氮气供气系统。氮气瓶的固定应符合安全规程。CO<sub>2</sub> 压力源通常使用压力约为 6 200 kPa(900 psi)的小型气弹,主要用于现场测试。

**警告 1:**不可加热 CO<sub>2</sub> 气弹或将其暴露在明火中,过热时可能会发生爆炸。

**警告 2:**一氧化二氮气弹不可用作高温高压滤失量测定中的压力源。在高温高压下,一氧化二氮在



有润滑脂、油或含碳物质存在时可能会爆炸。一氧化二氮气弹只能用于 Garrett 气体分析仪的碳酸盐分析。

- b) 维护调压阀和压力表,使其处于良好状态。不可将油涂抹在调压阀上。
- c) 应维修或更换泄漏的液压或气压加压系统,压力表、配件和软管应保持良好状态,并进行漏点检查和改正。应定期测试液压泵上的泄压阀,确保在压力过高时泄压阀能正常发挥作用。不应堵塞泄压阀或使其旁通。
- d) 对回压接收器组件加压时,应先打开气源,然后调节调压阀。不应尝试在仪器额定压力之上或泄压阀设置压力之上进行操作。为回压接收器泄压时,应先关闭气源,释放系统内的压力,然后再拧松调压阀的 T 形手柄。

**J.2.7** 为确保安全加热,应执行以下操作程序:

- a) 在操作过程中,PPA 会变热足以引起严重灼伤,应注意避免受伤。在未设警告提示的情况下,操作者不应离开已加热或正在加热的 PPA。
- b) 将样品杯从加热套中取出并用水冷却是很危险的,应避免这种操作。灼热的样品杯遇水产生的蒸汽、直接触摸样品杯或样品杯意外坠落等情况都会造成严重的人身伤害。

**J.2.8** 为确保安全用电,应执行以下操作程序:

- a) 确保电源安装了保险丝并接地,检查加热套上的电源线,确保状态完好并正确接地。
- b) 目视检查中,不一定能发现电线或加热器的电路故障。故障的第一迹象经常表现为保险丝烧断、断路器跳闸、升温时间过长或温控不稳定等。仪器未断开电源之前,不得进行任何电路维修。

**J.2.9** 在样品杯维护中,用户应充分认识到样品杯是压力容器,应视为潜在的危险源。为确保安全操作,应执行以下安全预防措施:

- a) 样品杯的材质应与待测样品匹配。
- b) 如样品杯出现严重凹坑或裂纹,则不应使用。
- c) 不应使用出现变形或损坏的样品杯、杯盖或垫圈,应仔细检查螺纹有无损坏。

### **J.3 仪器——螺纹杯盖式渗透性封堵仪(PPA)**

#### **J.3.1 PPA 样品杯。**

**J.3.1.1** 这种仪器的制造商有两个,所提供的螺纹杯盖式样品杯均可用于压力超过 13 800 kPa (2 000 psi)时的测试。该仪器配备的样品杯有三种类型,其额定压力分别为 20 700 kPa(3 000 psi)、27 600 kPa(4 000 psi)和 34 500 kPa(5 000 psi)。仪器应附带操作手册或本程序,不熟悉仪器操作的人在使用前应仔细阅读。如不能确定工作压力,应在可能的压力上限之下操作。

**警告:**操作时不应超过制造商推荐的最高温度、最高压力和最大试样体积,否则可能会造成严重的人身伤害。

**J.3.1.2** PPA 出厂时,制造商配备了额定温度为 260 °C(500 °F)的阀门。在仪器使用年限内如需更换阀门,应确定替代阀门的额定温度为 260 °C(500 °F)或更高。

**J.3.1.3** 设计 PPA 的目的是为了改进静态滤失测定。该仪器可在接近井下实际压力和温度下进行操作,还可选择使用过滤介质,模拟钻开的砂岩层。测试时样品杯被倒置,从样品杯底端加压,过滤介质在顶端,从顶端收集滤液。用小型手动液压泵为样品杯加压,通过样品杯内可自由滑动的活塞将压力传递至钻井液样品。活塞上安装的多个 O 型圈可防止液压油与样品发生混合。

