ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56946— 2016 (ИСО 13500:2008)

Нефтяная и газовая промышленность

МАТЕРИАЛЫ БУРОВЫХ РАСТВОРОВ

Технические условия и испытания

(ISO 13500:2008, MOD)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Обществом с ограниченной ответственностью «Национальный институт нефти и газа» (ООО «НИНГ») и Обществом с ограниченной ответственностью «Научно-производственным объединением «Химбурнефть» (ООО «НПО «Химбурнефть») на основе русской версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 23 «Нефтяная и газовая промышленность»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 июня 2016 г. № 530-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 13500:2008 «Нефтяная и газовая промышленность. Материалы для приготовления буровых растворов. Технические условия и испытания» (ISO 13500:2008 «Petroleum and natural gas industries — Drilling fluid materials — Specifications and tests», MOD) путем включения дополнительных положений, фраз, слов, ссылок, показателей, их значений и внесения изменений по отношению к тексту применяемого международного стандарта для учета потребности национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации, которые выделены полужирным курсивом (подчеркиванием сплошной горизонтальной линией), а также невключения отдельных структурных элементов, ссылок и дополнительных элементов. Объяснения причин внесения этих изменений и сопоставление структуры стандартов приведены в дополнительных приложениях ДЕ и ДД.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 2
4 Обозначения и сокращения 3
5 Технические характеристики и испытания 4
5.1 Барит 4
5.2 Гематит 10
5.3 Глинопорошок 11
5.4 Полимеры на основе эфиров целлюлозы 15
5.5 Реагенты на основе крахмала 22
5.6 Биополимер микробиологического происхождения (например, ксантановая смола) . . 24
5.7 Смазочные добавки буровых растворов 30
Приложение ДА (рекомендуемое) Метод определения плотности по [1] 36
Приложение ДБ (рекомендуемое) Метод определения массовой доли фракции, диаметр частиц которой не превышает 6 мкм по [1] 37
Приложение ДВ (справочное) Метод определения показателя статической фильтрации суспензии с использованием прибора ВМ-6 42
Приложение ДГ (справочное) Определение коэффициента трения корки на КТК-2 43
Приложение ДД (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта 44
Приложение ДЕ (справочное) Перечень технических отклонений, внесенных в содержание стандарта при его модификации, по отношению к примененному международному стандарту 46
Библиография 50

Введение

В целях добровольного многократного использования настоящий стандарт содержит общие технические характеристики, методы их контроля, единые методы испытаний, требования безопасности, требования к упаковке, маркировке и хранению материалов, применяемых в буровых растворах.

Испытания материалов буровых растворов, предназначенных для применения при строительстве скважин, проводятся с целью подтверждения их соответствия техническим характеристикам настоящего стандарта.

Настоящий стандарт может быть использован для проведения входного контроля показателей качества в целях подтверждения заявленных производителем характеристик.

Как для любой другой лабораторной процедуры, связанной с использованием потенциально опасных химических веществ, предполагается, что пользователь обладает соответствующими знаниями, прошел подготовку по использованию и утилизации данных химических реагентов. Пользователь несет ответственность за соблюдение всех применимых местных, региональных и государственных требований по охране здоровья и безопасности персонала, а также ответственность за соблюдение требований к защите окружающей среды.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Нефтяная и газовая промышленность

МАТЕРИАЛЫ БУРОВЫХ РАСТВОРОВ

Технические условия и испытания

Petroleum and natural gas industries. Drilling fluid materials. Specifications and tests

Дата введения — 2016—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт содержит технические характеристики материалов буровых растворов и правила применения методов лабораторных испытаний физико-химических и технологических характеристик компонентов буровых растворов для нефтяных и газовых скважин.

Настоящий стандарт предназначен для применения изготовителями материалов буровых растворов. Также стандарт рекомендуется к применению испытательными лабораториями и организациями, связанными с испытанием и контролем качества используемых компонентов буровых растворов при строительстве и ремонте скважин и для проведения входного контроля показателей качества, заявленных производителем.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 83 Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия

ГОСТ 342 Реактивы. Натрий дифосфат 10-водный. Технические условия

ГОСТ 450 Кальций хлористый технический. Технические условия

ГОСТ 1277 Реактивы. Серебро азотнокислое. Технические условия

ГОСТ 3118 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 3770 Реактивы. Аммоний углекислый. Технические условия

ГОСТ 3773 Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия

ГОСТ 4204 Реактивы. Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4209 Реактивы. Магний хлористый 6-водный. Технические условия

ГОСТ 4233 Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия

ГОСТ 4328 Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 4461 Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 4682 Концентрат баритовый. Технические условия

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10163 Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия

ГОСТ 14192 Маркировка грузов

Издание официальное

ГОСТ 14870 Продукты химические. Методы определения воды

ГОСТ 14919 Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия

ГОСТ 15846 Продукция, отправляемая в районы Крайнего Севера и приравненные к ним местности. Упаковка, маркировка, транспортирование и хранение

ГОСТ 19652 Спирты синтетические первичные жирные фракции С(7)—С(9). Технические условия

ГОСТ 20799 Масла индустриальные. Технические условия

ГОСТ 22524 Пикнометры стеклянные. Технические условия

ГОСТ 24598 Руды и концентраты цветных металлов. Ситовый и седиментационный методы определения гранулометрического состава

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 25796.0 Сырье глинистое в производстве глинопорошков для буровых растворов. Общие требования к методам испытаний

ГОСТ 25796.1 Сырье глинистое в производстве глинопорошков для буровых растворов. Метод определения выхода глинистого раствора

ГОСТ 25796.3 Сырье глинистое в производстве глинопорошков для буровых растворов. Метод определения массовой доли песчаной фракции

ГОСТ 27067 Реактивы. Аммоний роданистый. Технические условия

ГОСТ 27068 Реактивы. Натрий серноватистокислый (натрия тиосульфат) 5-водный

ГОСТ 30240.5 Концентрат баритовый. Метод определения плотности

ГОСТ 30240.7 Концентрат баритовый. Метод определения pH водной вытяжки

ГОСТ Р 52108 Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Основные положения

ГОСТ Р 53228 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 55064 Натр едкий технический. Технические условия

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 квартование: Способ отбора проб сыпучих тел для химического анализа, который состоит в том, что отобранная проба смешивается, рассыпается ровным слоем, делится накрест на 4 части (квартуется) для обеспечения однородности проб.

3.2 волюметр Ле Шателье: Прибор (колба) для определения истинной плотности порошкообразных веществ.

3.3 навеска: Минимально необходимое количество материала пробы данного вещества, поступающее на анализ.

3.4 эксикатор: Сосуд, в котором поддерживается определенная влажность воздуха (обычно близкая к нулю), изготовленный из толстого стекла или пластика.

3.5 колба Эрленмейера: Коническая колба с цилиндрическим горлышком.

***3.6 pH-метр-милливольтметр:** Прибор для осуществления измерений активности ионов водорода и восстановительно-окислительного потенциала.*

***3.7 волюметр:** Прибор для определения объема материала, объем которого не может быть определен погружением его в воду и измерением вытесненного объема воды.*

***3.8 вискозиметр ротационный:** Прибор для определения динамической или кинематической вязкости вещества.*

***3.9 палыгорскит или аттапульгит:** Солестойкие глинопорошки, состоящие из глинозем истых материалов и применяемые в качестве структурообразующего компонента сильно минерализованных буровых растворов.*

***3.10 показатель статической фильтрации:** Величина, косвенно характеризующая способность бурового раствора отфильтровываться через стенки ствола скважины.*

***3.11 статическое напряжение сдвига:** Минимальное касательное напряжение сдвига, при котором начинается разрушение структуры в покоящемся буровом растворе.*

***3.12 сертификат соответствия:** Документ, удостоверяющий соответствие объекта требованиям технических регламентов, положениям стандартов или сводов правил.*

4 Обозначения и сокращения

В настоящем стандарте используются следующие обозначения и сокращения:

ПДНС** — **Предельное динамическое напряжение сдвига, дПа;

КМЦ** — **Карбоксиметилцеллюлоза;

ПАЦ** — **Полианионная целлюлоза;

ОЭЦ** — **Оксиэтилцеллюлоза;

ГЭЦ** — **Гидроксиэтилцеллюлоза;

КМОЭЦ** — **Карбоксиметилоксиэтилцеллюлоза;

Ф** — **показатель статической фильтрации (на ВМ-6 при 0,1 МПа), см^3;

П** — **массовая доля песчаной фракции, %;

B_c — отрезок, отсекаемый от координатной оси кривой поправок ареометра;

b — отношение предельного динамического напряжения сдвига к пластической вязкости;

D_1 — эквивалентный диаметр частиц, незначительно отличающийся от 6 мкм в большую сторону;

D_2 — эквивалентный диаметр частиц, незначительно отличающийся от 6 мкм в меньшую сторону;

D_e — эквивалентный сферический диаметр, мкм;

K_S — константа образца;

L — эффективная глубина (ареометра), см;

M_c — наклон кривой поправок ареометра;

m — масса образца, выражаемая в граммах;

m_x — масса остатка, выражаемая в граммах;

R — показания ареометра;

R_{600} — показание шкалы вискозиметра при 600 мин$^{-1}$;

R_{300} — показание шкалы вискозиметра при 300 мин$^{-1}$;

t — время, мин;

T — титр раствора трилона Б по кальцию, г/см^3;

V — объем, см^3;

V_1 — начальный объем, см^3;

V_2 — конечный объем, см^3,

W — массовая доля влаги, %;

w_1 — массовая доля остатка частиц, диаметр которых превышает 75 мкм, %;

w_2 — кумулятивная процентная доля частиц, диаметр которых незначительно отличается от 6 мкм в большую сторону;

w_3 — кумулятивная процентная доля частиц, диаметр которых незначительно отличается от 6 мкм в меньшую сторону;

w_4 — кумулятивная процентная доля частиц, диаметр которых меньше 6 мкм;

w_5 — массовая доля остатка частиц, диаметр которых превышает 45 мкм, %;

w_6 — массовая доля влаги, %;

w_a — кумулятивная процентная доля;

X — массовая доля вещества, %;

θ — температура суспензии, °С;

η — вязкость воды, мПа·с;

η_p — пластическая вязкость, мПа·с;

η_γ — ПДНС, фунт на 100 кв. футов (коэф. пересчета 4,788 в дПа);

γ — ***степень замещения по карбоксильным группам.***

5 *Технические характеристики и испытания*

5.1 Барит

5.1.1 Общая часть

Настоящий стандарт распространяется на марочный барит для буровых растворов. Барит производится из промышленных руд, содержащих сульфат бария, используется в нефтегазодобывающей и геологоразведочной отраслях промышленности для приготовления утяжелителя или в качестве утяжелителя буровых растворов. Баритовые утяжелители применяются для приготовления утяжеленных буровых растворов при строительстве эксплуатационных и разведочных скважин, как правило, с коэффициентом аномальности пластового давления от 1,30 до 1,95.

Он может содержать побочные минералы, не являющиеся минералом сульфата бария ($BaSO_4$). Из-за минеральных примесей промышленный барит может иметь разный цвет, а именно, белый, серый и красный или коричневый. Обычными побочными минералами являются силикаты, например, кварц и кремнистый сланец, соединения карбонатов, такие как сидерит и доломит, а также окислы металлов и сульфидные соединения.

5.1.2 Технические характеристики

Барит, применяемый для буровых растворов, должен соответствовать следующим техническим характеристикам, приведенным в таблице 1.

Таблица 1— Технические характеристики барита

Наименование показателя	*Значение*	*Метод определения*
1 Плотность, г/см^3, не менее	4,0—4,2	***ГОСТ 30240.5, приложение ДА***
2 pH водной вытяжки при 10 %-ном содержании твердой фазы	***6—8***	***ГОСТ 30240.7***
3 Массовая доля водорастворимых солей, %, в том числе водорастворимого кальция, не более	0,05	***ГОСТ 4682***
4 Массовая доля остатка, диаметр частиц которого превышает 75 мкм, %, не более	3	***Пункт 5.1.3.5***
5 Массовая доля остатка, диаметр частиц которого не превышает 6 мкм, %, не более	30	***ГОСТ 4682, приложение ДБ***
6 Массовая доля сернокислого бария, %, не менее	***80***	***ГОСТ 4682***

5.1.3 *Методы испытаний*

5.1.3.1 Метод определения плотности

Метод основан на измерении объема керосина, вытесняемого точной навеской баритового концентрата, с помощью волюметра Ле Шателье.

Реагенты и аппаратура

Волюметр Ле Шателье.

Эксикатор с использованием сульфата кальция или равноценного вещества в качестве осушителя ***по ГОСТ 25336***.

Ванна с постоянной температурой, прозрачная, регулируемая с точностью до ± 0,1 °С.

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданной температуры от 100 до 110 °С, с погрешностью ± 2 °С ***по ГОСТ 14919***.

Весы ***лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228.***

Чашка для взвешивания, низкая, с носиком, вместимостью 100 см^3.

Увеличительное стекло с 2-кратным и более увеличением.

Пипетка, мерная, вместимостью 10 см^3.

Абсорбирующая бумага.

Керосин осветительный или уайт-спирит.

Проведение испытания

Волюметр заполняют керосином до нижней метки, помещают в ванну с водой, имеющей температуру 20 °С, и выдерживают до тех пор, пока керосин не примет температуру воды (1 ч). Если при этом уровень керосина поднимется выше или опустится ниже нижней метки, то нужно соответственно убрать избыток керосина полоской фильтровальной бумаги либо долить керосин до метки. Затем навеску баритового концентрата, высушенного до постоянной массы при 110 °С, массой 100 г небольшими порциями насыпают при легком встряхивании в волюметр до тех пор, пока уровень жидкости не поднимется до верхней метки или до деления ниже этой метки в пределах градуированной части.

Волюметр поворачивают вокруг вертикальной оси до полного прекращения выделения пузырьков воздуха и затем снова выдерживают в сосуде с водой до тех пор, пока уровень керосина в волюметре перестанет изменяться. Отсчет уровня керосина до и после высыпания навески производят по нижнему мениску. Остаток навески после заполнения волюметра снова взвешивают.

