

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 6865—2021

代替 SY/T 6865—2012, SY/T 7074—2016

钻井液滤失量测试仪校准方法

Calibration method of drilling fluid filter press

2021 — 11 — 16 发布

2022 — 02 — 16 实施

国家能源局 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 仪器概述	1
4.1 中压常温滤失量测试仪	1
4.2 高温高压滤失量测试仪	1
4.3 技术要求	3
5 校准条件	5
5.1 环境条件	5
5.2 测量设备	5
5.3 辅助设备	5
5.4 材料	6
6 校准项目和校准方法	6
6.1 校准项目	6
6.2 校准方法	6
7 校准结果	11
8 复校时间间隔	11
附录 A (资料性) 钻井液高温高压滤失量测试仪校准记录格式	12
附录 B (资料性) 钻井液中压常温滤失量测试仪校准记录格式	14
附录 C (规范性) 钻井液高温高压滤失量测试仪校准证书格式	15
附录 D (规范性) 钻井液中压常温滤失量测试仪校准证书格式	17
参考文献	19

前 言

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

本文件代替 SY/T 6865—2012《钻井液中压滤失量测试仪校准方法》、SY/T 7074—2016《钻井液高温高压滤失量测试仪校准方法》，与 SY/T 6865—2012、SY/T 7074—2016 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 修改了文件名称，统一规范为《钻井液滤失量测试仪校准方法》；
- b) 修改了“仪器概述”，包括功能、结构、原理、分类（见 4.1、4.2）；
- c) 修改了产品规格和型号内容（见 4.3.3、表 1）；
- d) 修改了技术要求中计量特性中内容（见 4.3.4）；
- e) 增加了技术要求中高温高压滤失量标称值、120℃～230℃之间五个不同温度点钻井液滤失量标称值（见 4.3.4.4.1、表 5）；
- f) 修改“校准条件”中的环境温度为 $20^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，将辅助设备中架盘天平改为电子天平，增加了钻井液专用滤纸规范要求（见 5.1.2、5.3.3、5.4.1）；
- g) 修改了 SY/T 7074—2016 中压力示值误差试验方法的部分内容（见 6.2.5）；
- h) 修改了校准方法中关于标准钻井液配置的方法的要求，执行 SY/T 5490 的规定（见 6.2.2）；
- i) 修改了 SY/T 6865—2012、SY/T 7074—2016 中滤失量示值误差试验方法的部分内容（见 6.2.10.1、6.2.10.2）；
- j) 增加了高温高压滤失量测试中不同测试温度的推荐回压值（见 6.2.10.2、表 9）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由石油工业标准化技术委员会石油专用计量器具校准规范直属工作组提出并归口。

本文件起草单位：中石化华东石油工程有限公司、中国石油化工集团有限公司胜利油田分公司石油工程技术研究院、中国石油集团川庆钻探工程有限公司钻井液技术服务公司、中国石油化工股份有限公司胜利油田分公司技术检测中心、青岛海通远达专用仪器有限公司、江苏省仪器仪表学会。

本文件起草人：王亚宁、郑和、李继勇、王燕、龚厚平、陈军、陈文可、顾克江、齐伟、刘长安、李帆、蔡巍、孔庆胜。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——SY/T 6587—2012；