**J.3.1.4** PPA 可使用不同的过滤介质,如多孔性陶瓷盘、烧结金属盘、岩心样品、带涂层或无涂层的砂粒形成的砂床等。目前可用的多孔性陶瓷盘的渗透率范围为 100 mD~100 D。使用能模拟钻开砂岩表面的过滤介质,并采用相应的测试压力和温度,可极大改进操作者对井下实际情况的认识。

为改进测试条件的均一性和试验结果的重现性,操作者可按自定的流动试验程序或 J.3.2.7 规定的方法对过滤盘进行分级。

**J.3.1.5** 测试压差受制造商规定的样品杯安全压力上限的限制;在 260 °C(500 °F)下,压力上限通常为 20 700 kPa(3 000 psi)、27 600 kPa(4 000 psi)或 34 500 kPa(5 000 psi)。回压接收器的压力上限为 5 170 kPa(750 psi)。如在测试中使用回压,可能需要降低测试压差,以免总压超过样品杯的极限压力而损坏样品杯。

杯盖发生损坏则不可使用,并应废弃。如样品杯杯体出现应力裂纹、严重凹坑,则不可使用。

**J.3.1.6** 测试温度超过 93 °C(200 °F)时,应对回压接收器加压以防滤液沸腾。标准的回压接收器用 CO<sub>2</sub> 压力源提供回压,操作者也可用氮气压力源和氮气管汇代替 CO<sub>2</sub> 压力源。

**J.3.1.7** 在加热和滤失测定过程中,样品杯放置在可控温的铝质加热套中。加热套完全包覆过滤面,可在室温至 260 °C(500 °F)范围内的任何温度下测定滤失。将金属温度计插入杯壁上的温度计插孔中,即可测量样品杯的温度。用温控器的旋钮调节温度,刻度盘上的参考刻度为 1~10。达到所需温度后,下次试验时将温控旋钮置于同一位置即可重复该温度。PPA 压滤仪所用的标准样品杯用不锈钢加工制成,加热套功率为 800 W。

**J.3.1.8** PPA 可用于现场测试,也可用于实验室测试。现场可使用带可折叠工作架的不锈钢手提箱式仪器。

**J.3.2** 过滤介质。任何一种多孔性材料的滤盘,如陶瓷、烧结金属、树脂涂敷砂床、粒度级配砂、岩心样品等。

**J.3.2.1** 滤盘的标准厚度为 6.5 mm(0.25 in),但利用适配器时也可使用更厚的滤盘。每次测试都应使用新的滤盘。测水基钻井液时,滤盘在使用前应在淡水或盐水中浸泡至少 5 min~30 min 直至饱和。低孔低渗滤盘应抽真空饱和。

在本测试中通常使用的陶瓷滤盘,其孔喉直径难免存在差异。建议在进行比对试验时,对滤盘进行测试并分级,以尽可能达到均一性。制造商通常会对滤盘进行质量控制测试分级,并可根据使用者的要求,向其提供平均孔喉直径和平均孔隙度。使用者可用淡水进行简单的流动试验,对滤盘进一步分级。

**J.3.2.2** 也可使用其他类型的滤盘,包括不同孔隙度和渗透率的贝雷砂岩(Berea sand)岩心。使用者应注意,这些岩心的孔隙度和渗透率也可能存在差异,这些差异会影响测试结果的重现性。可将岩心进行切割以适合仪器的柱状杯体,其厚度一般为 6.5 mm(0.25 in)。如使用改进型杯体,也可使用厚度为 25.4 mm(1 in)的岩心。

**J.3.2.3** 可用树脂涂敷砂制成硬质滤盘,通过筛选砂粒的粒径可得到所需的渗透率。将砂子放置在比常规滤盘稍大的模具中,在 150 °C(300 °F)下加热 1 h~3 h。模具厚度为 6.5 mm(0.25 in)或 25.4 mm(1 in),加热前应为模具涂覆硅脂。