Обработка результатов

Плотность ρ, г/см^3, вычисляют по формуле

$$\rho = \frac{m - m_1}{V}, \qquad (1)$$

где m_1 — масса остатка баритового концентрата после заполнения волюметра, г;

V — объем керосина, вытесненный баритовым концентратом, см^3;

m — масса навески пробы, г.

Примечание — Возможно проведение испытания по приложению ДА.

5.1.3.2 *Метод определения pH водной вытяжки*

Метод основан на измерении pH водной вытяжки, после обработки навески баритового концентрата водой, потенциометрическим анализом или при помощи индикаторных бумаг. Определение pH водной вытяжки проводят на двух параллельных навесках.

Реагенты и аппаратура

pH-метр с диапазоном измерения 0—14 pH с ценой деления шкалы 0,05 pH.

Универсальная индикаторная бумага.

Фильтры бумажные обеззоленные «Синяя лента».

Коническая колба вместимостью 250 см^3.

Кислота соляная х.ч. по ГОСТ 3118, раствор с объемной долей 3 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Проведение испытания

Посуду, применяемую для анализа, обрабатывают горячим раствором соляной кислоты, затем тщательно промывают водой.

Навеску баритового концентрата массой 10 г помещают в колбу вместимостью 250 см^3 и прибавляют 90 см^3 воды. Колбу закрывают пробкой и содержимое ее сильно встряхивают в течение 1 мин.

Суспензии дают отстояться в течение 10 мин, затем фильтруют через двойной фильтр «Синяя лента».

Определяют значение pH фильтрата по окраске индикаторной бумаги или с помощью pH-метра.

Допустимые расхождения между двумя параллельными измерениями, полученными с помощью pH-метра, не должны превышать 0,10 pH. За окончательный результат анализа принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений, округленное до первого десятичного знака.

5.1.3.3 Метод определения массовой доли водорастворимых солей, на примере кальция

Метод определения водорастворимого кальция основан на титровании кальция трилоном Б в щелочной среде в присутствии индикатора хромового темно-синего.

Реагенты и аппаратура

Шкаф сушильный, обеспечивающий поддержание заданной температуры от 100 до 110 °С, с погрешностью ± 2 °С по ГОСТ 14919.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228.

Чашка фарфоровая по ГОСТ 9147.

Фильтры бумажные обеззоленные «Синяя лента».

Индикаторная бумага.

Кислота соляная х.ч. по ГОСТ 3118.

Аммиак водный.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Титрант трилон Б.

Натрий хлористый, х.ч. по ГОСТ 4233.

Натрия гидроокись, х.ч. по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 4 %.

Цинк, не ниже марки Ц1 или цинк металлический гранулированный.

Стандартный раствор цинка: 1,0 г цинка помещают в коническую колбу вместимостью 500 см^3, добавляют от 10 до 15 см^3 воды и небольшими порциями, по 5 см^3, соляную кислоту до полного растворения металла, затем еще 40 см^3. Раствор нагревают до кипения, охлаждают и переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, разбавляют до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора содержит 1 мг цинка.

Проведение испытаний

Буферный раствор с pH 9,5—10: 54 г хлористого аммония растворяют в 200 см^3 воды, к полученному раствору добавляют 350 см^3 аммиака, доводят объем раствора водой до 1 дм^3 и перемешивают.

Хромовый темно-синий, индикатор: смесь индикатора с хлористым натрием в соотношении 1:1 тщательно растирают в ступке.

Соль динатриевая этилендиамин — N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б), раствор 0,0125 моль/дм^3, готовят разбавлением водой раствора 0,05 моль/дм^3 или следующим образом: 4,6 г трилона Б растворяют в воде, если раствор мутный, его фильтруют, разбавляют водой до 1 дм^3 и перемешивают. Для установки титра раствора трилона Б (Т) по кальцию 5,0 см^3 стандартного раствора цинка помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, добавляют 100 см^3 воды и нейтрализуют аммиаком по индикаторной бумаге конго красный (pH около 5). Затем добавляют от 10 до 15 см^3 буферного раствора, индикаторной смеси хромового темно-синего на кончике шпателя и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из розовой в синюю.

Титр раствора трилона Б по кальцию, Т, г/см^3, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m \cdot 0{,}6130}{V}, \qquad (2)$$

где m — *масса навески цинка, соответствующая аликвотной части стандартного раствора цинка, г;*

$0{,}6130$ — *коэффициент пересчета цинка на кальций;*

V — *объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3.*

Навеску барита массой 20,00 г помещают в стакан вместимостью 600 см^3, наливают 300 см^3 воды, тщательно перемешивают, нагревают до кипения и кипятят в течение 10 мин.

После охлаждения смесь переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, разбавляют водой до метки и перемешивают. После отстаивания и осветления содержимое колбы фильтруют через тампон из фильтробумажной массы или четыре слоя плотного фильтра типа «синяя лента» под вакуумом в коническую колбу вместимостью 500 см^3.

Для определения водорастворимого кальция пипеткой отбирают 100 см^3 полученного фильтрата, в коническую колбу вместимостью 250 см^3, прибавляют 20 см^3 раствора гидроокиси натрия, индикатора хромового темно-синего на кончике шпателя и титруют кальций раствором трилона Б до перехода окраски раствора из розовой в сиренево-синюю.

Массовую долю водорастворимого кальция, X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m} \qquad (3)$$

где V — объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см^3;

T — титр раствора трилона Б по кальцию, г/см^3;

m — масса навески пробы, соответствующая аликвотной части раствора, г.

5.1.3.4 *Метод определения массовой доли сернокислого бария*

Реагенты и аппаратура

Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228.
Колбы конические вместимостью 250 см^3, 500 см^3.
Тигли платиновые.
Тигли фарфоровые.
Стаканы В-1-25 (250, 600) ТХС.
Стакан вместимостью 250 см^3.
Фильтры обеззоленные «Белая лента» и «Синяя лента».
Электропечь муфельная, обеспечивающая температуру до 1000 °С.
Кислота серная, х.ч. по ГОСТ 4204, 10 %-ный раствор.
Кислота соляная, х.ч. по ГОСТ 3118, разбавленная 1:1 и 1:100.
Калий / натрий углекислый по ГОСТ 83 безводный 2-го сорта.
Натрий углекислый / аммоний углекислый безводный по ГОСТ 3770, х.ч., 1 %-ный раствор.
Серебро азотнокислое, х.ч. по ГОСТ 1277, 2 %-ный раствор.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
Натрий хлористый, х.ч. по ГОСТ 4233.
Кислота азотная, х.ч по ГОСТ 4461.
Аммоний роданистый по ГОСТ 27067, раствор с массовой долей 25 %.

Проведение испытаний

0,5 г баритового концентрата, взвешенного с погрешностью не более 0,0002 г, помещают в коническую колбу или стакан вместимостью 250 см^3, прибавляют от 10 до 15 см^3 соляной кислоты, нагревают 5 мин, добавляют от 3 до 5 см^3 азотной кислоты и кипятят от 5 до 10 мин. Вносят около 1 г хлористого натрия, выпаривают раствор почти досуха. Приливают 5 см^3 соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. К остатку прибавляют 5 см^3 соляной кислоты, нагревают 2 мин, добавляют 100 см^3 воды, кипятят 5 мин и охлаждают в проточной воде в течение 1 ч.

Содержимое колбы фильтруют через фильтр «Синяя лента», уплотненный фильтробумажной массой. Фильтр с осадком промывают раствором соляной кислоты, разбавленной 1:100, до отрицательной реакции на трехвалентное железо (проба с роданистым аммонием). Осадок с фильтром переносят в платиновый тигель, сушат, озоляют и прокаливают при 700 °С. Прокаленный осадок перемешивают с 5 г углекислого калия, покрывают сверху 1 г этого же реактива и сплавляют в муфельной печи при 900 °С до полного расплавления смеси.

Остывший тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 100 см^3 горячей воды и нагревают до полного выщелачивания плава и превращения его в тонкий порошок.

Тигель обмывают горячей водой. Осадок углекислых солей отфильтровывают на фильтр «Белая лента», уплотненный фильтробумажной массой, промывают 4—5 раз го-

рячим 1 %-ным раствором углекислого натрия или аммония, затем 3—4 раза горячей водой. Осадок с фильтра смывают горячей водой в стакан, где проводилось выщелачивание, и растворяют в 10 см^3 соляной кислоты 1:1 при нагревании. Раствор фильтруют через тот же фильтр в чистую коническую колбу вместимостью 500 см^3 или стакан вместимостью 600 см^3. Фильтр промывают 8—10 раз горячей водой. Фильтрат, объем которого должен быть от 250 до 300 см^3, нагревают до кипения, прибавляют 10 см^3 горячего раствора серной кислоты и кипятят в течение 5 мин до коагуляции осадка. Раствор с осадком сульфата бария оставляют на теплом месте при 70 °С от 2 до 3 ч или при 20 °С не менее чем на 12 ч. Затем осадок отфильтровывают на фильтр «Синяя лента», уплотненный фильтробумажной массой; осадок на фильтре промывают теплой водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с азотнокислым серебром).

Фильтр с осадком переносят во взвешенный фарфоровый тигель, осторожно, без воспламенения, озоляют и прокаливают в муфельной печи при 850 °С в течение 30 мин. Тигель с осадком охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Для обработки результатов испытания необходимо проведение двух независимых анализов и двух параллельных определений с дальнейшим сравнением полученных данных согласно таблице 2.

Обработка результатов

Массовую долю сернокислого бария, X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m} \qquad (4)$$

где m_1 — масса прокаленного осадка, г;

m — масса навески баритового концентрата, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений. Разность между результатами параллельных определений и двух независимых анализов не должна превышать допускаемых расхождений, приведенных в таблице 2.

Таблица 2 — Допускаемое расхождение, %, между результатами

Массовая доля сернокислого бария, %	Допускаемое расхождение, %, между результатами	
	параллельных определений	двух анализов
От 75 до 80 включ.	0,5	0,7
От 80 до 90	0,6	0,8
Более 90	0,6	0,9

5.1.3.5 Метод определения массовой доли фракции, диаметр частиц которой более 75 мкм

Реагенты и аппаратура

Шкаф сушильный ***по ГОСТ 14919***, обеспечивающий поддержание заданной температуры от 100 до 110 °С, с погрешностью ± 2 °С.

Эксикатор с использованием сульфата кальция или равноценного вещества в качестве осушителя.

Весы ***лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228***.

Мешалка.

Контейнер вместимостью 500 см^3.

Сетчатый фильтр с диаметром отверстий 75 мкм, приблизительные размеры которого составляют: диаметр 76 мм и расстояние от верхней части рамы до проволочной ткани 69 мм.

Распылительная насадка, прикрепляемая к водоводу с коленчатым патрубком под углом 90°.

Регулятор давления воды, регулирующий давление до 69 кПа ± 7 кПа.

Выпарная чашка или равноценная по назначению посуда.

Промывалка.

Гексаметафосфат натрия.

Проведение испытаний

Взвешивают 50 г сухого барита. Добавляют взвешенный образец в приблизительно 350 см^3 воды, содержащей порядка 0,2 г гексаметафосфата натрия. Перемешивают с помощью мешалки в течение 5 мин.

Переносят образец в сетчатый фильтр с отверстиями диаметром 75 мкм. Используют промывалку для удаления всех материалов из контейнера в сетчатый фильтр. Промывают материал на сетчатом фильтре водой из распылительной насадки, давление которой соответствует 690 кПа ± 35 кПа, в течение 2 мин. Во время промывания держат наконечник распылительной насадки в плоскости верхней части сетчатого фильтра и перемещают струю воды над образцом.

Смывают остаток из сетчатого фильтра в тарированную выпарную чашку и декантируют избыточную прозрачную воду.

Высушивают остаток в печи до постоянной массы. Записывают значение массы остатка m_2 и полное время высушивания.

Обработка результатов

Массовую долю остатка, состоящего из частиц диаметром более 75 мкм, W_1, %, вычисляют по формуле

$$W_1 = 100\left(\frac{m_2}{m}\right), \quad (5)$$

где m — масса образца сухого барита, г;

m_2 — масса высушенного остатка, г.

5.1.3.6 *Метод определения массовой доли фракции, диаметр частиц которой не превышает 6 мкм*

Реагенты и аппаратура

Цилиндр мерный вместимостью 1 дм^3, на стенку которого наносят две метки: первую — на расстоянии 5 см от дна, вторую — на расстоянии 30 см от первой метки.

Чашка фарфоровая.

Проведение анализа

В цилиндр помещают продукт, прошедший сквозь сито при определении остатка после просева по ГОСТ 24598, наполняют его водой до второй метки и перемешивают в течение 5 мин, следя за тем, чтобы перемешивание происходило по всей высоте жидкости.

Время, которое необходимо, чтобы отстоялась суспензия, t, мин, вычисляют по формуле

$$t = \frac{300}{545 \cdot 0{,}006^2(\rho - 1)}, \quad (6)$$

где 300 — высота столба жидкости в цилиндре, мм;

545 — постоянная величина;

0,006 — диаметр определяемых частиц, мкм;

ρ — плотность баритового концентрата, г/см^3.

Погрузив сифон в цилиндр до нижней метки, сливают жидкость с неосевшими частицами. Цилиндр снова наполняют водой до верхней метки и повторяют отмучивание до полного осветления слива.

Остаток на дне сосуда переносят в предварительно высушенную при 110 °С фарфоровую чашку и высушивают его до постоянной массы при той же температуре, охлаждают и взвешивают с погрешностью не более 0,01 г.

Обработка результатов

Массовую долю фракции 6 мкм X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m - m_1 - m_2) \cdot 100}{m}, \quad (7)$$

где m_1 — масса остатка на сетке после просева по ГОСТ 24598, г;

m_2 — масса материала, оставшаяся после отмучивания, г;

m — масса навески пробы, взятая при определении остатка после просева по ГОСТ 24598, г.

Примечание — Испытания можно проводить по приложению ДБ.