——SY/T 7074—2016。

钻井液滤失量测试仪校准方法

1 范围

本文件规定了钻井液滤失量测试仪的产品规格、计量要求、校准条件、校准项目和方法、校准结果和校准时间间隔。

钻井液滤失量测试仪包括中压常温滤失量测试仪和高温高压滤失量测试仪两种类型。本文件适用于新制造、使用中和修理后的钻井液滤失量测试仪的校准。

2 规范性引用文件

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

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

SY/T 5490 钻井液试验用土

SY/T 5677 钻井液用滤纸

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

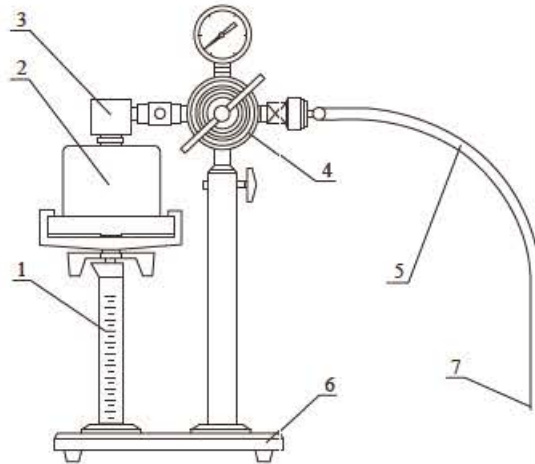
4 仪器概述

4.1 中压常温滤失量测试仪

中压常温滤失量测试仪是指在工作压力为 0.69MPa，测试温度为室内常温条件下的钻井液滤失量测试仪。钻井液滤失量测试仪主要由减压阀、压力表、气源压力管汇、钻井液杯、钻井液杯盖和挂架等组成，如图 1 所示。其工作原理是：取一定量的钻井液，装入钻井液杯中，上紧杯盖，接通气源，将压力调至 0.69MPa，打开放气阀，气源接入杯中，记下失水时间，滤失 30min。试验结束后，读取量筒中失水量，打开钻井液杯，测量滤饼厚度。

4.2 高温高压滤失量测试仪

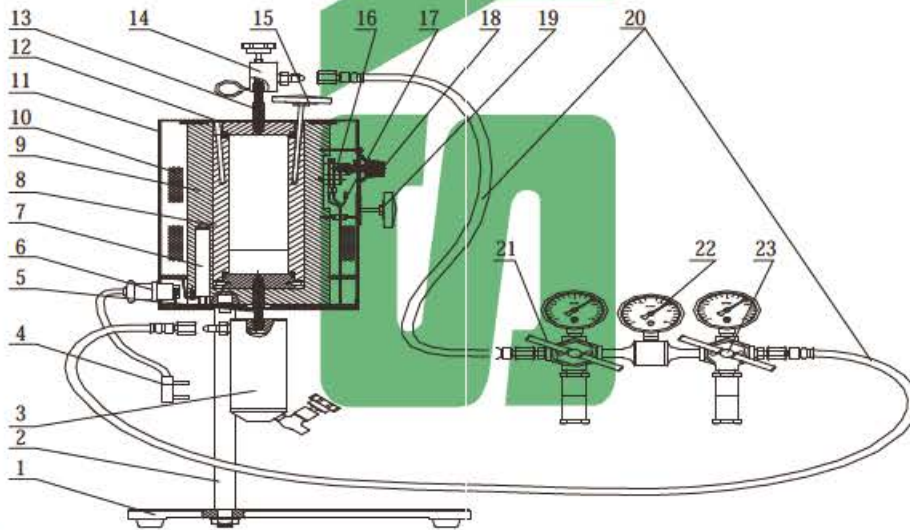
高温高压滤失量测试仪是模拟深井在高温高压条件下测试钻井液滤失量的仪器。它主要由压力源（二氧化碳或氮气）、压力调节器、钻井液杯、加热系统、滤液接收器及支架等构成，如图 2 所示。其工作原理是：钻井液杯中置入一定量钻井液，在一定温度、压力状态下，钻井液通过 2258mm² 的滤失面积滤失 30min 后，测定钻井液的滤失量（静态下）及滤失后形成的滤饼等数据。室内高温高压试验温度一般不大于 150℃，深井现场施工滤失量测试有时温度高于 150℃，但极限试验温度不高于 230℃。



标引序号说明：

- | | |
|----------|------------|
| 1——量筒； | 5——气源压力管汇； |
| 2——钻井液杯； | 6——底座； |
| 3——放气阀体； | 7——外接气源。 |
| 4——减压阀； | |

图1 中压常温滤失量测试仪结构示意图



标引序号说明：

- | | |
|------------|-------------|
| 1——底座； | 13——连通阀杆； |
| 2——立柱； | 14——三通阀组件； |
| 3——接收器组件； | 15——温度计 1； |
| 4——三线扁插头； | 16——双金属温控器； |
| 5——连通阀杆； | 17——指示灯； |
| 6——电线接插件； | 18——温控旋钮； |
| 7——加热棒； | 19——温度计 2； |
| 8——钻井液杯组件； | 20——高压胶管； |
| 9——加热套； | 21——调压手柄 1； |
| 10——保温材料； | 22——可调压力源； |
| 11——罩盒； | 23——调压手柄 2 |
| 12——温度校准孔； | |