**J.3.2.4** 改变筛选砂子用的筛孔尺寸,可制成孔喉直径和渗透率范围较广的树脂涂敷砂滤盘。在滤失量极高的情况下,会使用堵漏材料控制渗漏,测试这类堵漏材料时,可用粗砂制成滤盘。

**J.3.2.5** 烧结金属滤盘或割缝金属滤盘可用于模拟裂缝或高渗地层。在评价封堵某一特定地层所需的渗漏材料时,滤盘孔喉大小应与地层相匹配。

**J.3.2.6** 如将 PPA 样品杯调整为从其底端过滤,可用砂床作为过滤介质。为使砂床高度尽可能一致,应先确定所需砂床的高度,再称量达到该高度所需砂子的质量。测试前用基浆浸透砂床。如操作者希望用标准方法进行测试,即在样品杯顶端放置过滤介质,可将树脂涂敷砂放入样品杯,在 150 °C(300 °F)下加热 1 h~3 h,冷却后倒置过来进行测试。

**J.3.2.7** 陶瓷滤盘的分级程序:将滤盘装入 PPA 样品杯并向样品杯中注入水。使用渗透率仪,关闭样品杯顶端(过滤端)阀门,将 207 kPa(30 psi)压力表上的压力调至 28 kPa~31 kPa(4.0 psi~4.5 psi)。打开样品杯过滤端阀门,将压力调至 14 kPa±0.7 kPa(2.0 psi±0.1 psi)。打开样品杯底端(加压端)阀门后,将过滤端阀门的压力重新调至 14 kPa±0.7 kPa(2.0 psi±0.1 psi)。用一只 500 mL 量筒,从

100 mL刻度到 400 mL 刻度计时,测定 300 mL 水通过滤盘所需时间。如该渗透性封堵试验(PPT)用于进行比对测试,可多测试几个滤盘,将滤盘分级并使用过滤时间相近的滤盘。

- J.3.3 计时器:精度为 0.1 min。
- J.3.4 温度计:量程 260 °C(500 °F)。
- J.3.5 量筒:25 mL(TC)或 50 mL(TC)。
- J.3.6 高速搅拌器。

#### J.4 高温高压(HTHP)滤失量测试程序

##### J.4.1 加热套预热

- J.4.1.1 将电源线与合适的电源连接,电源电压应与仪器铭牌上所标注的电压一致。
- J.4.1.2 把温度调节旋钮调至刻度盘中间位置,并把表盘式金属温度计插入加热套上的测温孔内。当加热套温度达到设置温度时,指示灯亮。
- J.4.1.3 再次调节温控旋钮至高于所需测试温度 6 °C(10 °F)。

##### J.4.2 安装样品杯

- J.4.2.1 样品杯是压力容器,不应使用杯体出现应力裂纹或严重凹坑的样品杯。为确保操作安全,应执行以下安全措施。
- J.4.2.2 用活动扳手打开杯盖,从杯盖上拧下阀杆,从样品杯中取出活塞。
- J.4.2.3 检查阀杆、活塞、杯体和杯盖上的 O 型圈,更换损坏或脆化的 O 型圈[如测试温度高于 150 °C(300 °F),应在测试结束后更换所有 O 型圈]。所有 O 型圈都应涂抹上一层薄薄的管阀润滑脂,尤其是活塞上的 O 型圈,以保持良好的润滑性。将活塞拧在 T 形手柄上,将其推入样品杯底端(加压端)并上下活动,以确保活塞能自由移动[样品杯加压端(即入口端)的凹槽比过滤端(即出口端)的凹槽浅]。将活塞放置在样品杯加压端或接近加压端的位置,然后从活塞上拧下 T 形手柄。
- J.4.2.4 将样品杯加压端朝上放置,给样品杯的端面和凹槽内壁涂抹防卡润滑剂。
- J.4.2.5 向活塞上部空间充满液压油,直至略超过样品杯端面。
- J.4.2.6 用抗温润滑脂润滑螺纹,将杯盖拧入杯体并用可调式双销扳手适度拧紧。拧得过紧不仅不能提高密封性,还会造成难以拆卸。
- J.4.2.7 安装样品杯加压端的杯盖时,可按压加压端杯盖阀杆上的回压球泄压,使杯盖易于拧进样品杯。