5.1.4 *Требования безопасности*

Баритовый концентрат относится к малоопасным продуктам, так как содержит до 95 % сернокислого бария в виде минерала барита и до 4,5 % кристаллической двуокиси кремния, относящихся к 4 классу опасности.

Вид опасности — фиброгенное действие на организм.

Пыль баритового концентрата поступает в организм человека через органы дыхания и желудочно-кишечный тракт и вызывает профессиональное заболевание легких — пневмокониоз.

Барит и двуокись кремния в воде практически нерастворимы.

Баритовый концентрат не образует в присутствии других веществ или факторов токсичных соединений в воздушной среде и сточных водах.

Баритовый концентрат пожаровзрывобезопасен.

Каждый работающий с баритовым концентратом должен пройти инструктаж по [4].

5.1.5 *Требования к упаковке и хранению*

Барит должен поставляться в упаковке, исключающей проникновение влаги при транспортировке и хранении по ГОСТ 15846.

При отгрузке должна быть предусмотрена маркировка тары с указанием массы, даты изготовления и условий (температуры), срока хранения. Маркировка наносится в соответствии с требованиями ГОСТ 14192.

5.2 Гематит

5.2.1 Общая часть

Марочный гематит (железистый утяжелитель) применяется для приготовления буровых растворов с плотностью до 2,5 г/см^3, производится из промышленных руд и может производиться из отдельной руды или смесей гематитных руд. Гематитные руды могут являться продуктом, полученным прямой добычей, или обработанным материалом. Небольшие количества обычных побочных минералов, исключая минерал оксида железа (Fe_2O_3), включают диоксид кремния, оксид алюминия, оксид кальция и оксид магния.

5.2.2 *Технические характеристики*

Гематит, применяемый для буровых растворов, должен соответствовать следующим техническим характеристикам, указанным в таблице 3.

Таблица 3 — Технические характеристики гематита

Наименование показателя	*Значение*	*Метод определения*
1 Плотность, г/см^3, не менее	5,05	***Пункт 5.1.3.1***
2 Остаток, размер частиц которого превышает 75 мкм, %, не более	1,5	***Пункт 5.1.3.5***
3 Частицы, эквивалентный сферический диаметр которых менее 6 мкм, %, не более	15	***Пункт 5.1.3.6, приложение ДБ***

5.2.3 *Требования безопасности*

Гематит, применяемый для буровых растворов, относится к малоопасным продуктам. Гематит не образует в присутствии других веществ или факторов токсичных соединений в воздушной среде и сточных водах.

Вид опасности — фиброгенное действие гематитовой пыли на легкие, характеризующееся развитием фиброзных изменений в результате длительного ингаляционного воздействия.

Каждый работающий с гематитом должен пройти инструктаж по [4].

5.2.4 *Требования к упаковке и хранению*

Гематит должен поставляться в упаковке, исключающей проникновение влаги при транспортировке и хранении по ГОСТ 15846.

При отгрузке должна быть предусмотрена маркировка тары с указанием массы, даты изготовления и условий (температуры), срока хранения. Маркировка наносится в соответствии с требованиями ГОСТ 14192.

Хранение должно осуществляться в соответствии с требованиями ГОСТ 15846.

5.3 *Глинопорошок*

5.3.1 Общая часть

Настоящий стандарт распространяется на бентонитовые, модифицированные и палыгорскитовые глинопорошки для приготовления буровых растворов при строительстве скважин. Стандарт устанавливает технические требования к глинопорошкам, методы их контроля (испытаний) и может быть также использован для проведения входного контроля качества.

Глинопорошки условно классифицируются на три группы: модифицированные; бентонитовые; палыгорскитовые (аттапульгитовые).

Марочный бентонит для буровых растворов представляет собой природную глину, содержащую монтмориллонит. Он также может содержать побочные минералы, например кварц, слюду, полевой шпат и кальцит.

Модифицированный глинопорошок представляет собой монтмориллонитовую глину и ограниченное содержание модифицирующих добавок — кальцинированной соды, высокомолекулярных соединений акрилового ряда, полимеров и других, улучшающих качество суспензии.

Палыгорскитовые глинопорошки и аттапульгитовая глина представляют собой природную глину для буровых растворов, также могут содержать побочные минералы, например кварц, полевой шпат и кальцит. Предназначены для строительства скважин в условиях залегания солей и рапопроявлений. Выполняют роль структурообразователя высокоминерализованных буровых растворов.

5.3.2 *Технические характеристики*

Глинопорошки для приготовления буровых растворов должны соответствовать следующим техническим характеристикам из таблицы 4.

Таблица 4 — Технические характеристики глинопорошков

Наименование технического показателя	*Норма для глинопорошка*			*Метод определения*
	бентонитового	*модифицированного*	*палыгорскитового* / *аттапульгитового*	
1 Выход глинистого раствора с вязкостью 20 мПа·с, $м^3/т$, более	***12***	***20***	***8***	***ГОСТ 25796.1***
2 Угол закручивания пружины ротационного вискозиметра при скорости вращения 600 $мин^{-1}$, град., не менее	30	***30***	***30***	***Пункт 5.3.3.2***
3 Пластическая вязкость, мПа·с	5—10	***10—12***	***4—6***	***Пункт 5.3.3.2***
4 Отношение предельного динамического напряжения сдвига к пластической вязкости, не более	3	***6***	***2***	***Пункт 5.3.3.2***
5 Показатель статической фильтрации, $см^3$, не более	15	***10***	—	***Пункт 5.3.3.3***
6 Содержание частиц диаметром более 75 мкм, %, не более	4	***2,5***	***8***	***Пункт 5.3.3.4***
7 Массовая доля песчаной фракции, %, не более	***10***	—	***10***	***ГОСТ 25796.3***

5.3.3 *Методы испытаний*

5.3.3.1 *Метод определения выхода глинистого раствора*

Реагенты и аппаратура

Вискозиметр ротационный с прямой индикацией, например вискозиметр ZM-1001 (ООО НПК «ЗИП-Магнитоника») или вискозиметр FANN модель 35А (Fann Instrument Company) (приборы неутвержденного типа).

Мешалка, со скоростью вращения более 11000 мин$^{-1}$.

Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228.

Колбы конические с притертыми пробками вместимостью 500 см^3.

Шкаф сушильный по ГОСТ 14919, обеспечивающий поддержание заданной температуры от 100 до 110 °С, с погрешностью ± 2 °С.

Палочка стеклянная длиной около 30 см.

Натрий хлористый, х.ч. по ГОСТ 4233, насыщенный раствор плотностью 1,20 г/см^3.

Октиловый спирт по ГОСТ 19652.

Проведение испытаний

В стаканы смесительной установки заливают по 400 см^3 холодной воды. В стаканы вводят раздельно бентонитовую глину массой 25, 34, 52, 86 г в расчете на высушенное при 110 °С вещество. Перемешивают палочкой и закрепляют стаканы в смесительной установке. Суспензии перемешивают в течение 20 мин.

После перемешивания каждую суспензию переливают раздельно в конические колбы, закрывают пробками и оставляют от 16 до 20 ч. Далее суспензии взбалтывают в колбах, переливают каждую в стаканы смесительной установки и перемешивают 15 мин.

Примечание —Исследование палыгорскитовой и аттапульгитовой глины проводят в насыщенном растворе хлористого натрия. Для этого в стаканы смесительной установки наливают по 400 см^3 насыщенного раствора хлористого натрия. В стаканы вводят раздельно палыгорскитовую глину, подготовленную по ГОСТ 25796.0, массой 20, 25, 34, 52, 86 г в расчете на высушенное при 110 °С вещество. Стаканы закрепляют в смесительной установке и перемешивают суспензии в течение 30 мин.

По окончании перемешивания в каждый стакан добавляют по 2—3 капли октилового спирта, перемешивают палочкой, дают постоять 10 мин до прекращения заметного выделения пузырьков воздуха, переливают суспензии в конические колбы, закрывают пробками и оставляют на 20 ч. Затем суспензии взбалтывают в колбах, переливают раздельно в стаканы смесительной установки и перемешивают в течение 15 мин. При наличии пены добавляют еще по 2—3 капли октилового спирта, перемешивают палочкой и дают постоять 10 мин. Приготовленную суспензию заливают в контейнер ротационного вискозиметра до риски, нанесенной на его внутренней стенке, перемешивают при частоте вращения 600 мин$^{-1}$ до достижения устойчивого показания шкалы прибора и снимают показания шкалы ротационного вискозиметра.

Если при раскручивании суспензии в течение 3 мин в вискозиметре при частоте вращения 600 мин$^{-1}$ показания шкалы прибора более 200, испытание следует прекратить, не дожидаясь устойчивого показания шкалы прибора, так как величина показания заведомо больше 80.

За окончательный результат испытания принимают выход глинистого раствора в соответствии с таблицей 5.

Таблица 5 — Определение выхода глинистого раствора

Показания ротационного вискозиметра	*Масса навески глины, г*					*Выход раствора, м^3/т*
	20	*25*	*34*	*52*	*86*	
Угол закручивания по шкале, град.	*≥80*	*>80*	*>80*	*>80*	*>80*	*Свыше 20*
	<80	*≥80*	*>80*	*>80*	*>80*	*От 16,0 до 19,5*
	<80	*<80*	*≥80*	*>80*	*>80*	*От 12,0 до 15,5*
	<80	*<80*	*<80*	*≥80*	*>80*	*От 8,0 до 11,5*
	<80	*<80*	*<80*	*<80*	*≥80*	*От 5,0 до 7,5*
	<80	*<80*	*<80*	*<80*	*<80*	*До 4,5*

5.3.3.2 Метод определения пластической вязкости и ПДНС

Реагенты и аппаратура

Вискозиметр ротационный с прямой индикацией, ***например вискозиметр ZM-1001 (ООО НПК «ЗИП-Магнитоника») или вискозиметр FANN модель 35А (Fann Instrument Company) (приборы неутвержденного типа)***.

Термометр с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 50 °С, цена деления 0,5 °С.

Весы ***лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228***.

Мешалка.

Контейнер с крышкой, вместимостью 500 см^3.

Палочка стеклянная длиной 30 см, диаметром до 1 см.

Дистиллированная вода ***по ГОСТ 6709***.

Проведение испытаний

Готовят суспензию бентонита. Добавляют 22,5 г глины к 350 см^3 дистиллированной воды при перемешивании на мешалке. После перемешивания в течение 5 мин удаляют контейнер из мешалки и скоблят его стороны лопаточкой для удаления бентонита, прилипшего к стенкам контейнера. Необходимо убедиться в том, что весь бентонит, прилипший к лопаточке, добавлен в суспензию.

Возвращают контейнер в мешалку и продолжают операцию перемешивания. Может возникнуть необходимость в удалении контейнера из мешалки и очистке его стенок от глины, прилипшей к ним, по завершении вторых 5 мин или спустя 10 мин. Полное время перемешивания должно составлять 20 мин. Выдерживают суспензию бентонита в течение 16 ч в герметизированном контейнере или в контейнере, закрытом крышкой, при комнатной температуре или в устройстве, в котором поддерживается постоянная температура. По завершении операции выдерживания бентонита хорошо встряхивают суспензию и сливают ее в контейнер мешалки. Перемешивают суспензию в течение 5 мин.

Наливают суспензию в чашку вискозиметра, поставляемую вместе с вискозиметром прямого считывания. Показания на шкале вискозиметра при скоростях вращения ротора 600 мин$^{-1}$ и 300 мин$^{-1}$ должны записываться при достижении постоянного значения для каждой из приведенных скоростей вращения ротора. Показания должны считываться при температуре суспензии, равной 25 °С.

Вычисления

Пластическую вязкость, η_p, мПа·с, вычисляют по формуле 8, ПДНС, η_y, дПа, вычисляют по формуле 9, а отношение ПДНС к пластической вязкости, b, по формуле 10

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

$$\eta_y = R_{300} - \eta_p, \quad (9)$$

$$b = \frac{\eta_y}{\eta_p}, \quad (10)$$

где R_{600} —показание по шкале вискозиметра при скорости вращения 600 мин$^{-1}$;

R_{300} —показание по шкале вискозиметра при скорости вращения 300 мин$^{-1}$.

Для перевода единиц измерений ПДНС, η_y — фунт на 100 кв. футов, полученных на вискозиметре с прямой индикацией по методике API, в единицы величин системы СИ — дПа применяется коэффициент пересчета — 4,788 дПа.

5.3.3.3 Метод определения показателя статической фильтрации суспензии при низком давлении

Реагенты и аппаратура

Фильтр-пресс, ***например API Filter Press (OFI Testing Equipment Inc) или фильтр-пресс ФЛР-1 (ООО НПК «ЗИП-Магнитоника») (приборы неутвержденного типа).***

Градуированные цилиндры емкостью 500 см^3 и 10 см^3.

Дистиллированная вода ***по ГОСТ 6709***.

Контейнер с крышкой, вместимостью порядка 500 см^3.

Мешалка.

Таймер.

Бумага фильтровальная ***«Синяя лента» или OFITE Whatman № 50***.

Проведение анализа

Собирают всю суспензию, приготовленную и испытанную по 5.3.3.2, и перемешивают ее в контейнере, установленном в мешалке в течение 1 мин. Регулируют температуру суспензии на уровне 25 °С.

Наливают суспензию в патрон фильтр-пресса. Перед добавлением суспензии необходимо убедиться в том, что каждая часть фильтрующего патрона является чистой, сухой и что все уплотнения не искривлены и не изношены. Наливают суспензию до высоты в пределах 13 мм от верхней части патрона. Выполняют сборку патрона фильтр-пресса. Устанавливают фильтрующий патрон в раму и закрывают перепускной клапан. Помещают чистый сухой мерный цилиндр под патрубок отвода фильтрата.

Устанавливают таймер на 30 мин. Регулируют давление на патрон до значения равного 690 кПа ± 35 кПа. Действия должны занимать менее 15 с.

По истечении 30 мин убирают градуированный цилиндр и записывают значение объема собранного фильтрата. Показатель статической фильтрации суспензии глины, Ф, $см^3$, равен объему собранного фильтрата за 30 мин.

Примечание — Проведение испытания по определению показателя статической фильтрации суспензии возможно с использованием прибора ВМ-6 (приложение ДВ).

