

1 钻井液密度

1.1 概述

³³ 本测试程序是测定给定体积流体质量的一种方法。钻井液密度以 g/cm³ 或 kg/m³ 为单位来表示。

1.2 仪器

³³

a) 凡精度可达到 $\pm 0.01 \text{ g/cm}^3$ 或 $\pm 10 \text{ kg/m}^3$ 的任何一种仪器均可使用。通常用钻井液密度计(见图1和图2)来测定钻井液的密度。钻井液密度计设计成臂梁一端的钻井液杯由另一端的固定平衡锤及一个可沿刻度臂梁自由移动的游码来平衡。为使平衡准确,臂梁上装有水准泡(需要时可使用扩大量程的附件)。

b) 温度计:量程为 0°C 至 105°C 。

1.3 测定程序

1.3.1 将仪器底座放置在一个水平平面上。

1.3.2 测量钻井液的温度并记录在钻井液报表上。

1.3.3

将待测钻井液注入到洁净、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。

要保证一些钻井液从杯盖小孔溢出以便排出混入钻井液中的空气或天然气(见附录D)。

1.3.4 将杯盖压紧在钻井液杯上,并堵住杯盖上的小孔,冲洗并擦净擦干杯和盖。

1.3.5

将臂梁放在底座的刀垫上,沿刻度移动游码使之平衡。在水准泡位于中心线下时即已达到平衡。

1.3.6

在靠近钻井液杯一边的游码边缘读取钻井液密度值。使用扩大量程附件时,应做适当的校正。

³³1.3.7 记录钻井液密度值,精确到 0.01 g/cm^3 或 10 kg/m^3 。

1.4 校正程序

³³ 应经常用淡水来校正仪器。在21℃，淡水的密度值应是1.00g/cm³或1000kg/m³。否则，应按需要调节刻度臂梁末端的平衡螺丝或增减平衡锤小孔内的铅粒数。

1.5 钻井液密度测定补充方法

1.5.1 概述

含有空气或天然气的钻井液密度可用本节所描述的加压流体密度计更精确地进行测定。加压流体密度计的操作与常规密度计类似，所不同的是在加压下将钻井液样品注入到固定体积的样品杯中。

在加压下注入样品的目的是要把混入到钻井液中的空气或天然气对钻井液密度测定的影响减少到最低程度。

1.5.2 仪器

³³

a)凡精度在±0.01g/cm³或±10kg/m³之内的任何一种仪器均可使用。加压密度计(图3和图4)是通常用来测定加压情况下的钻井液密度的仪器。加压钻井液密度计设计成臂梁一端的拧上杯盖的钻井液杯由另一端的固定平衡锤和可沿刻度臂梁自由移动的游码来平衡。为使平衡准确，臂梁上装有水准泡(见图3和图4)。

b)温度计:量程为0℃,105℃。

1.5.3 测定程序

1.5.3.1 将样品注入样品杯中，使液面略低于杯上端(约6.4mm)。

1.5.3.2

盖上杯盖，使盖上的附体单向阀处于向下(开启)的位置。将盖子向下推入样品杯口，直至盖子外缘和杯上缘面接触为止。过量的钻井液由单向阀排出。杯盖放在杯上后，向上拉单向阀使之处于关闭位置，用水冲洗杯和螺纹，并把丝扣盖拧到杯上。

1.5.3.3

加压柱塞的操作与注射器相似。为把钻井液注入到柱塞内，将柱塞杆完全向内位置的柱塞筒端浸入到钻井液中。而后向上拉柱塞杆以便钻井液注满柱塞筒。应该用柱塞作用排出这部分钻井液，而后重新抽入新的钻井液样品，以保证柱塞筒内的钻井液不会被前次冲洗柱塞而残留的液体所冲稀。

1.5.3.4

将柱塞筒端口接到杯盖单向阀的O型圈表面上。在柱塞筒上保持向下的推力以保证单向阀向下(开启)，同时向里推柱塞杆，即可对样品杯加压。柱塞杆上的推力应保持约222.5N或更大些，见图4。

1.5.3.5

杯盖上的单向阀是由压力驱动的，样品杯加压后，单向阀被推至关闭位置。为关闭单向阀，在保持柱塞杆上的压力的同时，应逐渐释放柱塞筒压力。单向阀关闭后，取下柱塞筒前，应释放柱塞杆上的压力。

1.5.3.6

此时，加压的钻井液样品已准备好，可以测定密度。洗净并擦干样品杯外部。将仪器按图3所示放到刀垫上。左右移动游码直至臂梁平衡。当水准泡位于两黑线间时，臂梁即已达到平衡。从游码箭头记号一边读出二种单位中的任意一种单位表示的钻井液密度值。可直接读出以

$^{33}\text{g/cm}$ 或 kg/m 为单位的密度值。

1.5.3.7 为释放样品杯内的压力，重新连接空柱塞装置，并向下推柱塞筒。

1.5.3.8

用水彻底冲洗样品杯并擦净。为在水基钻井液中使用方便，应在单向阀上经常涂覆防水润滑脂。

33 1.5.3.9 记录钻井液密度，精确到 0.01g/cm 或 10kg/m 。

1.5.4 校正程序

33 应经常用淡水校正仪器。在 21°C ，淡水的密度值应是 1.00g/cm 或 1000kg/m 。否则，应按需调节刻度臂梁末端的平衡螺丝或增减平衡锤小孔内的铅粒数。