杯盖上的螺纹孔会溢出一些液压油,表明活塞与杯盖之间没有憋入空气。

- J.4.2.8 将加压端阀杆组件与液压泵软管连接起来,泵入足够的液压油,排空阀杆组件内的所有空气。小心不要让液压油从阀杆溢出,然后将阀杆组件连接到样品杯加压端杯盖上,拆下液压泵软管。

以下操作步骤可在正预热的加热套内完成,也可在尚未加热的加热套内或专用座架上完成。

为提高测试结果的一致性,应将钻井液搅拌 5 min 后立即注入样品杯。

- J.4.2.9 将样品杯上、下颠倒过来,注入约 275 mL 钻井液。由于加热时钻井液体积会膨胀,因此不应超过这个体积。
- J.4.2.10 将液压泵软管再次连接到样品杯加压端阀杆的快速接头上,关闭液压泵上的压力阀,启动液压泵使钻井液样品液面上升至过滤端 O 型圈凹槽位置。
- J.4.2.11 在样品杯过滤端安装 O 型圈,装上选定的陶瓷滤盘或其他过滤介质。
- J.4.2.12 安装过滤端杯盖。
- J.4.2.13 给过滤端杯盖的螺纹和底部外壁涂抹润滑油,然后将杯盖拧入样品杯过滤端。必要时使用单销扳手将杯盖拧紧,直至杯盖外部突起边缘与样品杯杯体过滤端平齐。拧得过紧不仅不会提高密封性,

还会造成难以拆卸。

该步骤仅适用于过滤端使用螺纹杯盖的样品杯。

**J.4.2.14** 将样品杯置于加热套中。先用手柄将加热套内的样品杯支撑销拔出,然后将组装好的样品杯装入加热套,转动样品杯,使加热套底部的定位销插入样品杯加压端的定位孔,以防样品杯转动。

**J.4.2.15** 将密封的样品杯置于灼热的加热套中时,样品杯内钻井液和液压油的热膨胀会使样品杯中的压力迅速升高。将室温下组装好的样品杯放进灼热的加热套中时,应迅速连接液压泵,使液压油及时释放,防止压力过高。在加热过程中,应定时释放过量的液压油,以维持样品杯中的压力。

### J.4.3 样品杯加压

**J.4.3.1** 试验温度高于钻井液样品沸点时,应使用回压接收器以防滤液汽化。同样也应对样品加压,防止样品沸腾。不同测试温度下所需的对应压力见表 I.1。用液压泵对样品杯加压。如用手动泵加压,泵速宜为 1 冲每秒。

**J.4.3.2** 样品杯的加热过程中,按以下步骤准备安装回压接收器。

检查确认调压器 T 形手柄已逆时针旋转至足以释放全部压力。压力完全释放后,手柄可自由转动。

打开泄压阀,释放残存的压力,并从压力装置上取下 CO<sub>2</sub> 气弹套筒。妥善处置用过的气弹,更换为新的气弹,拧紧气弹套筒使之足以刺通气弹。此时不可调节调压器。

确认 CO<sub>2</sub> 压力组件上的泄压阀和滤液出口阀处于关闭状态。

将回压组件备用,将按 J.4.3.4 进行安装。

**J.4.3.3** 用温度计监控样品杯温度,温度计应插在样品杯插孔中而不是加热套插孔中。样品杯达到所需温度时,调低温控器使加热套温度降至测试温度。样品杯应一直保持在所需温度,直至热膨胀完成且样品杯中压力不再增加,这个过程可能长达 1 h。

**J.4.3.4** 达到所需温度且样品杯内压力稳定后,在过滤端阀门适配器上安装回压接收器。用一个固定栓锁定回压接收器,然后将 CO<sub>2</sub> 压力组件安装到回压接收器顶端,用另一个固定栓锁定 CO<sub>2</sub> 压力组件。

**J.4.3.5** 如用排出软管排放滤液,应将软管连接在滤液出口阀上,另一端放在接收滤液的量筒中。

为确保测量的准确性,在测试前应用基浆将过滤介质到回压接收器出口及接收器阀门之间的空间充满,这样可确保压滤出的滤液能将同样体积的流体置换出来,由接收器接收。如不采取这种纠正性措施会引入严重误差。