5.3.3.4 *Метод определения остатка, диаметр частиц которого больше 75 мкм*

Реагенты и аппаратура

Шкаф сушильный ***по ГОСТ 14919***, обеспечивающий поддержание заданной температуры до 110 °С, с погрешностью ± 2 °С.

Весы ***лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228***.

Мешалка.

Контейнер вместимостью 500 $см^3$.

Лопаточка.

Сетчатый фильтр с диаметром отверстий 75 мкм, приблизительные размеры которого составляют: диаметр 76 мм и расстояние от верхней части рамы до проволочной ткани 69 мм.

Распылительная насадка с распылительным наконечником — 6,4 мм, прикрепляемая к водоводу с коленчатым патрубком под углом 90°, например насадка Spraying Systems Co. с корпусом 1/4 TT.

Регулятор низкого давления, регулирующий давление до 69 кПа ± 7 кПа.

Выпарная чашка.

Промывалка.

Гексаметафосфат натрия.

Проведение испытаний

Берут навеску 10 г бентонита.

Во время перемешивания в мешалке добавляют взвешенный образец бентонита в приблизительно 350 $см^3$ воды, содержащей 0,2 г гексаметафосфата натрия.

Перемешивают суспензию в мешалке в течение 30 мин.

Переносят образец в сетчатый фильтр. Используют промывалку для удаления всех материалов из контейнера в сетчатый фильтр. Промывают материал на сетчатом фильтре водой из распылительной насадки, давление которой регулируется до значения 69 кПа ± 7 кПа в течение 2 мин. Во время промывания держат наконечник распылительной насадки в плоскости верхней части сетчатого фильтра и перемещают струю воды над образцом.

Смывают остаток из сетчатого фильтра в тарированную выпарную чашку и декантируют избыточную чистую воду.

Просушивают остаток в печи до постоянной массы. Записывают значение массы остатка и полное время просушивания.

Вычисления

Массовую долю остатка, состоящего из частиц диаметром более 75 мкм, W_1, %, вычисляют по формуле

$$W_1 = 100\left(\frac{m_2}{m}\right), \quad (11)$$

где m — масса образца, г;

m_2 — масса остатка, г.

5.3.3.5 *Метод определения массовой доли песчаной фракции*

Реагенты и аппаратура

Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228.

Мешалка.

Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

Лампа инфракрасного излучения мощностью 500 Вт с внутренним зеркальным рефлектором.

Эксикатор по ГОСТ 25336.

Цилиндр мерный на 500 см^3.

Сито с сеткой № 01.

Пробка резиновая.

Кальций хлористый технический по ГОСТ 450, прокаленный при 700 °С.

Натрий пирофосфорнокислый (натрий дифосфат 10-водный) 5 %-ный раствор по ГОСТ 342.

Проведение испытания

В стакан смесительной установки наливают 400 см^3 воды, нагретой до кипения, добавляют 10 см^3 5 %-ного раствора пирофосфорнокислого натрия (либо триполифосфат натрия), всыпают при перемешивании стеклянной палочкой 10 г глины, подготовленной по ГОСТ 25796.0.

Стакан закрепляют в смесительной установке и перемешивают в течение 30 мин. По окончании перемешивания суспензию выливают на сито № 01 и промывают 5 мин струей воды.

Остаток с сита переносят в предварительно высушенную до постоянной массы и взвешенную чашу. В чаше остаток растирают резиновой пробкой и, декантируя, промывают до исчезновения мути. Остаток высушивают в сушильном шкафу или под инфракрасной лампой при 110 °С до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

Вычисления

Массовую долю песчаной фракции, П, %, вычисляют по формуле

$$П = \frac{(m_1 - m_2)}{m} \cdot 100 \qquad (12)$$

где m_1 — *масса чаши с сухим остатком, г;*

m_2 — *масса чаши, г;*

m — *масса навески глины, г.*

5.3.4 *Требования безопасности*

Не допускаются к применению глинопорошки, классифицированные 1, 2 и 3 классом опасности по ГОСТ 12.1.007.

Сертификационные испытания глинопорошков осуществляются в специализированных испытательных центрах (лабораториях), аккредитованных в установленном порядке.

5.3.5 *Требования к упаковке и хранению*

Глинопорошки должны поставляться в упаковке, исключающей проникновение влаги при транспортировке и хранении по ГОСТ 15846.

При отгрузке должна быть предусмотрена маркировка тары с указанием массы, даты изготовления и условий (температуры), срока хранения. Маркировка наносится в соответствии с требованиями ГОСТ 14192.

Гарантированный срок хранения модифицированных глинопорошков должен быть не менее 18 мес.

Хранение должно осуществляться с учетом требований ГОСТ 15846.

5.4 *Полимеры на основе эфиров целлюлозы*

5.4.1 Общая часть

Настоящий стандарт распространяется на полимеры на основе эфиров целлюлозы (КМЦ, ПАЦ, КМОЭЦ, ГЭЦ, ОЭЦ) (далее — полимеры) для управления реологическими и фильтрационными свойствами буровых растворов при строительстве скважин. С учетом гео-

лого-технических особенностей строительства скважин полимеры на основе эфиров целлюлозы условно классифицируются на группы 1 и 2.

К группе 1 относятся карбоксиметилированные эфиры целлюлозы — полимерные реагенты типа КМЦ и ПАЦ, которые применяются преимущественно для обработки пресных и слабоминерализованных буровых растворов.

Группа 2 представлена оксиэтилированными эфирами целлюлозы полимерами типа ГЭЦ, ОЭЦ или карбоксиметилированными и оксиэтилированными эфирами целлюлозы — КМОЭЦ, которые используются в основном для обработки минерализованных буровых растворов.

5.4.2 *Технические характеристики*

Основными полимерами на основе карбоксиметилированных эфиров целлюлозы для обработки буровых растворов являются КМЦ и ПАЦ, технические характеристики которых приведены в таблице 6. Технические характеристики полимеров типа ОЭЦ, ГЭЦ и КМОЭЦ приведены в таблице 7.

Таблица 6 — Технические характеристики полимеров КМЦ и ПАЦ

Наименование технического показателя		Значение				Метод определения
		КМЦ низковязкая	КМЦ высоковязкая	ПАЦ низковязкая	ПАЦ высоковязкая	
1 Показания ротационного вискозиметра при скорости вращения 600 мин$^{-1}$, число делений: **не менее**	- в дистиллированной воде	10	20	15	20	Пункт 5.4.3.1.1
	- в растворе NaCl	10	15	—	15	Пункт 5.4.3.1.2
	- в насыщенном растворе NaCl	15	20	—	20	Пункт 5.4.3.1.2
2 Показатель статической фильтрации, см^3, не более		10	10	10	10	Пункт 5.4.3.2
3 Массовая доля воды, %, не более		**8**	**8**	**8**	**8**	Пункт 5.4.3.3
4 Массовая доля основного вещества в сухом техническом продукте, %, не менее		**60**	**60**	**60**	**60**	Пункт 5.4.3.5
5 Присутствие крахмала и его производных		нет	нет	нет	нет	Пункт 5.4.3.4

Таблица 7 — Технические характеристики полимеров ОЭЦ, ГЭЦ и КМОЭЦ

Наименование технического показателя		Значение		Метод определения
		КМОЭЦ	ГЭЦ, ОЭЦ	
1 Показания ротационного вискозиметра при скорости вращения 600 мин$^{-1}$, число делений: **не менее**	- в дистиллированной воде	8	9	Пункт 5.4.3.1.1
	- в растворе NaCl	20	10	Пункт 5.4.3.1.2
	- в насыщенном растворе NaCl	10	10	Пункт 5.4.3.1.2
2 Показатель динамической фильтрации минерализованного раствора, см^3, не более		18	18	Пункт 5.4.3.2
3 Массовая доля воды, %, не более		**8**	**8**	ГОСТ 14870
4 Массовая доля основного вещества в сухом техническом продукте, %, не менее		**65**	**65**	ГОСТ 14870
5 Присутствие крахмала и его производных		нет	нет	Пункт 5.4.3.4

5.4.3 *Методы испытаний*

5.4.3.1 Метод определения вязкости

Реагенты и аппаратура

Вискозиметр ротационный с прямой индикацией, ***например вискозиметр ZM-1001 (ООО НПК «ЗИП-Магнитоника») или вискозиметр FANN модель 35А (Fann Instrument Company) (приборы неутвержденного типа)***.

Весы ***лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228***.

Термометр ртутный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 50 °С, цена деления 0,5 °С.

Цилиндр мерный вместимостью 500 см^3.

Секундомер с погрешностью не более ± 0,1 мин.

Мешалка лабораторная лопастная с вертикальной осью вращения и следующими характеристиками:

- частота вращения не менее 1000 мин$^{-1}$;
- насадка, навинчивающаяся на вал, четырехлопастная, диаметром от 25 до 40 мм, высотой от 15 до 18 мм.

Колбы плоскодонные с притертыми пробками вместимостью 500 см^3.

Стаканы стеклянные вместимостью не менее 500 см^3.

Натрия хлорид.

Спирт октиловый по ***ГОСТ 19652***.

Вода дистиллированная по ***ГОСТ 6709***.

Проведение испытания

Определения вязкости в дистиллированной воде проводят следующим образом.

В мешалку постепенно вносят 350 см^3 дистиллированной воды и навеску 3,50 г полимера на основе эфиров целлюлозы, типа КМЦ, не прекращая перемешивания. Навеска КМЦ вносится в раствор как можно дальше от крутящегося вала, с целью предотвращения образования пыли.

После внесения всей навески КМЦ перемешивание суспензии проводят в течение 5 мин, после чего останавливают мешалку и счищают шпателем налипшие частицы КМЦ со стенок стакана, лопастей и вала мешалки. Вновь включают мешалку и проводят перемешивание в течение следующих 5 мин.

Останавливают мешалку и повторяют процедуру. Затем включают мешалку и проводят перемешивание в течение еще 10 мин. Таким образом вся процедура перемешивания составляет 20 мин.

Полученную суспензию переливают в конические колбы, закрывают пробками и выдерживают при комнатной температуре или в устройстве, поддерживающем постоянную температуру 25 °С, 2 ч низковязкую и 16 ч высоковязкую КМЦ.

После выдерживания перемешивают раствор в мешалке в течение 5 мин. Приготовленную суспензию заливают в контейнер до риски, нанесенной на его внутренней стенке, и перемешивают при скорости вращения 600 мин$^{-1}$. Измерения проводят при температуре 25 °С.

Регистрируют показание на шкале вискозиметра при достижении постоянной скорости вращения.

Для определения вязкости в растворах NaCl готовят два раствора: 4 %-ный раствор NaCl и насыщенный солевой 40 %-ный раствор NaCl.

Для этого взвешивают 40 г NaCl, переносят его в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют от 150 до 200 см^3 дистиллированной воды, растворяют навеску соли, а затем доводят объем раствора до метки.

Насыщенный солевой раствор готовят следующим образом: взвешивают 200 г хлористого натрия, переносят его в стеклянный стакан и добавляют мерным цилиндром 500 см^3 дистиллированной воды, тщательно перемешивают и дают отстояться в течение 1 ч. Раствор над осадком сливают и используют его в дальнейших испытаниях.

Далее готовят суспензии КМЦ в солевых растворах.

Для этого в стеклянные стаканы вместимостью 500 см^3 мерным цилиндром приливают 350 см^3 4 %-ного раствора NaCl, в другой приливают 350 см^3 40 %-ного насыщенного раствора NaCl и вносят навеску 3,50 г высоковязкой КМЦ. Технологию смешения проводят согласно процедуре, описанной для дистиллированной воды. Вся процедура перемешивания составляет 20 мин. При необходимости добавляют несколько капель пеногасителя.

Полученные суспензии переливают в конические колбы, закрывают пробками и выдерживают при комнатной температуре 16 ч.

Перед проведением испытания суспензии взбалтывают в колбах, переливают в стаканы и перемешивают на мешалке в течение 5 мин.

Приготовленные суспензии заливают в контейнер вискозиметра до риски, нанесенной на его внутренней стенке, и перемешивают при скорости вращения 600 мин$^{-1}$. Измерения проводят при температуре 25 °С.

Регистрируют показание на шкале вискозиметра при достижении постоянной скорости вращения.

За результат измерения принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

5.4.3.2 Метод определения показателя статической фильтрации раствора

Аппаратура и реактивы

Фильтр-пресс, ***например API Filter Press (OFI Testing Equipment Inc) или фильтр-пресс ФЛР-1 (ООО НПК «ЗИП-Магнитоника») (приборы неутвержденного типа).***

Градуированные цилиндры вместимостью 10, 50 и 500 см^3.

Колба мерная вместимостью 1000 см^3.

Дистиллированная вода ***по ГОСТ 6709***.

Контейнер с крышкой вместимостью порядка 500 см^3.

Таймер.

Бумага фильтровальная ***«Синяя лента» или OFITE Whatman № 50***.

Мешалка лабораторная (частота вращения не менее 1000 мин$^{-1}$).

Весы лабораторные высокого (II) класса точности ***по ГОСТ Р 53228***.

Термометр ртутный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 50 °С, цена деления 0,5 °С.

Колбы конические плоскодонные с притертыми пробками вместимостью 500 см^3.

Шпатель.

Натрий хлористый ***по ГОСТ 4233***.

Спирт октиловый ***по ГОСТ 19652***.

Натрий бикарбонат.

Проведение испытаний

Готовят насыщенный 40 %-ный раствор NaCl согласно 5.4.3.1. Для этого взвешивают 200 г NaCl, переносят его в стеклянный стакан и добавляют мерным цилиндром 500 см^3 дистиллированной воды. Тщательно перемешивают и дают отстояться в течение 1 ч. Раствор над осадком сливают и используют его в дальнейших испытаниях.

Готовят суспензию на основе глины путем добавления 350 см^3 насыщенного раствора в контейнер мешалки. Добавляют 1 г бикарбоната натрия и перемешивают в мешалке в течение 1 мин. Во время перемешивания в мешалке медленно добавляют 35 г стандартной оценочной базовой глины API. При необходимости, добавляют несколько капель пеногасителя.