图 1 钻井液密度计

图 2 钻井液密度计及外盒

图 3 加压流体密度计

1—加压泵;2—加压阀;3—密封盖;4—样品杯;5—钻井液样品;6—混入的空气;

图 4 加压流体密度计

2 粘度和静切力

2.1 概述

2.1.1 下列仪器可用于测定钻井液的粘度和静切力:

- a)马氏漏斗:一种日常用于测定粘度的简单设备。
- b)直读式粘度计:一种在不同剪切速率下测定粘度的机械设备。

2.1.2

粘度和静切力是与钻井液流动性能有关的量。流变学是研究物质的形变和流动。在API RP

13D《油井钻井液流变学》中对流变学进行了深入的讨论。

2.2 漏斗粘度

2.2.1 仪器

a)马氏漏斗

3

马氏漏斗(见图5)被标定为:在(21?3?)时,从漏斗中流出946cm淡水的时间为(26?0.5)s。用标有刻度的杯子作为接受器。

规格:

1)漏斗锥体:

长305mm 度:.....

直152mm 径:.....

至筛网底的容₃1500cm 积:.....

2)流出口:

长50.8mm 度:.....

内4.7mm 径:.....

2.3.2.3

使转筒在600r/min旋转，待表盘读值恒定(所需时间取决于钻井液的特性)后，读取并记录600r/min时的表盘读值。

2.3.2.4

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

2.3.2.5 将钻井液样品在高速下搅拌10s。

2.3.2.6

使钻井液样品静置10s。测定以3r/min转速旋转时的最大读值，以Pa为单位记录初切力。

2.3.2.7

将钻井液样品在高速下重新搅拌10s，而后使其静置10min。测定以3r/min转速旋转时的最大读值，并以Pa为单位记录10min静切力。

2.3.3 计算

按式(1)、式(2)、式(3)和式(4)分别计算塑性粘度，动切力、表观粘度和静切力：

(1)

(2)

(3)

(4)

式中:PV?? 塑性粘度，mPa?s;

YP?? 动切力，Pa;

AV?? 表观粘度, mPa?s;

或?? 10s或10min静切力, Pa; GG10_{10smin}

ϕ 、 ϕ ?? 600r/min、300r/min时的恒定读值; 600300

ϕ ?? 静止10s或10min后3r/min最大读值。 3

图 5 马氏漏斗和杯

图 6 直读式粘度计

图 7 变速粘度计

3 滤失量

3.1 概述

3.1.1

钻井液的滤失性能和造壁性能的测定与滤液的性能, 如油、水或乳状液含量的测定一样, 对钻井液的控制和处理是重要的。

3.1.2

这些性能受到钻井液中的固相类型和含量以及它们之间的物理和化学作用的影响, 而这些物理和化学作用又要受到温度和压力的影响。因此, 应在低温低压和高温高压两种条件下进行试验, 而各自需要不同的仪器和技术。

3.2 低温低压试验

3.2.1 低温低压试验用仪器

a)滤失仪:主体是一个内径为76.2mm、高度至少为64.0mm的筒状钻井液杯。此杯是由耐强碱溶液的材料制成, 并被装配成加压介质可方便地从其顶部进入和放掉。装配时在钻井液杯下

部底座上放一张直径为90mm的滤纸。过滤面积为(4580 ?

60)mm。在底座下部安装有一个排

出管, 用来排放滤液至量筒内。用密封圈密封后, 将整个装置放置在一个支撑架上, 见图8和图9。

压力可用任何无危险的流体介质来施加，气体或流体均可。加压器上应装上压力调节器，以便由便携式气瓶、小型气弹或液压装置等来提供压力。

为获得相关性好的结果，必须使用一张直径为90mm的Whatman No.50或S &S No.576或相当的滤纸。

注:使用小型或过滤面积为一半的滤失仪所得结果与使用标准尺寸滤失仪所得结果不会有直接的相关关系。

)计时器:时间间隔为30min。 b

³³ c)量筒:10cm或25cm。

3.2.2 低温低压滤失量测定程序

3.2.2.1 要确保钻井液杯各部件，尤其是滤网清洁干燥，也要保证密封垫圈未变形或损坏。将钻井液注入钻井液杯中，使其液面距杯顶部至少13mm(以减少二氧化碳对滤液的污染)，而后放好滤纸并安装好仪器。

3.2.2.2

将干燥的量筒放在排出管下面以接收滤液。关闭减压阀并调节压力调节器，以便在30s 35)kPa。在加压的同时开始计时。 或更短的时间内使压力达到(690?