图2 高温高压滤失量测试仪结构示意图

4.3 技术要求

4.3.1 外观

4.3.1.1 钻井液滤失量测试仪表面漆层、镀层应均匀、牢固、光滑，不应有气泡、裂纹、脱落。

4.3.1.2 钻井液滤失量测试仪应有铭牌，铭牌上标有制造厂家名称、工作压力、仪器型号、规格和出厂日期。

4.3.1.3 钻井液滤失量测试仪应符合出厂测试要求。

4.3.2 绝缘性

钻井液滤失量测试仪应有良好的绝缘性，500V MΩ 表测量，其绝缘电阻不应低于 2MΩ。

4.3.3 产品型式及规格

仪器按照加温加压的范围，可分为中压常温型仪器和高温高压型仪器两种。仪器规格应符合表 1 的规定。

表 1 仪器规格

规格 / 参数	中压常温型 (同类产品)	高温高压型 (同类产品)
额定工作压力, MPa	0.69	4.20 ~ 6.6
额定回压压力, MPa	—	0.69 ~ 3.15
工作温度, ℃	常温	室温 ~ 230
过滤面积直径, mm	76.36 ± 0.15	53.62 ± 0.15
过滤面积, mm ²	4580.00	2258.00
过滤网型号规格	GFW0.28/0.14 (平纹)	GFW0.28/0.14 (平纹)
钻井液杯内径, mm	76.50	54.00
腔室高度, mm	≥ 64.00	≥ 76.00

4.3.4 计量特性

4.3.4.1 中压常温滤失量测试仪

室温条件下在额定工作压力下为 1.00MPa ± 0.02MPa，稳压 30min 的压力变化应小于额定工作压力值的 2%。

4.3.4.2 高温高压滤失量测试仪

在试验温度条件下，进气高压额定工作耐压值见表 2，稳压 30min 的压力变化应小于额定工作压力值的 2%；回压低压定额耐压值见表 3，稳压 30min 的压力变化应小于额定工作压力值的 0.6%。

4.3.4.3 温度特性

高温高压滤失量测试仪在室内条件下，其温度的示值误差、重复性误差均应符合表 4 的要求。

表 2 进气高压额定工作耐压值

序号	标称值 MPa	示值误差 %	重复性误差 %	密封性
1	3.20	$\leq \pm 2$	$\leq \pm 0.2$	各部件无泄漏，压力变化小于允许最大误差
2	4.20	$\leq \pm 2$	$\leq \pm 0.2$	
3	5.20	$\leq \pm 2$	$\leq \pm 0.2$	
4	6.20	$\leq \pm 2$	$\leq \pm 0.2$	
5	6.60	$\leq \pm 2$	$\leq \pm 0.2$	

表 3 回压低压额定工作耐压值

序号	标称值 MPa	示值误差 %	重复性误差 %	密封性
1	0.69	$\leq \pm 0.6$	$\leq \pm 0.2$	各部件无泄漏，压力变化小于允许最大误差
2	1.10	$\leq \pm 0.6$	$\leq \pm 0.2$	
3	1.89	$\leq \pm 0.6$	$\leq \pm 0.2$	
4	3.15	$\leq \pm 0.6$	$\leq \pm 0.2$	

表 4 温度特性指标

序号	标称值 ℃	示值误差 %	重复性误差 %
1	100	$\leq \pm 1.5$	$\leq \pm 1.0$
2	120	$\leq \pm 1.5$	$\leq \pm 1.0$
3	140	$\leq \pm 1.5$	$\leq \pm 1.0$
4	150	$\leq \pm 1.5$	$\leq \pm 1.0$
5	160	$\leq \pm 1.5$	$\leq \pm 1.0$
6	170	$\leq \pm 1.5$	$\leq \pm 1.0$
7	180	$\leq \pm 1.5$	$\leq \pm 1.0$

4.3.4.4 滤失量

4.3.4.4.1 中压常温滤失量测试仪滤失量误差为 $|A| \leq 1.0\text{mL}$ 。

高温高压滤失量测试仪在不同温度、压力条件下，钻井液滤失量标称值应符合表 5 的要求。

表 5 不同温度钻井液滤失量标称值（高温高压滤失量）

序号	温度 ℃	压力 MPa	滤失量 mL
1	120	4.2	50.00
2	150	4.2	62.30
3	180	4.6	75.00
4	200	5.4	125.60
5	230	6.6	127.00

4.3.4.4.2 高温高压滤失量测试仪在对应不同温度条件下，其滤失量示值误差、重复性误差均应符合表6的要求。

表6 滤失量示值、重复误差

序号	滤失范围 mL	示值误差 %	重复性误差 %
1	0 ~ 10	$\leq \pm 1.0$	$\leq \pm 0.5$
2	0 ~ 50	$\leq \pm 1.0$	$\leq \pm 0.5$
3	0 ~ 100	$\leq \pm 1.0$	$\leq \pm 0.5$
4	0 ~ 150	$\leq \pm 1.0$	$\leq \pm 0.5$
5	0 ~ 200	$\leq \pm 1.0$	$\leq \pm 0.5$