Не выключая мешалку, в стакан с суспензией прибавляют 3,15 г низковязкой КМЦ или 3,15 г высоковязкой КМЦ и продолжают перемешивание, соблюдая процедуру перемешивания по 5.4.3.1.

Выключают мешалку и отстаивают суспензию при комнатной температуре в течение 2 ч.

Перед проведением испытания включают мешалку и перемешивают суспензию еще в течение 5 мин. Температура суспензии должна равняться 25 °С. Выливают суспензию в патрон фильтр-пресса.

Перед добавлением суспензии необходимо убедиться в том, что каждая часть фильтрующего патрона является чистой, сухой и что все уплотнения не искривлены и не изношены. Наливают суспензию до высоты в пределах 13 мм от верхней части патрона. Выполняют сборку патрона фильтр-пресса. Устанавливают фильтрующий патрон в раму и закрывают перепускной клапан. Помещают чистый сухой мерный цилиндр под патрубок отвода фильтрата.

Устанавливают таймер на 30 мин. Регулируют давление на патрон до значения равного 690 кПа ± 35 кПа. Действия должны занимать менее 15 с.

По истечении 30 мин убирают градуированный цилиндр и записывают значение объема собранного фильтрата. Показатель статической фильтрации суспензии глины, *Ф*, см^3, равен объему собранного фильтрата за 30 мин.

Примечание — Определить показатель статической фильтрации раствора можно на приборе ВМ-6 (приложение ДВ).

5.4.3.3 *Метод определения массовой доли воды*

Аппаратура и реактивы

Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228.

Термометр ртутный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 150 °С, цена деления 2 °С.

Эксикатор по ГОСТ 25336, заполненный селикагелем по действующей документации. Не допускается использовать хлорид кальция.

Чашка фарфоровая.

Шкаф сушильный по ГОСТ 14919, обеспечивающий поддержание заданной температуры от 100 до 110 °С, с погрешностью ± 2 °С.

Проведение анализа

Навеску 10 г взвешивают в фарфоровой чашке, помещают в сушильный шкаф и высушивают при температуре 105 °С. Перед взвешиванием пробы охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

Время первого высушивания — 2 ч, повторные — каждые 30 мин до тех пор, пока разность между последовательными взвешиваниями не будет превышать 0,01 г.

Для равномерного высушивания навески ее распределяют таким образом, чтобы толщина слоя не превышала 2 мм.

Массовую долю влаги, W, %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{m - m_1}{m} \cdot 100 \qquad (13)$$

где m ***— масса пробы до высушивания, г;***

m_1 ***— масса высушенной пробы, г.***

5.4.3.4 Метод определения присутствия крахмала и его производных

Полимеры на основе эфиров целлюлозы растворимые в воде, типа КМЦ, не должны содержать крахмала или его производных. По этой причине перед проверкой свойств КМЦ необходимо качественно определить присутствие рассматриваемого продукта. Если крахмал обнаружен, то дальнейших испытаний не требуется, а образец бракуют.

Реагенты и аппаратура

Вода дистиллированная по ***ГОСТ 6709***.

Йодид калия.

Гидроксид натрия по ***ГОСТ 4328***, разбавленный раствор от 0,1 до 0,5 %.

Мешалка.

Контейнер с крышкой вместимостью порядка 700 см^3.

Весы ***лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228***.

Мерная колба вместимостью 100 см^3.

Пастерка или капельница пластмассовая.

Секундомер с допустимой погрешностью ± 0,1 мин.

pH-метр с диапазоном измерения 0—4 pH с ценой деления шкалы 0,05 pH.

Пробирки.

Проведение испытания

Настоящее испытание определяет присутствие крахмала и его производных в полимерах на основе эфиров целлюлозы, растворимых в воде, типа КМЦ.

Раствор йода/йодида смешивается с раствором анализируемого полимера. В присутствии амилозы (линейная фракция крахмала) образуется окрашенное комплексное соединение.

Готовят раствор йода/йодида, используя мерную колбу вместимостью 100 см^3. Добавляют 10 см^3 йода, раствор молярной концентрации 0,1 моль/дм. Добавляют 0,60 г йодида калия (KI) и растворяют его, осторожно поворачивая мерную колбу. Доводят объем раствора до 100 см^3, разбавив его дистиллированной водой, и тщательно перемешивают. Записывают дату приготовления раствора.

Хранят приготовленный раствор йода/йодида в герметизированном контейнере в темном, прохладном и сухом месте. Раствор может использоваться в течение трех месяцев. По истечении этого срока сливают его и готовят новый раствор.

Готовят 5 %-ный раствор исследуемого полимера путем добавления в контейнер 400 г дистиллированной воды. Во время перемешивания в мешалке добавляют 20 г указанного полимера в течение временного интервала 60—120 с при постоянной скорости вращения ротора мешалки. Полимер, растворимый в воде, должен добавляться в этот прибор вдали от шпинделя крыльчатки для минимизации пылеобразования.

После перемешивания в течение 5 мин вынимают контейнер из мешалки и скоблят его стороны лопаточкой для удаления полимера, прилипшего к стенкам контейнера. Необходимо убедиться в том, что весь полимер, прилипший к лопаточке, добавлен в раствор.

Измеряют pH. Если значение pH меньше 10, повышают значение pH путем добавления разбавленного раствора NaOH по капле.

Ставят контейнер в мешалку и продолжают операцию перемешивания. Полное время перемешивания должно составлять 20 мин.

Наливают 2 $см^3$ раствора полимера в пробирку и добавляют порциями по 3 капли за один раз до 30 капель раствора йода/йодида.

Готовят три холостые пробы, используя только дистиллированную воду, вводя 3, 9 и 30 капель раствора йода/йодида, применяемого для сравнения, соответственно.

После добавления каждых 3 капель осторожно вращают пробирку и сравнивают цвет исследуемого раствора с цветом пустых проб. Сравнение цветов должно происходить на белом фоне.

Исследуемый образец приобретает желтый цвет, сравнимый с цветом холостой пробы тогда и только тогда, когда образец не содержит крахмала или его производных.

Если светло-зеленый цвет переходит в темно-синий цвет в растворе либо в осадке, то это указывает на присутствие крахмала (фракция амилозы).

Если светло-розовый цвет переходит в красновато-коричневый цвет, то это указывает на присутствие полизамещенного крахмала, декстрина или крахмалов с высоким содержанием амилопектина.

Появление любого другого цвета является значительным аргументом в пользу присутствия крахмала или его производных.

Мгновенное обесцвечивание указывает на присутствие восстановителя. В этом случае продолжают добавлять капли раствора йода/йодида и сравнивают получаемый цвет.

Присутствие крахмала или его производных противоречит определению продукта и поэтому дальнейшее проведение испытаний бессмысленно.

5.4.3.5 *Метод определения массовой доли основного вещества в абсолютно сухом техническом продукте*

Реагенты и аппаратура

Весы лабораторные среднего (III) класса точности по ГОСТ Р 53228 с максимальной нагрузкой 200 г.

Шкаф сушильный электрический лабораторный с автоматическим регулятором, обеспечивающий поддержание температуры 150 ^{0}С по ГОСТ 14919.

pH-метр с диапазоном измерения от 0 до 14 pH с ценой деления шкалы 0,05 pH.

Мешалка.

Колба с тубусом 1-1000.

Медь сульфат, раствор молярной концентрации $c(CuSO_4 \cdot 5H_2O) = 0,1$ моль/$дм^3$.

Кислота уксусная, раствор молярной концентрации $c(CH_3COOH) = 6$ моль/$дм^3$.

Калий йодид.

Натрий серноватистокислый (натрий тиосульфат) по ГОСТ 27068, раствор молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0,1$ моль/$дм^3$.

Крахмал, раствор с массовой долей 0,5 % по ГОСТ 10163.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Проведение анализа

Фильтрат и промывную жидкость из колбы с тубусом количественно переносят в коническую колбу вместимостью 750 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ раствора уксусной кислоты, 10 г иодида калия (или 20 $см^3$ раствора с массовой долей 50 %), и выделившийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала.

Массовую долю основного вещества, X_2, %, вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot A \cdot 100}{m \cdot \left(1 - \frac{X}{100}\right)}, \qquad (14)$$

где V_1 — объем раствора сульфата меди молярной концентрации $c(CuSO_4 \cdot 5H_2O) = 0,1$ моль/$дм^3$, $см^3$;

V_2 — объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}1$ моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

m — масса КМЦ, г;

X — массовая доля воды в КМЦ, %, определяемая по 5.4.3.3;

A — масса КМЦ, соответствующая 1 см^3 раствора тиосульфата натрия молярной концентрации с $c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}1$ моль/дм^3, г, вычисляемая по формуле

$$A = \frac{2 \cdot (162 + 80 \cdot \gamma / 100)}{\gamma / 100 \cdot 1000 \cdot 10} = \frac{3{,}24}{\gamma} + 0{,}016, \qquad (15)$$

где 162 — молярная масса элементарного звена макромолекулы целлюлозы, г;

80 — увеличение молярной массы этого звена при введении в него группы CH_2COONa, г;

γ — степень замещения по карбоксиметильным группам (Определение степени замещения по карбоксиметильным группам проводят методом осаждения медной соли КМЦ путем добавления в кислой среде к суспензии КМЦ раствора сернокислой меди [5]);

2 — коэффициент пересчета, введенный из-за того, что эквивалент меди при взаимодействии с йодом в два раза больше, чем при взаимодействии с КМЦ.

За окончательный результат измерения принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 2 %.

5.4.4 Требования безопасности

5.4.4.1 По степени воздействия на организм полимеры на основе эфиров целлюлозы растворимые в воде относятся к 3 классу опасности — умеренно-опасное вещество по ГОСТ 12.1.007.

КМЦ не обладает сенсибилизирующим, канцерогенным и кожно-резорбтивным действием. Кумулятивное действие слабое.

Пыль технической КМЦ при попадании на слизистые оболочки верхних дыхательных путей и органов зрения вызывает их слабое раздражение. Опасно попадание продукта в органы пищеварения.

При попадании пыли КМЦ в глаза — промыть проточной водой; при ингаляционном отравлении (при вдыхании) — промыть носовую полость и рот водой; при проникновении в желудок — обильное питье воды или молока, свежий воздух, покой, при необходимости обратиться к врачу.

5.4.4.2 Подтверждение соответствия полимеров должно быть проведено с учетом требований [4].

Сертификационные испытания полимеров осуществляются в специализированных испытательных центрах (лабораториях), аккредитованных в установленном порядке.

5.4.4.3 Производственные помещения должны быть оборудованы общеобменной вентиляцией, пылящие узлы — местными отсосами. Оборудование и трубопроводы должны обеспечивать герметичность и быть защищены от статического электричества. При пересыпании и дозировании продукта следует избегать сильного пылевыделения.

5.4.4.4 Все работы с КМЦ должны проводиться вдали от огня и источников искрообразования с соблюдением требований пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004.

5.4.5 Требования к упаковке и хранению

Полимеры должны поставляться в упаковке, исключающей проникновение влаги при транспортировке и хранении по ГОСТ 15846.

Маркировка наносится в соответствии с требованиями ГОСТ 14192.

Гарантированный срок хранения полимеров должен быть не менее 18 мес. Хранение осуществляется в соответствии с требованиями ГОСТ 15846.

5.5 *Реагенты на основе крахмала*

5.5.1 Общая часть

Настоящий стандарт распространяется на реагенты на основе крахмала, представляющие собой растворимый марочный крахмал для буровых растворов при строительстве и ремонте скважин.

Крахмальный реагент должен обладать способностью к гидратации в холодной воде (пептизированный крахмал) и возможностью дальнейшей обработки для использования в качестве понизителя фильтрации буровых растворов на водной основе. Реагенты на основе крахмала для обработки буровых растворов представляют собой порошок от белого до кремового цвета, который должен быть сыпучим и свободным от комков.

5.5.2 *Технические характеристики*

Реагенты на основе крахмала для обработки буровых растворов должны соответствовать следующим характеристикам по таблице 8.

Таблица 8 — Технические характеристики реагентов на основе крахмала

Наименование показателя	*Значение*	*Метод определения*
1 Массовая доля влаги, %, не более	***10***	***ГОСТ 14870***
2 Растворимость в воде	***должен выдерживать испытание по 5.5.3.2***	***ГОСТ 10163***
3 pH раствора с массовой долей 2 % крахмала	***4,5—6,0***	***ГОСТ 10163***
4 Показатель статической фильтрации в насыщенном солевом растворе, $см^3$, не более	10	***Пункт 5.5.3.4, приложение ДВ***
5 Показания по шкале вискозиметра в насыщенном солевом растворе при скорости 600 $мин^{-1}$, град., не более	20	***Пункт 5.5.3.4***

5.5.3 *Методы испытаний*

5.5.3.1 *Метод определения массовой доли воды*

Проведение анализа

Определение проводят путем высушивания в термостате навески препарата массой около 1 г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 0,5 %. В случае превышения значения допустимого расхождения следует повторить определение путем высушивания.

5.5.3.2 *Определение растворимости в воде*

Реагенты и аппаратура

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Колба Кн-2-250-34.

Цилиндр 1(3)-100.

Весы лабораторные высокого (II) класса точности с максимальной нагрузкой 200 г и среднего (III) класса точности с максимальной нагрузкой 1000 г по ГОСТ Р 53228.

Проведение анализа

2 г препарата помещают в коническую колбу, смачивают 10 $см^3$ воды, взбалтывают, приливают 90 $см^3$ воды, нагретой до 95 °С, нагревают до кипения и кипятят 1 мин.

Препарат считают соответствующим требованиям настоящего стандарта, если раствор будет прозрачный или слегка опалесцирующий, не застывающий при охлаждении до 20 °С.

Раствор сохраняют для определения pH раствора.

5.5.3.3 *Определение pH раствора*

Определение pH раствора с массовой долей 2 % крахмала, приготовленного по 5.5.3.2, проводят на иономере универсальном ЭВ-74 или другом приборе с пределом допускаемой основной погрешности ± 0,05 pH.