3.2.2.3

到30min后，测量滤液的体积。关闭压力调节器并小心打开减压阀。如果测定时间不是30min，应注明。

³³3.2.2.4

以cm为单位记录滤液的体积(精确到0.1cm)，以作为API滤失量，同时记录钻井液样品的初始温度?。保留滤液用来进行化学分析。

3.2.2.5

首先在确保所有压力全部被释放的情况下，从支架上取下钻井液杯。要非常小心地拆开钻井液杯，倒掉钻井液并取下滤纸，尽可能减少滤饼的损坏。用缓慢的水流冲洗滤纸上的滤饼。 3.2.2.6 测量并记录滤饼的厚度，精确到0.5mm。

3.2.2.7

尽管对滤饼的描述带有主观性，但诸如硬、软、韧、致密、坚固等注释，对于了解滤饼的质量仍是重要的信息。

3.3 高温高压试验

3.3.1 高温高压试验用仪器

注意:所有生产厂的仪器不可能都用于同样的温度和压力。关键的是要严格遵守生产厂推荐的样品体积、温度和压力。否则可能会发生严重的事故。

a)高温高压滤失仪:主要组成为: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4140kPa,8970kPa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1)的滤液接受器以及一个合适的支撑架。

图10和图11给出了可使用的仪器。钻井液杯有温度计插孔、耐油密封圈、用以支撑过滤介质的底座以及用以控制滤液排放的、位于滤液排放管上的阀门。密封圈需要经常更换。

注意:一氧化二氮气弹不可用作高温高压滤失量测定的压力源。在高温高压下,一氧化二氮在润滑脂、油或含碳物质等存在时可能发生爆炸。一氧化二氮气弹只用于Garrett气体分离器碳酸盐分析中。

b)过滤介质:温度低于204^o时,使用Whatman No.50或相当的滤纸;温度高于204^o时,使用Dynalloy X,5或相当的多孔圆盘,每次实验应使用新的多孔圆盘。

c)计时器:时间间隔为30min。

d)温度计:量程达260^o。

33 e)量筒:25cm或50cm。

f)高速搅拌器。

3.3.2 温度低于149^o时的测定程序

3.3.2.1

将温度计插入加热套温度计插孔中,并将加热套预热至比所需温度高约6^o。调节恒温开关以保持所需温度。

3.3.2.2

用高速搅拌器搅拌钻井液样品10min,将其倒入钻井液杯中。考虑到样品的膨胀,要注意使液面离顶部至少13mm。装好滤纸。

3.3.2.3

安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。将加热套中的温度计移到钻井液杯上的插孔中。

3.3.2.4 将高压滤液接收器连接到底部阀杆上，并在适当位置锁定。

3.3.2.5 将可调节的压力源连接到顶部阀杆和接收器上，并在适当位置锁定。

3.3.2.6

在保持顶部和底部阀杆关紧的情况下，分别调节顶部和底部压力调节器至690kPa。打开顶部阀杆，将690kPa压力施加到钻井液上。维持此压力直至温度达到所需温度并恒定为止。钻井液杯中的样品加热总时间不应超过1h。

3.3.2.7

当样品温度达到所选定的温度后，将顶部压力增加到4140kPa，并打开底部阀杆开始测量滤失量。在保持选定温度±3%范围内，收集滤液30min。如果在测定过程中回压超过690kPa，则小心地从滤液接收器中放出部分滤液以降低压力。记录滤液总体积、温度、压力和时间。

3.3.2.8

滤液体积应校正为4580mm²过滤面积时的体积。如果过滤面积为2258mm²，则将滤液体积加倍后记录。

3.3.2.9 实验结束后，关紧钻井液杯顶部和底部阀杆，并从压力调节器放掉压力。

注意:钻井液杯内仍有约3450kPa压力。在拆开钻井液杯之前，应保持其向上并冷却至室温。拆开之前，要放掉杯内压力。

3.3.2.10

首先要确定底部和顶部阀杆关闭且全部压力已从调节器中放掉后，从加热套中取出钻井液杯。将钻井液杯直立，打开阀门，放掉杯内压力，而后打开钻井液杯，倒掉钻井液，取出滤饼，用缓慢的水流冲洗滤纸上的滤饼，要特别小心保长滤纸。

3.3.2.11 测量并记录滤饼的厚度，精确到0.5mm。

3.3.3 温度高于149℃时的测定程序

注意:并非所有生产厂的仪器都可用于149℃以上的测定。应了解所用仪器的压力和温度范围。否则，可能会导致严重的事故。

高温高压下的测定需要增加安全预防措施。所有压力容器均应装有手动安全阀，加热套应装有过热保险丝和恒温切断装置。随着测试温度提高，钻井液液相的蒸气压成为更为关键的设计因素。不同温度下的水蒸气压见表1。