5 校准条件

5.1 环境条件

5.1.1 气源：氮气或二氧化碳气。气源压力大于8MPa。禁用氧气。

5.1.2 环境温度：20℃±5℃。

5.2 测量设备

测量设备包括游标卡尺、秒表、精密压力表、测温表、量筒等，校准设备的技术要求应符合表7的规定。

表7 测量设备技术要求

序号	名称	测量范围	最小分度值	准确度等级
1	游标卡尺	0mm ~ 125mm	0.02mm	0.02
2	秒表	秒针：30s/r	0.10s	3
		分针：15min/r	0.1min	
3	压力表	0MPa ~ 10MPa	0.1MPa	0.1
		0MPa ~ 16MPa	0.1MPa	
		0MPa ~ 25MPa	0.1MPa	
		0MPa ~ 40MPa	0.1MPa	
4	测温表	0℃ ~ 200℃	1℃	1.0
		0℃ ~ 300℃	2℃	
5	量筒	0mL ~ 25mL	0.5mL	B
		0mL ~ 50mL	1mL	

5.3 辅助设备

5.3.1 高速搅拌机转速 6000r/min ~ 13000r/min。

5.3.2 兆欧表电压等级 500V MΩ，测量范围 0MΩ ~ 500MΩ。

5.3.3 电子天平测量范围 0g ~ 2000g，感量 0.01g。

5.4 材料

5.4.1 钻井液滤纸应符合 SY/T 5677 的规定。

5.4.2 标准钻井液配制试验用材料：

- a) 钻井液试验配浆用膨润土，符合 SY/T 5490 的规定；
- b) 碳酸钠化学纯，符合 SY/T 5490 的规定；
- c) 蒸馏水，符合 GB/T 6682 的规定。

6 校准项目和校准方法

6.1 校准项目

钻井液滤失量测试仪校准项目见表 8。

表 8 钻井液滤失量测试仪校准项目

序号	校准项目	新制造	使用中	修理后
1	外观	+	+	-
2	滤失面直径	+	-	+
3	压力密封性	+	-	+
4	压力示值误差	+	+	+
5	压力重复性	+	-	-
6	压力回程误差	+	-	-
7	温度示值误差	+	+	+
8	绝缘性	+	+	+
9	滤失量示值误差	+	+	+
10	滤失量重复性	+	-	+

注：“+”表示应校准项目，“-”表示可不校准项目。

6.2 校准方法

6.2.1 外观

6.2.1.1 对新制造的钻井液滤失量测试仪目测外观，应符合 4.3.1 的规定。

6.2.1.2 对使用中和修理后的钻井液滤失量测试仪进行外观检查，应符合 4.3.1.2 和 4.3.1.3 的规定。

6.2.2 标准钻井液的配制

中压室温滤失量和高温高压滤失量标准钻井液配置方法执行 SY/T 5490 的规定。

6.2.3 滤失面直径

用 0mm ~ 125mm，分度值为 0.02mm 游标卡尺对钻井液杯盖过滤网显露面的内径米字线四个不

同方向进行测量，结果应符合 4.3.3 的规定要求。

6.2.4 压力密封性

6.2.4.1 将中压常温滤失量测试仪按操作程序安装到位后，打开总气阀，调节减压阀手柄，使压力表的压力指示为 1MPa，启动电子秒表行至 30min，期间观察压力波动情况，每隔 5min 记录一次压力表输出示值，连续记录 9 次，结果应符合 4.3.4.1 的规定。

6.2.4.2 将高温高压滤失量测试仪按操作程序安装到位后，在工作状态下逐级加压至最大压力，无泄漏，累计恒压不少于 30min，每隔 5min 记录一次压力表输出示值，连续记录 9 次，最大压力值和最小压力值之差应符合 4.3.4.2 的规定。

6.2.5 压力示值误差（只有高温高压滤失量测试仪需要测定）

6.2.5.1 将钻井液杯与增压器的高压胶管连接，下接滤液接收器。

6.2.5.2 按照表 3 中压力标称值，打开进气阀，先将压力升至 3.2MPa，稳压 3min，仔细观察仪器各部件及连接处无泄漏，再进行下一步操作。

6.2.5.3 进行下一级别压力测试时不需要泄压，在 6.2.5.2 操作压力级别基础上开始缓慢升压，在升至表 3 规定的各个压力校准点时逐一进行校准，直至最高压力校准点（正行程校准）。每一点的校准均应在压力稳定后，记录其输出示值。