**J.4.3.6** 按表 I.1 为回压接收器确定适当的压力,转动压力调节器上的 T 形手柄,调节至所需压力。

**J.4.3.7** 启动液压泵,对样品杯加压至所需压力,然后打开样品杯与回压接收器之间的阀门,开始测试。

对样品杯所施加的压力与回压接收器所维持的压力之间的差值即滤失试验压差。

### J.4.4 滤失量测试

**J.4.4.1** 确认压力调节器上压力表的回压值正确,必要时可调节。

**J.4.4.2** 用计时器计时,收集并记录滤失时间为 1 min、7.5 min 和 30 min 时的滤液体积。如需要,可增加数据采集点,但不宜在测试开始后的前 1min 内采集。为精确计算滤失量参数,应准确记录滤失时间和滤液体积。

为更好地确定瞬时滤失量,可记录 1 min、5 min、7.5 min、15 min、25 min 和 30 min 收集的滤液体积,绘制累积滤液体积与时间平方根的变化曲线。

**J.4.4.3** 打开样品杯与回压接收器之间的阀门,开始进行滤失量测试。确认液压泵上压力表显示的样品杯压力和回压接收器压力保持在所需压力值。样品杯内的压力最初会下降,启动液压泵以维持所需压力。如用手动泵加压,泵速宜为每秒 1 冲程。

J.4.4.4 在每一个数据采集时间点,将滤液从回压接收器排入量筒,并记录时间和累积滤液体积。

J.4.4.5 随着过滤的进行和液压泵的渗漏,样品杯内的钻井液减少,其压力会缓缓降低。必要时应启动液压泵以维持所需压力。在整个测试过程中,随时调节维持样品杯和回压接收器的压力稳定在所需压力。

建议直接从回压接收器的排出口收集滤液,不宜使用排放软管。如使用软管,软管长度应尽可能短,以减少由于液体滞留在软管内壁产生的误差。

J.4.4.6 测试达 30 min 时关闭滤失阀,将回压接收器内残留的滤液全部排入量筒,记录量筒内滤液的总体积。

## J.5 测试结束和仪器拆卸

J.5.1 断开加热套的电源。样品杯内的温度应降至 38 °C (100 °F) 以下,以确保安全打开样品杯。

J.5.2 带压的样品杯及附属装置应在加热套内冷却。需要进行大量测试时,可使用冷却座、冷却台或水浴加快冷却速度。有样品杯操作专用工具可供使用,搬动灼热的样品杯时应使用该工具。

**警告:** 在灼热的样品杯冷却过程中操作应格外小心。

按上述推荐的操作程序,在 8 h 工作日内,用一套 PPA 很难完成一次以上的测试。为提高工作效率,操作者可能希望自行设计冷却步骤和装置,在该设计中,安全应为最重要的事项。

J.5.3 逆时针旋转回压调节器上的 T 形手柄至自由转动状态,以释放回压。

J.5.4 打开 CO<sub>2</sub> 压力组件上的泄压阀,释放回压接收器内的压力。

J.5.5 拔出 CO<sub>2</sub> 压力组件与回压接收器之间的固定栓,取下 CO<sub>2</sub> 压力组件。

J.5.6 拔出回压接收器下部的固定栓,取下回压接收器。

J.5.7 打开液压泵阀门,释放样品杯内的压力,然后拆开液压泵的快速接头。

J.5.8 打开滤失阀,释放样品杯过滤器与回压接收器之间残留的压力。

J.5.9 如怀疑样品杯内仍有压力,且加压端杯盖不带滤网,可用以下方法确定活塞的位置:从加压端杯盖上取下快速连接组件,通过加压端杯盖插入一个小钻头或金属丝来确定活塞是否在样品杯底部;如活塞不在底部,表明样品杯内没有压力;如活塞在底部,则样品杯内可能残留有压力。此时应重新连接液压泵,启动泵运转数个泵冲,如样品杯内有压力,则从移动活塞所需压力即可明显看出。

J.5.10 如迹象表明样品杯内仍有压力,则从样品杯上拆除所有滤失阀组件,将一个小钻头或金属丝插入过滤端杯盖清除堵塞物,小钻头或金属丝接触到过滤盘时就会受阻。插入小钻头或金属丝时应戴上手套,且样品杯出口朝向应避开操作者。