Допустимые расхождения между двумя параллельными измерениями, полученными с помощью pH-метра, не должны превышать 0,10 pH. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных измерений, округленное до первого десятичного знака.

5.5.3.4 Определение показаний вискозиметра и определение показателя статической фильтрации раствора

Реагенты и аппаратура

Вискозиметр ротационный с прямой индикацией, ***например вискозиметр ZM-1001 (ООО НПК «ЗИП-Магнитоника») или вискозиметр FANN модель 35A (Fann Instrument Company) (приборы неутвержденного типа)***.

Фильтр-пресс, ***например API Filter Press (OFI Testing Equipment Inc) или фильтр-пресс ФЛР-1 (ООО НПК «ЗИП-Магнитоника») (приборы неутвержденного типа).***

Бумага фильтровальная ***«Синяя лента» или OFITE Whatman № 50***.

Глинопорошок стандартный, ***например Bentolux API-A (ТУ 2458-013-81065795-2009) или Бентокон — Основа (ТУ 5751-002-58156178-02).***

Термометр ртутный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 50 °С.

Весы ***лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228***.

Мешалка лабораторная с частотой вращения не менее 1000 мин$^{-1}$.

Градуированные цилиндры емкостью 500 см^3 и 10 см^3.

Контейнер с крышкой, вместимостью порядка 500 см^3.

Мерная колба, вместимостью 1000 см^3.

Таймер.

Лопаточка.

Дистиллированная вода ***по ГОСТ 6709***.

Натрий хлористый ***по ГОСТ 4233***.

Кальций хлористый технический ***по ГОСТ 450***.

Хлористый магний ***по ГОСТ 4209***.

Бикарбонат натрия.

Проведение анализа

Готовят достаточный объем насыщенного солевого раствора путем тщательного перемешивания в контейнере 40 г NaCl в расчете на 100 см^3 дистиллированной воды. Дают раствору отстояться в течение приблизительно 1 ч. Декантируют или фильтруют раствор в контейнер для хранения.

Готовят суспензию на основе глины путем добавления в контейнер 350 см^3 насыщенного солевого раствора. Добавляют 1 г бикарбоната натрия и перемешивают в мешалке в течение 1 мин.

Во время перемешивания в мешалке медленно добавляют 35 г оценочной базовой глины. После перемешивания в течение 5 мин вынимают контейнер из мешалки и скоблят его стороны лопаточкой для удаления глины, прилипшей к стенкам контейнера. Необходимо убедиться в том, что вся глина, прилипшая к лопаточке, добавлена в суспензию.

Устанавливают контейнер в мешалке и продолжают операцию перемешивания. Может возникнуть необходимость в удалении контейнера из мешалки и очистке его стенок от глины, прилипшей к ним, по завершении вторых 5 мин и спустя 10 мин. Полное время перемешивания должно составлять 20 мин.

Во время перемешивания в мешалке добавляют в суспензию 3,50 г крахмала, причем эта операция должна выполняться при постоянной скорости вращения в течение 60 с.

После перемешивания в течение 5 мин вынимают контейнер из мешалки и скоблят его стороны лопаточкой для удаления крахмала, прилипшего к стенкам контейнера. Необходимо убедиться в том, что весь крахмал, прилипший к лопаточке, добавлен в суспензию.

Устанавливают контейнер в мешалке и продолжают операцию перемешивания. Полное время перемешивания должно составлять 20 мин.

Выдерживают суспензию в течение 24 ч в герметизированном или закрытом крышкой контейнере при комнатной температуре или в устройстве, поддерживающим постоянную температуру.

После выдерживания перемешивают суспензию в мешалке в течение 5 мин. Сразу же наливают суспензию в чашку вискозиметра, поставляемую вместе с вискозиметром прямого считывания. Показание на шкале должно считываться на скорости вращения ротора вискозиметра 600 мин$^{-1}$ при достижении постоянного значения. Показание должно считываться при температуре испытываемого рас-

твора равной 25 °С. Записывают показание шкалы вискозиметра, полученное при скорости вращения 600 мин$^{-1}$.

Далее выполняют определение объема фильтрата. Наливают суспензию в патрон фильтр-пресса. Перед добавлением суспензии необходимо убедиться в том, что каждая часть фильтрующего патрона является чистой, сухой и что все уплотнения не искривлены и не изношены. Наливают суспензию до высоты в пределах 13 мм от верхней части патрона. Выполняют сборку патрона фильтр-пресса. Устанавливают фильтрующий патрон в раму и закрывают перепускной клапан. Помещают чистый сухой мерный цилиндр под патрубок отвода фильтрата.

Устанавливают таймер на 30 мин. Регулируют давление на патрон до значения равного 690 кПа ± 35 кПа. Действия должны занимать менее 15 с.

По истечении 30 мин убирают градуированный цилиндр и записывают значение объема собранного фильтрата. Показатель статической фильтрации суспензии глины, *Ф*, см^3, равен объему собранного фильтрата за 30 мин.

Примечание — Определить показатель статической фильтрации раствора можно на приборе ВМ-6 (приложение ДВ).

5.5.4 *Требования безопасности*

5.5.4.1 Осевшая пыль крахмала пожароопасна. В случае загорания для тушения применяют тонкораспыленную воду и пену. Крахмал при попадании на кожу и слизистые оболочки в виде пыли может вызывать раздражение. При работе с препаратом не допускать попадания на кожу и слизистые оболочки.

5.5.4.2 Помещения, в которых проводятся работы с препаратом, должны быть оборудованы общей приточно-вытяжной механической вентиляцией.

5.5.4.3 Подтверждение соответствия реагентов на основе крахмала должно быть проведено с учетом требований [4]. Сертификационные испытания реагентов осуществляются в специализированных испытательных центрах (лабораториях), аккредитованных в установленном порядке.

5.5.5 *Требования к упаковке и хранению*

Реагенты должны поставляться в упаковке, исключающей проникновение влаги и биоразложения при транспортировке и хранении по ГОСТ 15846.

При отгрузке должна быть предусмотрена маркировка тары с указанием массы, даты изготовления и условий (температуры), срока хранения. Маркировка наносится в соответствии с требованиями ГОСТ 14192. Гарантированный срок хранения реагентов на основе крахмалов должен быть не менее 12 мес.

Препарат перевозят всеми видами транспорта в соответствии с правилами перевозки грузов, действующими на данном виде транспорта.

Препарат хранят в упаковке изготовителя в крытых складских помещениях в соответствии с требованиями ГОСТ 15846.

5.6 *Биополимер микробиологического происхождения (например, ксантановая смола)*

5.6.1 Общая часть

Ксантановая смола представляет собой полисахарид, растворимый в воде, который в промышленности производится по специальной технологии ферментации Xanthomonas campestris и который не должен содержать других полисахаридов, таких как крахмал, гуар, или другие встречающиеся в природе полимеры и их производные. Продукт может содержать до 3 % материала, специально добавленного для улучшения его диспергируемости или растворимости. Ксантановая смола представляет собой сыпучий гранулированный порошок почти белого цвета.

Ксантановая смола используется в различных буровых растворах на водной основе, жидкостях для ремонта и заканчивания скважин в качестве регулятора реологии, для увеличения вязкости при низкой скорости сдвига и улучшения транспортирующей способности бурового раствора.

5.6.2 *Технические характеристики*

Ксантановая смола для буровых растворов должна соответствовать техническим характеристикам по таблице 11.

Таблица 11 — Технические характеристики ксантановой смолы

Наименование технического показателя	*Значение*	*Метод определения*
1 Присутствие крахмала, гуара или их производных	нет	***Пункты 5.6.3.1, 5.6.3.2***
2 Содержание влаги, %, не более	13	***Пункт 5.6.3.3***
3 Ситовый анализ:		***Пункт 5.6.3.4***
- частиц размером меньше 425 мкм, %, не менее	95	
- частиц размером меньше 75 мкм, %, не более	50	
4 Угол закручивания пружины ротационного вискозиметра, град., не менее:		***Пункт 5.6.3.5***
- в дистиллированной воде при 600 мин$^{-1}$	30	
- в минерализованном растворе при 600 мин$^{-1}$	40	
- в морской воде при: 300 мин$^{-1}$	55	
6 мин$^{-1}$	18	
3 мин$^{-1}$	16	
5 Вязкость в морской воде при 1,5 мин$^{-1}$ Брукфильд (Brookfield LV или равноценного), сП, не менее	1950	***Пункт 5.6.3.5***

5.6.3 Методы испытаний

5.6.3.1 Метод определения присутствия крахмала

Цель данного испытания заключается в определении наличия гуара, крахмала и его производных в ксантановой смоле, поставляемых в форме порошка или гранул. Если крахмал обнаружен, дальнейших испытаний выполнять не требуется, а образец бракуют.

Реагенты и аппаратура

pH-метр с диапазоном измерения от 0 до 14 pH с ценой деления шкалы 0,05 pH.

Весы ***лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228***.

Контейнер, со следующими размерами: 180 мм (глубина), 100 мм (диаметр верхней части), 70 мм (диаметр днища).

Мешалка.

Лопаточка.

Мерная колба, вместимостью 100 см^3.

Пастерка или капельница пластмассовая.

Таймер механический или электрический, с точностью до ± 0,1 мин.

Пробирки.

Вода дистиллированная ***по ГОСТ 6709***.

Йодид калия.

Гидроксид натрия ***по ГОСТ Р 55064***, разбавленный раствор, 0,1 % — 0,5 %.

Проведение испытания

Метод приготовления раствора йода/йодида для качественного определения крахмала. В мерную колбу вместимостью 100 см^3 добавляют 10 см^3 раствора йода концентрацией 0,05 моль/дм^3.

Добавляют 0,60 г йодида калия (KI) и растворяют при осторожном помешивании мерной колбы круговыми движениями.

Доводят до отметки 100 см^3 деионизированной водой и тщательно перемешивают. Записывают дату приготовления раствора.

Хранят приготовленный раствор йода/йодида в герметизированном контейнере в темном, прохладном и сухом месте. Раствор может использоваться в течение 3 мес. По истечении этого срока сливают его и готовят новый раствор.

Метод приготовления раствора ксантановой смолы для качественного определения крахмала. Готовят 1 %-ный раствор исследуемой ксантановой смолы. Добавляют 396 г деионизированной воды в контейнер и 4 г анализируемой ксантановой смолы с равномерной скоростью в течение 60—120 с. Ксантановую смолу необходимо добавлять вдали от шпинделя крыльчатки для минимизации пылеобразования, предпочтительно с помощью специального дозатора для полимеров.

После перемешивания в течение 5 мин вынимают контейнер из мешалки и скоблят его стороны лопаточкой для удаления ксантановой смолы, прилипшей к стенкам контейнера и к лопаточке.

Измеряют pH. Если значение pH составляет менее 10, повышают значение pH путем добавления разбавленного раствора NaOH по капле.

Возвращают контейнер в мешалку и продолжают операцию перемешивания. Полное время перемешивания должно составлять 20 мин.

Наливают 2 $см^3$ раствора ксантановой смолы в пробирку и добавляют порциями по 3 капли за один раз до 30 капель раствора йода/йодида.

Готовят три холостые пробы, используя только деионизированную воду, вводя 3, 9 и 30 капель раствора йода/йодида, применяемого для сравнения, соответственно.

После добавления каждых 3 капель осторожно вращают пробирку и сравнивают цвет исследуемого раствора с цветом пустых проб. Сравнение цветов должно происходить на белом фоне.

Если исследуемый образец приобретает желтый цвет, сравнимый с цветом холостой пробы, то только в этом случае образец не содержит крахмала или его производных.

Появление окрашивания от светло-зеленого до темно-синего в растворе или в осадке указывает на присутствие крахмала (фракция амилозы).

Появление окрашивания от светло-розового до красно-коричневого указывает на присутствие полизамещенного крахмала, декстрина, или крахмалов с высоким содержанием амилопектина.

Появление любого другого цвета является основанием для вывода о присутствии крахмала или его производных.

Мгновенное обесцвечивание указывает на присутствие восстановителя. В этом случае продолжают добавлять капли раствора йода/йодида и сравнивать получаемый цвет.

Если обнаруживается цветная реакция, отличающаяся от вышеописанных, то дальнейшие испытания отменяются.

5.6.3.2 Качественное определение гуара в ксантановой смоле

Присутствие гуаровых добавок в ксантановой смоле можно обнаружить, если гуар присутствует на минимальном уровне от 7,5 % до 10 % по массе.

Борат натрия (бура) используется для сшивки гуаровой фракции, которая вызывает увеличение вязкости раствора ксантановой смолы.

Реагенты и аппаратура

Вискозиметр ротационный с прямой индикацией, ***например вискозиметр ZM-1001 (ООО НПК «ЗИП-Магнитоника») или вискозиметр FANN модель 35A (Fann Instrument Company) (приборы неутвержденного типа)***.

Мешалка.

Вода водопроводная.

Декагидрат бората натрия, например бура.

Гидроксид натрия ***по ГОСТ Р 55064***, разбавленный раствор, от 0,1 до 0,5 %.

Контейнер со следующими размерами: 180 мм (глубина), 100 мм (диаметр верхней части), 70 мм (диаметр днища).

Лопаточка.

Весы ***лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228***.

Мерная колба, вместимостью 100 $см^3$.

Пастерка или капельница пластмассовая.

pH-метр.

Химический стакан вместимостью 400 $см^3$.

Мерный цилиндр (градуированный) вместимостью 50 $см^3$.

Бумага для взвешивания.

Водяная баня, температура которой поддерживается на уровне 25 °С.

Таймер, механический или электрический, с точностью до ± 0,1 мин.

Проведение испытания

Приготовление свежего раствора ксантановой смолы. Берут навеску 350 г воды в контейнере. На бумаге для взвешивания берут навеску 1,5 г ксантановой смолы. Помещают контейнер в мешалку и включают ее.

Добавляют ксантановую смолу с равномерной скоростью в течение 30 с. Ксантановую смолу рекомендуется добавлять в воронку, образованную при перемешивании, подальше от оси крыльчатки, чтобы свести к минимуму пылеобразование.