3.3.3.1

将温度计插入到加热套上的温度计插孔中，并将加热套预热至比所需温度高约6?。调节恒温开关以保持所需温度。

3.3.3.2

用高速搅拌器搅拌钻井液样品10min。将此样品倒入钻井液杯中。考虑到样品的膨胀，要注意不要使液面超过距顶部38mm。放好合适的过滤介质(见3.3.1b)。

3.3.3.3

安装好钻井液杯并关紧顶部和底部阀杆，而后将其放入加热套内。将温度计从加热套移至钻井液杯上的温度计插孔内。

3.3.3.4 将高压滤液接收器连接到底部阀杆并在适当位置锁定。

3.3.3.5 将可调节的压力源连接到顶部阀杆和接收器上并锁定。

3.3.3.6

在顶部和底部阀杆关闭的情况下，对顶部和底部施加测试温度下所推荐的回压(见表1)。加热时，打开顶部阀杆，将相同压力施加到钻井液上。保持此压力直至达到测试温度并恒定。样品杯中的样品加热的总时间不应超过1h。

3.3.3.7

样品温度达到测定温度后，将顶部压力在所施加的回压基础上增加3450kPa，并打开底部阀杆，开始测定滤失量。在保持测定温度?3?之内及保持合适回压的情况下，收集滤液30min。如果回压开始上升，应小心排放少量滤液以降低回压。

3.3.3.8

测定结束后，关紧顶部和底部阀杆，并从压力调节器放掉压力，为防止蒸发，将滤液冷却5min，而后小心地放出滤液并记录总体积，同时记录温度、压力和时间。要确保滤液有足够的时间从接收器中全部流出。

注意:钻井液杯内仍有3450kPa压力。在拆开钻井液杯之前，应保持其直立并冷却至室温。在拆开以前放掉杯内压力。否则，可能会导致严重的事故。

3.3.3.9

首先要确定底部和顶部阀杆关闭且全部压力已从调节器中放掉后，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，而后打开钻井液杯，倒掉钻井液，取出滤饼，用缓慢的水流冲洗滤纸上的滤饼，要特别小心保护滤纸。

3.3.3.10 测量并记录滤饼的厚度，精确至0.5mm。

表 1 推荐的最低回压

实验温度，? 蒸气压，kPa 最低回压，kPa

100 101 690

121 207 690

149 462 690

“正常”现场实现极限

*177 932 1104

*204 1704 1898

*232 2912 3105

*不要超过仪器生产厂所推荐的最高温度、压力和最大体积

图 8 打气筒滤失仪

图 9 三联滤失仪

图 10 高温高压滤失仪 图 11 高温高压滤失仪 4 水、油和固相含量

4.1 概述

蒸馏器是用来分离和测定水基钻井液样品所含水、油和固相体积的仪器。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，而后使之冷凝并收集在带刻度的接收器内。液相体积直接从接收器中的油相和水相的读值确定。总固相体积(悬浮的和溶解的)由差值(样品总体

积,液相体积)得到。由于溶解的任何固体将留在蒸馏器内,所以必须经过计算才能确定悬浮固

相体积。低密度固相和加重材料的相对体积同样可以计算得到。了解固相浓度和组成是控制水基

钻井液粘度和滤失量的基础。

4.2 仪器

a)蒸馏器(见图12和图13):

³³ 通常用两种体积(10cm和20cm)的蒸馏器,各自的规格如下:

1)样品杯:

³³ 总体积:10cm 20cm

³³ 精度:±0.05cm ±0.1cm

)液体冷凝器:具有足够的容量以便使油和水蒸气在离开冷凝器之前冷却至蒸发温度以下。
。 2

3)加热部件:具有足够的功率以便在15min之内将样品温度升至液相蒸发温度以上,而不

使固相沸溢。

4)温度控制器:需要一个温度控制器,它能将蒸馏器的温度控制在(500 ± 20)°C范围之内。

b)液体接收器:量筒或带刻度试管。

1)材料:温度达32°C时,不与油、水和盐溶液反应的透明材料。

2)量筒刻度规格:

³³ 量筒尺寸:10cm 20cm

³³ 精度:±0.10cm ±0.20cm

³³ 刻度:0.10cm 0.20cm

3)刻度校正方法:20°C时的容量。

3 4)读数单位:cm或体积百分数。

c)细钢丝毛。

d)高温硅酮润滑脂(用于丝扣密封和润滑)。

e)试管刷

f)刮刀:刀片尺寸适合于蒸馏器样品杯内径。

g)消泡剂。

4.3 测定程序

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生产厂的说明书。

4.3.1

要确保蒸馏器的样品杯、冷凝器及液体接收器在前次使用后已清洗、干燥并冷却。

4.3.1.1

在每次测定前,必须彻底清洗样品杯内部及盖子。还应定期用钢丝毛轻轻擦光样品杯内部。

4.3.1.2

在每次测定前,也应用试管刷清洗冷凝管并干燥。一些物质在冷凝器内的堆积可能会降低冷凝效率并导致错误的液相体积读值。

4.3.2

取一份有代表性的水基钻井液样品并使之冷却到约26?。将样品通过马氏漏斗上的筛网以清除堵漏材料、较大的钻屑或岩块。

34.3.3

如果样品含有天然气或空气,则应在约300cm样品中加入2滴,3滴消泡剂并缓慢搅拌2min,3min以清除这些气体。

4.3.4

在样品杯和冷凝管的螺纹上涂上薄薄一层硅酮润滑脂。这样,既可防止蒸气在螺纹处的漏失,也有利于测定结束后拆卸和清洗仪器。

4.3.5

样品杯上部容器内加入少量钢丝毛。加入刚好足够量的钢丝毛以防止由于沸溢而使固相进入到液体接收器内(钢丝毛的加量凭经验定)。

ρ_{ff} 滤液密度, g/cm, 对氯化钠, $\rho_{ff}=1+0.00000109C_{ff}$

ρ_b 加重材料密度, g/cm;

ρ_{lg} 低密度固相密度, g/cm(如未知, 则用2.6);

ρ_o 油密度, g/cm(如未知, 则用0.84)。

按式(10)计算加重材料体积百分数:

.....