完全确定样品杯内无压力后方可打开样品杯。

J.5.11 取出样品杯。如从加热套内提出样品杯,可用过滤阀当手柄或使用样品杯操作专用工具。将专用工具连接在过滤阀上方与回压接收器相连的回压入口阀杆上,并用阀杆栓锁定。可将样品杯从加热套内提出放在杯座上,也可平放在工作台上,之后打开样品杯。

J.5.12 用活动扳手取下螺纹杯盖,必要时可用扳手轻敲杯盖使之松动。如螺纹润滑不充分、杯盖拧得过紧或螺纹不够清洁,杯盖会难以打开。可用合适的工具如软虎钳、链式扳手、带式扳手或类似工具固定好样品杯,再拧杯盖。

J.5.13 重新放置好样品杯,使其过滤端朝上,拧开过滤端杯盖。

J.5.14 取出过滤盘。可用小刀、小螺丝刀或其他薄片类工具撬起过滤盘边沿,取出过滤盘和滤饼。如需要,可先用清水轻轻冲洗滤饼,然后测量并记录滤饼厚度,并记录关于滤饼构造和质地的描述。

J.5.15 倒出样品杯内存留的钻井液,用清水清洗样品杯内壁。除非测试温度为 150 °C (300 °F) 或更高,通常无需取出活塞和加压端杯盖。

如测试温度超过 150 °C (300 °F),应更换所有 O 型圈。

**J.5.16** 按以下三个步骤更换活塞和加压端杯盖的 O 型圈：

- a) 按 J.5.10 和 J.5.11 的规定取出加压端杯盖,即将样品杯加压端朝上,用可调式双销扳手拆卸杯盖;
- b) 取出活塞。将 T 形手柄拧入活塞,推拉手柄滑动活塞,将活塞从样品杯任一端滑出。注意在加压端杯盖未拆下的情况下,可从过滤端取出活塞。取下并处置活塞和杯盖上所有的 O 型圈;
- c) 清洁各部件以备下次使用。

## **J.6 试验报告**

### **J.6.1 滤失量报告**

记录选定的各时间段内收集到的累积滤液体积,以毫升(mL)计。

### **J.6.2 瞬时滤失量**

以滤失时间平方根为  $x$  轴,以滤液体积[过滤面积为  $22.6 \text{ cm}^2$  ( $3.5 \text{ in}^2$ )时,滤液体积应乘以 2]为  $y$  轴,绘制一条直线描述静滤失速率,该直线在  $y$  轴上的截距即为瞬时滤失量(见 2.4)。或按式(I.2)计算瞬时滤失量的近似值。

为获得更准确的瞬时滤失量,可按 J.4.4.2 规定的方法增加数据采集时间并绘图。

### **J.6.3 计算**

分别按式(I.1)、式(I.2)和式(I.3)计算渗透性封堵滤失量、瞬时滤失量和静滤失速率。

### **J.6.4 滤饼测试报告**

测量并记录滤饼厚度,精确至  $1.0 \text{ mm}$  ( $1/32 \text{ in}$ )。还应对滤饼进行描述,如硬、软、坚韧、柔韧、弹性和致密等。尽管这类描述带有主观性,但对了解滤饼质量仍很重要。