После перемешивания в течение 5 мин вынимают контейнер из мешалки и скоблят его стороны лопаточкой для удаления ксантановой смолы, прилипшей к стенкам и лопаточке.

Возвращают контейнер в мешалку и продолжают перемешивать раствор. Общее время перемешивания должно составлять 15 мин.

Контейнер из мешалки помещают на время, необходимое для остывания раствора до 25 °С, но не более чем на 30 мин.

Приготовление раствора бората натрия. На бумаге для взвешивания отмеряют навеску 10 г бората натрия. Добавляют борат натрия в стакан с 90 г воды, перемешивают лопаточкой в течение примерно 1 мин, чтобы растворить борат натрия.

Проведение измерения вязкости раствора ксантановой смолы. Наливают свежий водный раствор ксантановой смолы в химический стакан до метки 250 $см^3$. Помещают стакан на столик вискозиметра и поднимают столик таким образом, чтобы уровень жидкости сравнялся с линией, проведенной на роторной втулке. Показание должно сниматься при испытательной температуре раствора 25 °С.

Установив вискозиметр на 300 $мин^{-1}$, включают его и дают от 15 до 20 с на стабилизацию показания. Считывают показание с точностью 0,5 деления шкалы после стабилизации. Показание шкалы записывают как R300-P.

Переключают вискозиметр на скорость вращения 6 $мин^{-1}$, дают от 20 до 30 с на стабилизацию показания шкалы и считывают с точностью до 0,5 деления шкалы после стабилизации. Показание шкалы записывают как R6-P.

Переключают вискозиметр на скорость вращения 3 $мин^{-1}$, дают от 20 до 30 с на стабилизацию показания шкалы и считывают с точностью до 0,5 деления шкалы после стабилизации. Показание шкалы записывают как R3-P.

Проведение измерения вязкости раствора ксантановой смолы, обработанного раствором бората натрия. Переливают раствор ксантановой смолы в исходный контейнер. Отмеряют 30 $см^3$ раствора бората натрия с помощью мерного цилиндра и добавляют в раствор ксантановой смолы.

Вручную перемешивают лопаточкой в течение 30 с. Дают смеси отстояться в течение 5 мин.

Переливают смесь в химический стакан до метки 250 $см^3$.

Помещают стакан на столик вискозиметра и поднимают столик, так чтобы уровень жидкости совпадал с линией, проведенной на роторной втулке. Показание необходимо снимать при температуре раствора 25 °С.

Установив вискозиметр на скорость вращения 300 $мин^{-1}$, включают вискозиметр и дают от 20 до 30 с на стабилизацию показания. Считывают показание с точностью 0,5 деления шкалы после стабилизации. Показание шкалы записывают как R300-M.

Изменяют скорость вращения вискозиметра на 6 $мин^{-1}$, дают от 20 до 30 с на стабилизацию показания. Считывают показание с точностью 0,5 деления шкалы после стабилизации. Показание шкалы записывают как R6-M.

Изменяют скорость вращения вискозиметра на 3 $мин^{-1}$, дают от 20 до 30 с на стабилизацию показания. Считывают показание с точностью 0,5 деления шкалы после стабилизации. Показание шкалы записывают как R3-M.

Вычисления

Сравнивают показания для раствора полимера (R300-P, R6-P и R3-P) и смеси полимера с боратом натрия (R300-M, R6-M и R3-M).

Любое увеличение между показаниями для смеси полимера с боратом натрия и показаниями для раствора полимера указывает на присутствие гуара в ксантановой смоле.

5.6.3.3 Метод определения содержания влаги

Реагенты и аппаратура

Шкаф сушильный ***по ГОСТ 14919***, обеспечивающий поддержание заданной температуры от 100 до 110 °С, с погрешностью ± 2 °С.

Весы ***лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228***.

Металлический лоток для взвешивания.

Лопаточка.

Эксикатор ***по ГОСТ 25336***, с сульфатом кальция или равноценным веществом в качестве осушителя.

Проведение испытания

Берут навеску 4 г ксантановой смолы, предварительно взвешенную, в металлический лоток. Записывают массу как *m*. Сушат образец в течение 2 ч. Охлаждают образец до комнатной температуры

в эксикаторе. Снова взвешивают металлический лоток, содержащий просушенную ксантановую смолу. Записывают массу как m_2.

Массовую долю влаги, W, %, вычисляют по формуле

$$W = \frac{m - m_2}{m} \cdot 100, \quad (16)$$

где m — масса образца, г;

m_2 — масса остатка, г.

5.6.3.4 Определение размера частиц

Реагенты и аппаратура

Вибрационные сита: с размером отверстий 425 мкм и 75 мкм.

Верхняя крышка и приемник, подходящие к ситу.

Встряхиватель для сит (шейкер).

Весы ***лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228***.

Лоток для взвешивания или бумага для взвешивания.

Таймер с допустимой погрешностью ± 0,1 мин.

Проведение испытания

Взвешивают сито с размером отверстий 425 мкм и нижний приемник. Записывают массы как m_3 для сита 425 мкм и m_6 для нижнего приемника.

Тщательно перемешивают сухой образец и берут навеску 50 г образца на лоток или бумагу для взвешивания.

Собирают комплект сит с приемником, приемник внизу, затем сито с размером ячеек 75 мкм и затем сито с размером ячеек 425 мкм.

Насыпают образец на сито 425 мкм, накрывают сверху крышкой и помещают всю конструкцию на встряхиватель для сит.

Закрепляют сита на шейкере (встряхивателе для сит) с помощью крепежных приспособлений.

Устанавливают таймер на 5 мин, активируют и включают вибрационное устройство.

Через 5 мин выключают вибрацию, снимают крепежные приспособления и крышку.

Помещают крышку на весы и взвешивают. Далее крышку можно использовать для всех стандартных сит.

Осторожно отсоединяют сито 425 мкм и помещают на тарированной крышке на весы. Записывают массу сита с остатком образца как m_4. Отставляют взвешенное сито 425 мкм.

Осторожно отсоединяют сито 75 мкм от нижнего приемника и отставляют в сторону.

Снимают крышку с весов и выставляют «ноль» на весах. Взвешивают нижний приемник и содержащуюся в нем часть образца. Записывают массу как m_7.

Вычисления

Массовую долю остатка образца, прошедшего через сито 425 мкм, W_{425}, %, можно вычислить путем вычитания процентного остатка из 100 % или по формуле

$$W_{425} = 100 \left[1 - \frac{m_4 - m_3}{50} \right], \quad (17)$$

где m_4 — масса сита 425 мкм и остатка образца, г;

m_3 — масса сита 425 мкм, г.

Массовую долю остатка образца, прошедшего через сито 75 мкм, W_{75}, %, можно вычислить по процентному остатку в нижнем приемнике по формуле

$$W_{75} = 100 \left[\frac{m_7 - m_6}{50} \right], \quad (18)$$

где m_7 — масса нижнего приемника с остатком образца, г;

m_6 — масса нижнего приемника, г.

5.6.3.5 Метод определения вязкости

Реагенты и аппаратура

Весы ***лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228***.

Вискозиметр ротационный с прямой индикацией, ***например вискозиметр ZM-1001 (ООО НПК «ЗИП-Магнитоника») или вискозиметр FANN модель 35А (Fann Instrument Company) (приборы неутвержденного типа)***.

Вискозиметр цифровой, например вискозиметр Брукфильда ***(прибор неутвержденного типа)***.

Термометр ртутный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 50 °С, цена деления 0,5 °С.

Водяная баня, в которой поддерживается температура 25 °С.

Таймер с допустимой погрешностью ± 0,1 мин.

pH-метр с pH-электродом.

Контейнер.

Гидроксид натрия ***по ГОСТ Р 55064***, раствор концентрацией 0,1 моль/дм^3.

Соляная кислота, раствор 0,1 моль/дм^3 ***по ГОСТ 3118***.

Пеногаситель.

Натрия хлорид.

Морская соль.

Дистиллированная вода ***по ГОСТ 6709***.

Лопаточка.

Химический стакан, вместимостью 400 см^3 (высокий) и 2000 см^3.

Мешалка, устанавливаемая сверху, со скоростью вращения не более 1000 мин$^{-1}$.

Проведение испытания

Определения вязкости ксантановой смолы в дистиллированной воде проводят следующим образом. В мешалку постепенно вносят 300 см^3 дистиллированной воды и навеску 1,50 г ксантановой смолы, не прекращая перемешивания.

После внесения всей навески биополимера перемешивание суспензии проводят в течение 5 мин, после чего останавливают мешалку и счищают шпателем налипшие частицы со стенок стакана, лопастей и вала мешалки. Вновь включают мешалку и проводят перемешивание в течение следующих 5 мин.

Останавливают мешалку и повторяют процедуру. Затем включают мешалку и проводят перемешивание в течение еще 10 мин. Таким образом вся процедура перемешивания составляет 20 мин.

Полученную суспензию переливают в коническую колбу и выдерживают 30 мин при комнатной температуре.

После выдерживания перемешивают раствор в мешалке в течение 5 мин. Наливают раствор в чашку вискозиметра с прямой индикацией и перемешивают при скорости вращения 600 мин$^{-1}$. Измерения проводят при температуре 25 °С. Регистрируют показание на шкале вискозиметра при достижении постоянной скорости вращения.

Для определения вязкости ксантановой смолы в минерализованном растворе готовят насыщенный раствор NaCl.

Взвешивают 311 г NaCl, переносят его в мерную колбу вместимостью 1000 см^3, добавляют 500 см^3 дистиллированной воды, растворяют навеску соли, а затем доводят объем раствора до метки, тщательно перемешивают и дают отстояться в течение 1 ч.

Далее готовят суспензию ксантановой смолы в солевом растворе.

Для этого в стеклянный стакан вместимостью 500 см^3 мерным цилиндром приливают 300 см^3 раствора NaCl и вносят навеску 2,10 г ксантановой смолы. Технологию смешения проводят согласно процедуре, описанной для дистиллированной воды. Вся процедура перемешивания составляет 20 мин.

Полученную суспензию переливают в коническую колбу, закрывают пробкой и выдерживают при комнатной температуре 16 ч.

Перед проведением испытания суспензию взбалтывают, переливают в стакан и перемешивают на мешалке в течение 5 мин.

Приготовленный раствор заливают в контейнер вискозиметра до риски, нанесенной на его внутренней стенке, и перемешивают при скорости вращения 600 мин$^{-1}$. Измерения проводят при температуре 25 °С. Регистрируют показание на шкале вискозиметра при достижении постоянной скорости вращения.

Определения вязкости ксантановой смолы в морской воде проводят следующим образом. Готовят искусственную морскую воду. Для общего объема 1000 см^3 берут навеску 41,95 г морской соли в стакан

вместимостью 2000 $см^3$. Добавляют 983 г дистиллированной воды. Перемешивают в течение 15 мин с помощью погружаемой сверху мешалки, установленной на низкую скорость. Измеряют pH и приводят к значению от 8,2 до 8,5 с помощью 0,1 моль/$дм^3$ NaOH или HCl.

Приготовление полимерного раствора ксантановой смолы. Готовят полимерный раствор ксантановой смолы путем добавления 1 г полимера к 358 г искусственной морской воды с равномерной скоростью в течение примерно 30 с при постоянном перемешивании мешалкой. После перемешивания в течение 5 мин вынимают контейнер из мешалки и скоблят его стороны лопаточкой для удаления частиц, прилипших к стенкам контейнера.

Возвращают контейнер в мешалку и продолжают перемешивать, общее время перемешивания должно составлять 30 мин.

Снимают чашку для перемешивания и добавляют 2—3 капли пеногасителя в жидкость. Перемешивают в течение 15 с лопаточкой, чтобы удалить захваченный воздух или пену. Затем помещают чашку в воду, чтобы снизить температуру жидкости до 25 °С, на период времени, не превышающий 30 мин.

Наливают раствор в чашку вискозиметра с прямой индикацией до риски, нанесенной на его внутренней стенке. Показание необходимо снимать при температуре раствора 25 °С.

Измерение вязкости раствора проводят при скорости 300 $мин^{-1}$, 6 $мин^{-1}$ и 3 $мин^{-1}$, дожидаясь пока показание шкалы не стабилизируется при каждой из скоростей вращения.

За результат измерения принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

Далее проводят определение вязкости при низкой скорости сдвига бурового раствора.

Процедура должна выполняться в течение 5 мин после измерения вязкости на вискозиметре с прямой индикацией. Она определяет способность к суспендированию ксантановой смолы путем измерения вязкости при низких скоростях сдвига при значениях менее 1,0 $с^{-1}$, с помощью вискозиметра Брукфильда (Brookfield LV) или равноценного.

Для этого наливают приготовленный раствор ксантановой смолы в морской воде в химический стакан. Необходимо убедиться, что температура раствора составляет 25 °С. Помещают стакан на столик штатива и поднимают столик таким образом, чтобы цилиндрический шпиндель погружался в жидкость до точки, в которой уровень жидкости соответствует линии, проведенной на шпинделе. Устанавливают скорость вискозиметра на 1,5 $мин^{-1}$ и оставляют на 30 с.

За результат измерения принимается среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

5.6.4 ***Требования безопасности***

5.6.4.1 Ксантановая смола не способна к кумуляции в организме и проникновению через неповрежденную кожу и к образованию токсичных соединений в воздушной среде и в сточных водах, не обладает канцерогенным действием.

Биополимерный химреагент по пожароопасности относится к трудно возгораемым веществам в воздухе нормального состава. В случае загорания допустимо применять все средства пожаротушения.

5.6.4.2 Подтверждение соответствия полимеров должно быть проведено с учетом требований [4].

5.6.4.3 Производственные помещения должны быть оборудованы общеобменной вентиляцией. При пересыпании и дозировании продукта следует избегать сильного пылевыделения. Упаковочные машины должны быть оснащены местной вентиляцией.

5.6.5 ***Требования к упаковке и хранению***

При отгрузке ксантановой смолы должна быть предусмотрена маркировка тары с указанием массы, даты изготовления и условий (температуры), срока хранения. Маркировка наносится в соответствии с требованиями ГОСТ 14192.