(10)

式中: V_b 加重材料体积百分数, %。

按式(11)、式(12)、式(13)计算低密度固相、加重材料及悬浮固相的浓度:

.....

(11)

.....

(12)

.....

(13)

式中: c_{lg} 低密度固相浓度, kg/m;

c_b 加重材料浓度, kg/m;

c_{ss} 悬浮固相浓度, kg/m。

图 12 用于液相和固相含量测定的蒸馏器

图 13 用于液相和固相含量测定的蒸馏器

5 含砂量

5.1 概述

钻井液的含砂量是指大于74 μm 的颗粒在钻井液中的体积百分数。它是用一套筛砂装置(见图14)测定的。

5.2 仪器

a)直径为63.5mm、孔径为0.074mm的筛子。

b)与筛子配套的漏斗。

c)标有应加入钻井液样品体积刻度线的玻璃测量管。为直接读出含砂百分数，此玻璃管标有0至20的百分数刻度线。

5.3 测定程序

5.3.1

将钻井液注入至玻璃管“钻井液”标记处。加水至另一标记处。堵住管口并剧烈振荡。

5.3.2

将此混合物倒入洁净、湿润的筛网上。弃掉通过筛网的流体。在玻璃管中再加些水，振荡并倒入筛网上。重复直到测量管洁净。冲洗筛网上的砂子以除去残留的钻井液。

5.3.3

将漏斗口朝下套在筛框上，缓慢倒置，并把漏斗尖端插入到玻璃管口中。用小水流通过筛网将砂子冲入测量管内。使砂子沉淀。从玻璃测量管上的刻度，读出砂子的体积百分数。

5.3.4

以体积百分数记录钻井液的含砂量。记录钻井液取样位置，如振动筛上流、吸入罐等。比砂子粗的其他固相颗粒(如堵漏材料)也会留在筛网上，应注明这类固相的存在。

14 含砂量测定仪 图

6 亚甲基蓝容量

6.1 概述

6.1.1

钻井液的亚甲基蓝容量是用亚甲基蓝测定(MBT)方法测定的活性粘土(膨润土和/或钻屑)

i) 加热板。

j) Whatman No.1型或相当的滤纸。

6.3 测定程序

6.3.1 在已加有10cm水的锥形瓶中加入2.0cm
钻井液样品(或需消耗2cm,10cm亚甲基蓝溶

液的合适的量)。为保证准确加入2.0cm样品，采取下列步骤：

6.3.1.1

所用注射器的容量应大于2.0cm，通常为2.5cm或3cm。使用较大的注射器则可不必要除去进入注射器内的空气。

6.3.1.2

必须清除混入钻井液样品中的空气或天然气(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。

6.3.1.3

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后刻度线为止

(如3cm注射器上的3cm刻度线)。

6.3.1.4

将柱塞从最后刻度线起推进至准确排出2.0cm样品。对3cm注射器，柱塞应推至1cm刻度线

。

6.3.2

加入15cm³过氧化氢溶液和0.5cm³硫酸(2.5mol/L)。缓慢煮沸10min，但不要蒸干。

加水稀释至约50cm³。

6.3.3

以每次0.5cm³的量将亚甲基蓝溶液逐次加入到锥形瓶中。如果从以前的试验中已大致知

道到达终点所需的亚甲基蓝溶液的量，则开始滴定时每次可加入1cm³,2cm³。每次加入亚甲基蓝溶液后，将锥形瓶摇动30s。在保持固相颗粒悬浮的情况下，用搅棒取一滴悬浮液滴在滤纸上。当滤纸上的已被染色的固体颗粒周围出现如图15所示的蓝色或绿蓝色环时，即已达到最初的滴定终点。

6.3.4

当观察到固体颗粒斑点周围的蓝色环后，继续摇动锥形瓶2min，并再取一滴悬浮液于滤纸上。如果蓝色环仍很明显，则已达到滴定终点。如果不出现蓝色环，则按上述操作方法(见6.3.3)继续加入亚甲基蓝溶液，直至2min后所取悬浮液滴显示蓝色环为止。

6.4 计算

按式(15)计算并记录钻井液的亚甲基蓝容量(MBT):

“ ”

(15)

3 另外，亚甲基蓝容量还可以用g/L 或 kg/m(膨润土的阳离子交换容量以70mol/100g计算)来表示，按式(16)计算:

“ ”

(16)