附录 K  
(资料性附录)  
水基钻井液报表格式

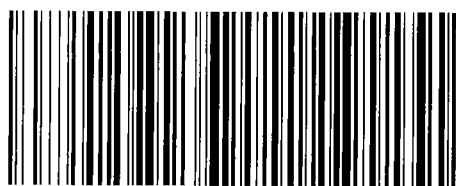
|  |   |     |       |   |   |   |   |        |          | 水基钻井液报表 |    |                              |
|--|---|-----|-------|---|---|---|---|--------|----------|---------|----|------------------------------|
|  |   |     |       |   |   |   |   |        |          | 日期 20__ | 井深 | <input type="checkbox"/> MC  |
|  |   |     |       |   |   |   |   |        |          | 开钻日期    | 工况 | <input type="checkbox"/> TVC |
| AP   | 州 | 县   | 井     |   |   |   |   |        | S/T      |         |    |                              |
| 井号   |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 作业方  |   |     | 承包商   |   |   |   |   |        | 钻机号      |         |    |                              |
| 报告受让人  |   |     | 报告受让人 |   |   |   |   |        | 土地测量区块范围 |         |    |                              |
| 井名及井号  |   | 区块号 | 沿岸县名  |   |   |   | 州/省   |        |          |         |    |                              |
| 钻头参数   |   | 钻柱  | 套管    |   |   |   | 循环参数  |        |          |         |    |                              |
| 钻井液性能  |   |     |       |   |   |   |   |        |          | 钻井液设计指标 |    |                              |
| 取样地点   |   |     |       | <input type="checkbox"/> 出口<br><input type="checkbox"/> 循环罐 | <input type="checkbox"/> 出口<br><input type="checkbox"/> 循环罐 | <input type="checkbox"/> 出口<br><input type="checkbox"/> 循环罐 | <input type="checkbox"/> 出口<br><input type="checkbox"/> 循环罐 | 密度     | 黏度       | 滤失量     |    |                              |
| 取样时间   |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 出口温度 (°C/°F)   |   |     |       |   |   |   |   | 本班处理建议 |          |         |    |                              |
| 密度 <input type="checkbox"/> sg <input type="checkbox"/> kg/m <sup>3</sup> <input type="checkbox"/> lb/ft <sup>3</sup> <input type="checkbox"/> ppg |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 测试温度 °C/°F   |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 漏斗黏度, s/qt 测试温度 °C/°F  |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 塑性黏度, cP 测试温度 °C/°F  |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 动切力, lb/100 ft <sup>2</sup>  |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 静切力, lb/100 ft <sup>2</sup> 10 s/10 min  |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| API 滤失量, mL/30 min   |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| HTHP 滤失量, mL/30 min<br>(测试温度 °C/°F)  |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 滤饼厚度, in/32 或 mm   |   |     |       |   |   |   |   | 备注     |          |         |    |                              |
| 固相含量, % (体积分数)   |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 油/水含量, % (体积分数)  |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 含砂量, % (体积分数)  |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 亚甲基蓝容量 <input type="checkbox"/> cm <sup>3</sup> /cm <sup>3</sup> 钻井液<br><input type="checkbox"/> (lb/bbl) /当量                                      |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| pH 值 <input type="checkbox"/> 试纸 <input type="checkbox"/> pH 计 (测试温度 °C/°F)  |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 钻井液碱度 (P <sub>m</sub> )  |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 滤液碱度 (P <sub>f</sub> /M <sub>f</sub> )   |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 氯离子含量, mg/L  |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 以钙离子计的总硬度, mg/L  |   |     |       |   |   |   |   |        |          |         |    |                              |
| 处理剂  |   |     |       |   |   |   |   | 固控设备   |          |         |    |                              |
| 钻井液体积  |   |     | 固相分析  |   |   | 钻井液流变性和水力参数   |   |        | 成本分析     |         |    |                              |

钻井液承包商代表 \_\_\_\_\_ 联系电话 \_\_\_\_\_ 基地电话 \_\_\_\_\_

图 K.1 钻井液样品测试报告格式

参 考 文 献

- [1] ISO 13500, Petroleum and natural gas industries—Drilling fluid materials—Specifications and tests
- [2] API RP 13B-1, Recommended Practice Standard Procedure for Field Testing Water—Based Drilling Fluids
- [3] API RP 13D, Recommended Practice on the Rheology and Hydraulics of Oil-Well Drilling Fluids
- [4] ISO 10416, Petroleum and natural gas industries—Drilling fluids—Laboratory testing
- [5] API RP 13I, Laboratory Testing of Drilling Fluids
- [6] ISO 10414(all parts), Petroleum and natural gas industries—Field testing of drilling fluids
- [7] Toups, J.A., Reimer, J. And Dearing, H., AADE-04-DF-HO-32, Measurement of HTHP fluid loss equipment and test fluids with thermocouples.
- 



GB/T 16783.1-2014

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-51386

定价: 66.00 元