6.2.5.4 正行程校准完成后，通过缓慢降压，在降至表 3 规定的各个压力校准点时，再次逐一进行校准，直至零位（反行程校准）。每一点的校准均应在压力稳定后，记录其输出示值。

6.2.5.5 校准过程中应平稳升压和降压，避免出现超调或回调现象。

6.2.5.6 一次完整的正行程校准和反行程校准为一个循环。示值校准应至少进行四个循环，在校准过程中如果出现因调零、漏压而中断校准的情况，此循环应重新进行。

6.2.5.7 仪器压力示值误差按公式 (1) 计算：

$$\Delta y = (y_i - y_b) / y_i \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- Δy ——仪器在第 i 校准点的示值误差，用百分数表示；
- y_i ——仪器在第 i 校准点的压力示值，单位为兆帕 (MPa)；
- y_b ——仪器在第 i 校准点的压力标准值，单位为兆帕 (MPa)。

6.2.6 压力重复性

6.2.6.1 各校准点上正、反行程子样标准偏差按公式 (2)、公式 (3) 计算：

$$s_i = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (y_{ij} - \bar{y}_i)^2} \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$s_{D_i} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{j=1}^n (y_{D_{ij}} - \bar{y}_{D_i})^2} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- s_i, s_{D_i} ——第 i 校准点上正、反行程子样标准偏差，单位为兆帕 (MPa)；
- $y_{ij}, y_{D_{ij}}$ ——第 i 校准点上第 j 循环的正行程、反行程的压力示值，单位为兆帕 (MPa)；
- \bar{y}_i, \bar{y}_{D_i} ——第 i 校准点上正行程、反行程压力示值的平均值，单位为兆帕 (MPa)。

6.2.6.2 仪器在整个测量范围内的标准偏差 s 按公式 (4) 计算：

$$s = \sqrt{\frac{1}{2m} \left(\sum_{i=1}^m s_{I_i}^2 + \sum_{i=1}^m s_{D_i}^2 \right)} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

s_{I_i} , s_{D_i} ——第 i 校准点上正、反行程子样标准偏差，单位为兆帕 (MPa)；

s ——测量范围内的标准偏差，单位为兆帕 (MPa)。

6.2.6.3 仪器的重复性误差 ε_s 按公式 (5) 计算：

$$\varepsilon_s = (3s) \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

ε_s ——仪器的重复性误差，用百分数表示。

6.2.7 压力回程误差

压力回程误差为同一校准点正行程示值的算术平均值与反行程示值的算术平均值之差，按公式 (6) 计算：

$$\varepsilon_h = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n |y_{I_j}| - \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n |y_{D_j}| \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

ε_h ——仪器在第 i 校准点的回程误差，单位为兆帕 (MPa)；

y_{I_j} ——仪器在第 i 校准点第 j 循环正行程的压力示值，单位为兆帕 (MPa)；

y_{D_j} ——仪器在第 i 校准点第 j 循环反行程的压力示值，单位为兆帕 (MPa)。

6.2.8 温度示值误差

6.2.8.1 将测温表插入到钻井液杯温度校准孔内，开始对加热套进行预热。

6.2.8.2 按照选定的温度校准点平稳地给仪器升温，达到温度校准点后恒温 45min，用秒表记录时间，温度稳定后，每 5min 记录一次温度输出示值，共记录 5 组数据。

6.2.8.3 高温高压滤失量测试仪温度校准点一般应选择仪器正常使用时温度的几个温度节点：预热温度点、正常试验温度点，或在节点上下各加密 2 个点，但至少不少于 3 个点。

6.2.8.4 对于应用温度不大于 150℃ 的测试程序时，仪器温度校准至少应选择 100℃、120℃、150℃ 三个点校准；对于应用温度高于 180℃ 的测试程序时，仪器温度校准至少应选择 175℃、200℃、230℃ 三个点校准。

6.2.8.5 仪器的温度示值误差按公式 (7) 计算：

$$\Delta t_{di} = (\bar{t}_i - t_b) / t_{di} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

Δt_{di} ——仪器在第 i 校准点温度示值误差，用百分数表示；

\bar{t}_i ——第 i 校准点上 5 次测量的平均值，单位为摄氏度 (℃)；

t_b ——仪器在第 i 校准点温度标准值，单位为摄氏度 (℃)。

6.2.9 绝缘性

用兆欧表测量高温高压滤失量测试仪的绝缘电阻。“L”线端连接被测仪器导体，“E”地端连接

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/286122120241010041>