33 式中:mBT?? 亚甲基蓝容量，cm/cm;

3 V?? 亚甲基蓝溶液消耗体积，cm; m

3 V?? 样品体积，cm;

3 BE?? 膨润土当量，g/L或kg/m。

注:由式(16)计算得到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，钻屑中的活性粘土对此膨润土当量值起作用。参见API RP 13I 第9章“关于估算商品膨润土和钻屑百分数的附加说明”。

图 15 亚甲基蓝滴定终点的点滴试验

7 pH值

7.1 概述

7.1.1

现场测定和调节钻井液(或滤液)的pH值是控制钻井液性能的一项基本工作。如同控制酸和硫化物的腐蚀过程一样,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等均取决于pH值。

7.1.2

测定钻井液pH值的推荐方法是用玻璃电极pH计。此方法准确可靠,且使用高质量电极和设计合适的仪器还可排除一些干扰。使用一种自动温度补偿梯度的pH计比手调式pH计更好些。

注:pH试纸比色法可用于井场pH值的测定,但并不是推荐方法。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、溶解的盐和化学添加剂以及深颜色液体等均会对pH试纸测定值引起严重误差。此方法可读出的数值一般为0.5个pH值单位。

7.2 仪器

a)pH计:已经标定过并通过测定玻璃电极与标准“参比”电极之间的电位即可显示pH值的mV范围的电位仪。仪器(最好)能防水、防震、耐腐蚀并携带方便。其规格如下:

1)pH范围:0,14。

2)电极类型:固态(最佳)。

3)电源:电池(最佳)。

4)工作温度范围:0?,66?。

5)显示:数字式(最佳)。

6)分辨率:0.1pH单位。

7)准确度:0.1pH单位。

8)重复性:0.1pH单位。

9)调节:

电极系统的“温度”补偿。

电极系统的“梯度”(最佳)。

读值的“校正”装置(最好使用带有内部温度补偿的仪器)。

b)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所组成的系统,其结构像一个单一电极(最好)。电极体应用耐用材料制成。电极末端最好是平的,以便起到保护作用 and 便于清洗。推荐使用防水连接系统。其规格如下:

1)玻璃pH电极响应范围:0,14pH单位。

2)电极:由一个玻璃电极和一个银(Ag)/氯化银(AgCl)电极所组成的结合体,并具有陶瓷或塑料制成的单式或双式接头。

注:在测定含有硫离子或溴离子的溶液时要使用双式接头电极以避免损害(银)参比电极。

3)参比电极内的电解质:KCl凝胶。

4)玻璃组分:适用于低钠离子误差的合适的玻璃。

+ 5)钠离子误差:pH,13或Na为0.1 mol/L时,误差小于0.1pH单位。

c)缓冲溶液:三种溶液在样品测定前用于pH计的校正和建立梯度。

1)pH,4.0:0.05mol/L的邻苯二甲酸氢钠水溶液,24?pH值为4.01。

2)pH,7.0:0.02066mol/L的磷酸二氢钾和0.02934mol/L的磷酸氢二钠的水溶液,24?pH值为7.00。

3)pH,10.0:0.025mol/L的碳酸钠和0.025mol/L的碳酸氢钠水溶液。24?pH值为10.01。

注:缓冲溶液可从供应处得到预先配制好的溶液、袋装干粉或给定的配方,但必须与国家标准局的一级或二级缓冲溶液完全相同。所有缓冲溶液的使用期不应超过6个月。并场使用的缓冲溶液的配制日期应标在瓶子上。瓶子应盖紧盖子保存。

d)蒸馏水或去离子水:盛在洗瓶内。

e)软绢:擦电极用。

f)温度计:玻璃温度计,量程为0?,105?。

g)附加设备:

1)软毛试管刷:清洗电极用。

2)温和的液体清洁剂:Ivory或相当产品。

3)电极贮存瓶:保持电极的湿度。

4)氢氧化钠:0.1 mol/L(近似浓度), 修复电极用。

5)盐酸:0.1mol/L(近似浓度), 修复电极用。

6)二氟化铵:10,溶液(近似浓度), 修复电极用。

注意:二氟化铵是强酸且有毒。

7)氢氟酸。

注意:氢氟酸是强酸。

7.3 pH值的测定程序

7.3.1 取一份待测样品, 并使其温度达到(24±3)°C。

7.3.2 使缓冲溶液的温度也达到与待测样品相同的温度。

注:为准确测定pH值, 待测钻井液样品、缓冲溶液及参比电极必须都在相同温度之下。容器标签上所标出的缓冲溶液pH值只有在24°C时才是正确的。如果要在其他温度下进行校正, 必须使用相应温度下的缓冲溶液的实际pH值。不同温度下缓冲溶液的pH值数据表可从供应商处得到, 在校正过程中应该使用它。

7.3.3 用蒸馏水冲洗电极并擦干。

7.3.4 将电极放入pH值为7.0的缓冲溶液中。

7.3.5 启动仪器, 等60s使读值稳定(如果仪器读值不恒定, 见7.4.1)。

7.3.6 测定pH值为7的缓冲溶液的温度。

7.3.7 将“温度”旋钮调在此温度上。

7.3.8 用“校正”旋钮将仪器读值置于7.0。

7.3.9 用蒸馏水冲洗电极并擦干。

7.3.10

用pH值为4.0或pH为10.0的缓冲溶液重复7.3.6至7.3.9的操作。如果待测样品是“酸性”的, 则使用pH值为4.0的缓冲溶液;如果待测样品是“碱性”的, 则使用pH值为10.0的缓冲溶液。用“梯度”调节旋钮将仪器的读值分别调至4.0或10.0(如果没有“梯度”调节旋钮, 则用“温度”旋钮将仪器的读值调至4.0或10.0)。

7.3.11

再次用pH为7的缓冲溶液检验仪器。如果读值发生变化，则用“校正”旋钮将读值

7.4.1至7.4.6重新调至7.0。重复7.3.6至7.3.11的操作。如果不能适当地校正仪器，则按

的步骤修复或更换电极。

注:校正用过的缓冲溶液样品应弃掉而不要再使用。仪器每天应该用两种缓冲溶液按7.3.2至7.3.11的步骤校正一次。应该用pH为7的缓冲溶液每3h校正一次。

7.3.12

校正好仪器后，用蒸馏水冲洗电极并擦干。将电极放入待测样品中，并缓慢搅动。等60s,90s以便读值恒定。

7.3.13 在钻井液报表上记录样品的pH值，精确到0.1pH单位，并记录样品的温度。

7.3.14

小心清洗电极以备下次使用。将其存放在pH为4的缓冲溶液瓶中。决不能使电极顶端变干。

7.3.15

关掉仪器并盖好以保护仪器。要避免将仪器存放在极端温度下(低于0?或高于49?)。

7.4 电极维护程序

7.4.1

必须定期清洗电极，特别是玻璃电极或参比电极的多孔玻璃的表面上粘附油或粘土颗粒时，更是如此。要用软毛刷和温和的清洁剂清洗电极。

7.4.2

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

7.4.3

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

7.4.4 按7.3.2至7.3.11的步骤进行校正以检验电极的灵敏度。

7.4.5 如果电极仍不能正常工作，则将电极浸泡在10,NHF?HF溶液中2min(注意:这是剧毒)

的强酸)。重复7.3.2至7.3.11的步骤检验电极的校正能力。

7.4.6 如果上述步骤仍不能修复电极，则要更换电极系统。

8 化学分析

8.1 碱度和石灰含量

8.1.1 概述

8.1.1.1

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m表示)，也可测定滤液的碱度(以下标f表示)。测定碱度所得到的数据也可用于估算钻井液中

3. 氢氧根(OH)、碳酸根(CO)和碳酸氢根(HCO)离子的浓度。 3

8.1.1.2

在许多钻井作业中，为保证适当控制钻井液的化学性能，了解钻井液和滤液的碱度是很重要的。一些钻井液添加剂，特别是有些解絮凝剂，需要在碱性环境中才能有效地发挥作用。这

里有碱度的来源和本质问题。一般认为由氢氧根离子所引起的碱度对钻井液性能是有益的，而由碳酸根和/或碳酸氢根离子所引起的碱度则有不利的影响。

+2,8.1.1.3

引起滤液碱度的离子主要是氢氧根(OH)、碳酸根(CO)和碳酸氢根(HCO)离子。³³重要的是要认识到随着溶液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包括计算按下述步骤所得到的测定结果间的差值，因此，应特别注意在所有操作步骤中对各种试剂必须进行准确的测定。另外，还需认识到，下述计算仅仅是根据化学平衡理论对所报告的各种离子浓度进行估算的。

8.1.1.4

通常钻井液滤液的组分相当复杂，以致于仅根据估算的离子组分对碱度进行解释可能导致错误结论。任何一个特定的碱度值代表在所测定的pH范围内能与酸作用的所有离子。在能引起碱度的无机离子中，除氢氧根、碳酸根和碳酸氢根离子外，还有硼酸根、硅酸根、硫离子及磷酸根等离子。也许在钻井液中更为严重的是阴离子型有机稀释剂、降滤剂以及它们的降解产物可能对碱度值影响很大，并干扰滴定终点的颜色变化。由于这些有机物对M碱度有特别大的影f

响，所以测定用有机稀释剂处理的钻井液时，会产生很大的误差。但是，对一些简单的不含有机稀释剂的膨润土钻井液体系而言，和碱度可作为确定碳酸根和碳酸氢根污染物的存在以及PM_{ff}

为减少这些污染物所需处理的指南。如果有大量有机稀释剂存在，则P/M测定是可疑的，此时_{ff}

应采用P/P方法。 12

8.1.2 仪器和药品

a)硫酸溶液:0.01mol/L标准溶液。

3 b)酚酞指示剂溶液:1g/100cm³50,酒精水溶液。

3 c)甲基橙指示剂溶液:0.1g/100cm³水。

d)pH计(任选)。

注:pH计比指示剂溶液更为准确。

33 e)滴定瓶:100cm³,150cm³，最好是白色的;

33 f)刻度移液管:1cm³、10cm³，各1支。

3 g)移液管:1cm³。

3 h)注射器:1cm³。

i)搅棒。

8.1.3 滤液碱度P、M的测定程序 _{ff}

38.1.3.1 取1cm³或多些的滤液于滴定瓶中。加入2滴或更多的酚酞指示剂溶液。如果指示剂变成粉红色，则用刻度移液管逐滴加入0.01mol/L硫酸并不断搅拌，直至粉红色恰好消失为止。如果样品颜色较深而干扰指示剂颜色变化，则可用pH计测定，pH值降至8.3即为滴定终点(见第7章)。

338.1.3.2 以每单位体积(cm³)滤液所消耗的0.01 mol/L硫酸的体积数(cm³)，记录滤液的酚酞碱

度P。 _f

8.1.3.3

测完P之后的样品中加入2滴,3滴甲基橙指示剂溶液。用刻度移液管逐滴加入标准硫酸并不断搅拌,直至指示剂颜色从黄色变为粉红色为止。也可以用pH计测定pH值降至4.3即达到滴定终点(见第7章)。

8.1.3.4

以每单位体积(cm)滤液到达甲基橙终点所消耗的0.01mol/L硫酸的总体积数(cm)(包括到达P终点所消耗的量),记录滤液的甲基橙碱度M。 ff

8.1.4 钻井液碱度P测定程序 m

8.1.4.1

用注射器或移液管取1.0cm钻井液于滴定瓶中。用25cm,50cm蒸馏水稀释。加入4滴,5滴酚酞指示剂,边搅拌边用0.01mol/L标准硫酸迅速滴定至粉红色消失。如果滴定终点的颜色变化看不清楚,则可用pH计测定pH降至8.3时即达到滴定终点(见第7章)。

注:如果怀疑有水泥污染,则必须尽可能快地滴定,并以粉红色第一次消失为滴定终点记录。

8.1.4.2

以每单位体积(cm)钻井液所消耗的0.01mol/L硫酸的体积数(cm),记录钻井液的酚酞碱度P。 m

8.1.5 P、M的计算 ff

氢氧根、碳酸根和碳酸氢根离子的浓度可按表2估算。

表 2 浓度

CO₃浓度 HCO₃浓度 OH⁻浓度 mg/L mg/L mg/L

0 0 0 1220 PM_{1f}

2P,M 0 1200P 1220(M,2P) fffff

2P,M 0 1200P 0 fff

2P,M 340(2P,M) 1200(M,P) 0 fffff

P, M 340M 0 0 fff

8.1.6 石灰含量的测定程序

8.1.6.1 按8.1.3和8.1.4中所述步骤测定滤液和钻井液的P和P。 fm

8.1.6.2

由液相和固相测定(见第4章)中所得到的水的体积百分数, 按式(17)计算钻井液中

水的体积分

数F: w

.....

(17)

8.1.6.3 石灰含量的计算

记录按式(18)计算得到的以kg/m为单位的钻井液中的石灰含量: 3

$$..... C = 0.742(P, FP)_{Lmwf} (18)$$

式中:F?? 钻井液中的水体积分数; w

V?? 水体积百分数, ; w

3 c?? 钻井液中的石灰含量, kg/m。 L

8.2 碱度测定的替代方法

8.2.1 概述

/回滴法主要是为克服/碱度测定方法(见8.1.1至8.1.5)的局限性的。

所研究的PPPM_{12ff}

P/P回滴法也有其局限性。这两种碱度测定方法的普遍承认的优缺点的比较列于表3中

。 12

表 3 滤液碱度测定方法的对比

方法 优点 缺点

滴定中的干扰; a)传统的方法; a) M_1P/M_{ff} b)一个样品, 滴定二次
b)碳酸氢根测定结果通常太高

a)用三个样品进行三次滴定; 滴定中的干扰 b)碱的测定很关键;

a)消除 M_1P/P_{12} c)使用有毒物质($BaCl_2$)

注:钻井液中碳酸盐总浓度也可用“附录A 水基钻井液的化学分析A.6碳酸盐含量”中所描述的Garrett气体分离方法测定。

8.2.2 P/P碱度测定中所使用的仪器和药品 ¹²

a)盐酸溶液:0.02 mol/L标准溶液。

b)氢氧化钠溶液:0.1 mol/L。 b

c)氯化钡溶液:10, , 用NaOH中和至pH7。

d)酚酞指示剂溶液:1g/100 cm³50,酒精水溶液。

e)去离子水。

f)pH试纸:pH范围为6,12。 f

g)pH计:任选(如在第7章中所述)。

h)滴定瓶:100cm³,150cm³,最好是白色的。

i)移液管:1cm³、2cm³,各1支。

j)滴定管:自动滴定管,25cm³。

k)量筒:25cm³,1个;5cm³或10cm³,1个。

l)搅棒。

8.2.3 P/P碱度测定法程序 ¹²

8.2.3.1 按8.1.3.1和8.1.3.2中所述方法测定P碱度。 f

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/478026125112006054>