Ксантановая смола должна поставляться в упаковке, исключающей проникновение влаги при транспортировке и хранении по ГОСТ 15846.

5.7 ***Смазочные добавки буровых растворов***

5.7.1 ***Общая часть***

Настоящий стандарт распространяется на смазочные добавки для буровых растворов. К смазочным добавкам относятся материалы, снижающие коэффициент трения бурового раствора и не загрязняющие окружающую среду при применении.

5.7.2 *Технические характеристики*

Настоящий стандарт устанавливает технические характеристики к смазочным добавкам буровых растворов на водной основе и методы их контроля согласно таблице 12.

Таблица 12 — Технические характеристики смазочных добавок для буровых растворов

Наименование показателя	Значение	Метод испытания
1 Снижение коэффициента трения пары «металл-металл» при введении 1 %-ной смазочной добавки на приборах EP/Lubricity Tester или УСР-1М, %, не менее	70,0	Пункт 5.7.2.1
2 Снижение коэффициента дифференциального прихвата глинистого раствора при введении 2 % смазочной добавки при перепаде давления 3,34 МПа на приборе Sticking Tester, %, не менее	60,0	Пункт 5.7.2.5
3 Коэффициент трения глинистой корки бурового раствора, содержащего 0,1 % смазочной добавки на ФСК 4Э, отн.ед., не более	0,40	Пункт 5.7.2.2, приложение ДГ
4 Пенообразующая активность 1 %-ного водного раствора смазочной добавки, $см^3$, не более	10,0	Пункт 5.7.2.3
5 Пенообразующая активность 0,5 %-ной смазочной добавки в глинистом растворе, %, не более	2,0	Пункт 5.7.2.4

При входном контроле смазочных реагентов рекомендуется проводить измерения следующих показателей: снижения коэффициента трения при нагрузке 16,95 Н·м и 60 $мин^{-1}$ до и после введения смазочной добавки, снижение коэффициента дифференциального прихвата при перепаде давления 3,34 МПа до и после введения смазочной добавки, коэффициента трения глинистой корки после определения показателя статической фильтрации бурового раствора на фильтр-прессе низкого давления или ВМ-6, эмульгируемость и пенообразующую активность в воде и буровом глинистом растворе.

5.7.3 *Методы испытаний*

5.7.3.1 *Определение снижения коэффициента трения 1,0%-ного водного раствора смазочной добавки на машине трения*

Реагенты и аппаратура

Машина трения, например EP/Lubricity Tester (OFI Testing Equipment Inc) или УСР-1М (ООО НПК «ЗИП-Магнитоника») (приборы неутвержденного типа).

Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228.

Стакан стеклянный вместимость 250 $см^3$.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Проведение испытаний

2,5 г (1,0 %) добавки смазочной диспергируют в 247,5 г дистиллированной воды. Определение коэффициента трения производят на машине трения EP/ Lubricity Tester фирмы OFITE по методике API при нагрузке 16,95 Н·м и скорости вращения вала 60 $мин^{-1}$.

Коэффициент трения Ктр определяется как отношение крутящего момента (F) к нагрузке прижатия (W) пары «металл-металл», где F определяется по показанию шкалы прибора, а W — стандартная нагрузка (16,95 Н·м = 150 фунт-сила·дюйм) при скорости вращения вала 60 $мин^{-1}$. Расчет коэффициента трения в соответствии с инструкцией на прибор определяется по величине показания шкалы крутящего момента (F), деленного на поправочный коэффициент 100 при стандартной нагрузке.

Снижение коэффициента трения 1 %-ного водного раствора смазочной добавки, $\Delta K_{тр}$, %, вычисляют по формуле

$$\Delta K_{тр} = (K_{тр0} - K_{тр1}) / K_{тр0} \cdot 100, \quad (19)$$

где $K_{тр0}$ — коэффициент трения дистиллированной воды в пределах 0,34 ± 0,02;

$K_{тр1}$ — коэффициент трения 1 %-ного водного раствора добавки смазочной.

Примечание — Определение снижения коэффициента трения 1 %-ного водного раствора на установке УСР-1М (ООО «ЗИП-Магнитоника») производится при скорости вращения рабочего вала 60 мин$^{-1}$ и моменте силы 15 Н·м по вышеописанной методике.

5.7.3.2 *Определение коэффициента трения глинистой корки на приборе ФСК 4Э*

Прибор ФСК 4Э предназначен для измерения коэффициента трения фильтрационной глинистой корки буровых растворов. Определение коэффициента трения фильтрационной глинистой корки выполняется после стандартного измерения показателя статической фильтрации измеряемого бурового раствора на приборе ВМ-6 или фильтр-прессе низкого давления. Принцип действия прибора основан на измерении усилия передвижения цилиндра по вогнутой поверхности фильтрационной корки.

Реагенты и аппаратура

Прибор ФСК 4Э (ООО «ТюменНИИгипрогаз») (прибор неутвержденного типа).

Рабочий диапазон измерений коэффициента трения, отн.ед. от 0,1 до 1,0

Масса цилиндра, г 100,0 ± 0,5

Длина цилиндра, мм 75,0 ± 0,1

Диаметр цилиндра, мм 38,0 ± 0,5

Минимальный диаметр глинистой корки, мм 53,0 ± 0,1

Фиксированное время выдержки цилиндра на корке, мин от 1,0 до 30,0

Линейная скорость передвижения цилиндра, мм/с 1,64 ± 0,2

Фильтр-пресс, например API Filter Press (OFI Testing Equipment Inc) или фильтр-пресс ФЛР-1 (ООО НПК «ЗИП-Магнитоника») (приборы неутвержденного типа).

Бумага фильтровальная «Синяя лента» или OFITE Whatman № 50.

Глинопорошок стандартный, например Bentolux API-A (ТУ 2458-013-81065795-2009) или Бентокон — Основа (ТУ 5751-002-58156178-02).

Анионный флокулянт, например Праестол 2540 (ТУ 2216-001-40910172-98).

Натр едкий по ГОСТ Р 55064.

Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228.

Мешалка лабораторная с частотой вращения не менее 1000 мин$^{-1}$.

Градуированные цилиндры емкостью 500 см^3 и 10 см^3.

Контейнер с крышкой вместимостью порядка 1000 см^3.

Мерная колба вместимостью 1000 см^3.

Таймер.

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Проведение анализа

Готовят модельный полимер-глинистый раствор, содержащий 0,1 % смазочной добавки, следующим образом. В 1000 см^3 воды вводят едкий натр (в виде концентрированного раствора или гранул) до значений водородного показателя раствора pH 8,5—9,5 и перемешивают раствор до полного растворения щелочи. В 1000 см^3 приготовленного щелочного раствора вводят при перемешивании 0,2 % (2 г) сухого полимерного акрилового реагента марки Праестол 2540 и полностью растворяют в течение 24 ч до отсутствия полимерного осадка.

В 1000 см^3 приготовленного полимерного водного раствора медленно, не допуская комкования, вводят 128 г глинопорошка стандартного при постоянном перемешивании для получения полимер-глинистого раствора с плотностью 1,08 ± 0,02 г/см^3. Продолжают перемешивание в течение 4—6 ч. Через 24 ч (сутки) выдержки в покое с момента приготовления полимер-глинистого раствора перемешивают в течение 15—20 мин.

В 1000 см^3 приготовленного полимер-глинистого раствора с плотностью 1,08 ± 0,02 г/см^3 и вязкостью в интервале от 60 до 90 с вводят смазочную добавку в количестве 1 г (0,1 % масс.).

Далее наливают модельный полимер-глинистый раствор в патрон фильтр-пресса. Перед добавлением раствора необходимо убедиться в том, что каждая часть фильтрующего патрона является чистой, сухой и что все уплотнения не искривлены и не изношены. Наливают раствор до высоты в пределах 13 мм от верхней части патрона. Выполняют сборку патрона фильтр-пресса. Устанавливают фильтрующий патрон в раму и закрывают перепускной клапан. Помещают чистый сухой мерный цилиндр под патрубок отвода фильтрата.

Устанавливают таймер на 30 мин. Регулируют давление на патрон до значения, равного 690 кПа ± 35 кПа. Действия должны занимать менее 15 с.

По истечении 30 мин убирают градуированный цилиндр и записывают значение объема собранного фильтрата. Показатель статической фильтрации, Ф, $см^3$, равен объему собранного фильтрата за 30 мин.

Примечание — Определить показатель статической фильтрации раствора можно на приборе ВМ-6 (приложение ДВ).

Из фильтрующего патрона сливают оставшийся буровой раствор и вынимают фильтровальную бумагу с фильтрационной глинистой коркой.

На плиту прибора ФСК 4Э закрепляется призма с рабочей выемкой вверх. На призму помещается фильтрационная глинистая корка и измерительный цилиндр с дужкой для присоединения тарированной пружины (пружина входит в комплект прибора ФСК 4Э). Измерение коэффициента трения производится автоматически и включает следующие операции: выдержка от 1,0 до 30 мин (рекомендуется 15 мин) для стабилизации корки, включение двигателя для натяжения пружины измерения коэффициента трения по величине усилия страгивания цилиндра, сохранения измеренного значения на индикаторе, возврат механизма натяжения в исходное положение. Методика выполнения измерений в соответствии с инструкцией на прибор ФСК 4Э.

Примечание — Метод определения снижения коэффициента трения корки возможно провести на приборе КТК-2 (приложение ДГ).

5.7.3.3 *Определение пенообразующей активности и вспениваемости*

Реагенты и аппаратура

Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228.

Стакан типа В-2 вместимость 250 $см^3$ и 1 $дм^3$.

Таймер.

Миксер.

Цилиндр мерный.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Проведение испытаний

Навеску смазочного компонента в количестве 2 г помещают в стакан вместимостью 250 $см^3$ и приливают дистиллированной воды до объема 200 $см^3$.

Раствор смазочной добавки перемешивают на лабораторной мешалке в течение 15—20 мин до полного растворения и диспергирования 1 % смазки в воде. После этого помещают раствор в стакан миксера и перемешивают на миксере в течение 3 мин при 9000—11000 $мин^{-1}$. По окончании перемешивания вспененный раствор переливают в мерный цилиндр объемом 1 $дм^3$, через 5 мин отстаивания измеряют объем вспененного раствора (Vp).

Обработка результатов

Пенообразующую активность, П, $см^3$, вычисляют по формуле

$$П = V_p - 200, \qquad (20)$$

где V_p — объем вспененного раствора после 5 мин отстаивания, $см^3$;

200 — *объем исходного раствора, $см^3$.*

Вспениваемость, В, %, рассчитывают по формуле

$$В = V_p / 200 \cdot 100, \qquad (21)$$

где V_p — объем вспененного раствора после 5 мин отстаивания, $см^3$.

5.7.3.4 *Определение пенообразующей активности в глинистом растворе*

Реагенты и аппаратура

Мешалка со скоростью вращения до 11000 $мин^{-1}$.

Контейнер со следующими размерами: 180 мм — глубина, диаметр верхней части — 100 мм, диаметр днища — 70 мм.

Весы лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228.

Пикнометр по ГОСТ 22524.

Контейнер объемом 500 $см^3$.

Лопаточка.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Проведение испытаний

Готовят глинистую суспензию в контейнере мешалки путем постепенного ввода в 350 $см^3$ воды 35 г оценочной базовой глины. После перемешивания в течение 5 мин вынимают контейнер из мешалки и скоблят его стороны лопаточкой для удаления глины, прилипшей к стенкам контейнера. Необходимо убедиться в том, что вся глина, прилипшая к лопаточке, добавлена в суспензию.

Устанавливают контейнер в мешалке и продолжают операцию перемешивания еще 10 мин.

После завершения операции выдерживают суспензию бентонита в течение 16 ч в герметизированном контейнере или в контейнере, закрытом крышкой, при комнатной температуре.

Во время перемешивания в суспензию добавляют 1,75 $см^3$ смазочной добавки, причем эта операция должна выполняться при постоянной скорости вращения в течение 60 с.

Далее для определения пенообразующей активности смазочной добавки глинистая суспензия с концентрацией смазочного компонента 0,5 % по массе перемешивается в высокоскоростной мешалке (11000 $мин^{-1}$) в течение 5 мин при комнатной температуре. С помощью пикнометра определяется плотность этой суспензии. Разница плотностей исходной глинистой суспензии и суспензии со смазочной добавкой является показателем пенообразующей активности смазочной добавки.

5.7.3.5 *Определение снижения коэффициента дифференциального прихвата при перепаде давления на приборе Sticking Tester (OFITE)*

Реагенты и аппаратура

Прибор Sticking Tester фирмы OFITE (прибор неутвержденного типа).

Весы лабораторные обычного (IIII) класса точности по ГОСТ Р 53228 наибольшим пределом завешивания до 1 кг.

Стакан стеклянный вместимость 1000 $см^3$.

Проведение испытаний

10 г (2,0 %) смазочной добавки помещают в стакан емкостью 1000 $см^3$ с 490 $см^3$ глинистого раствора (10 % бентопорошка марки ПБН, 0,2 % КМЦ высоковязкой (КМЦ 85/600) и перемешивают. Определение коэффициента дифференциального прихвата производят при перепаде давления 3,34 МПа для исходного глинистого раствора и для глинистого раствора, содержащего 2,0 % смазочной добавки в соответствии с инструкцией на прибор.

Снижение коэффициента дифференциального прихвата глинистого раствора, содержащего 2 % смазочной добавки, $\Delta K_п$, %, вычисляют по формуле

$$\Delta K_п = (K_{п0} - K_{п1}) / K_{п0} \cdot 100, \qquad (22)$$

где $K_{п0}$ — коэффициент дифференциального прихвата исходного глинистого раствора, %;

$K_{п1}$ — коэффициент дифференциального прихвата глинистого раствора, содержащего 2 % смазочной добавки, %.

5.7.3.6 *Эмульгируемость*

Эмульгируемость в растворе смазочных компонентов оценивается визуально в процессе их ввода в глинистую суспензию с перемешиванием в лабораторной лопастной мешалке при комнатной температуре со скоростью 11000 $мин^{-1}$. Однородность раствора можно определить визуально, либо по стеклянной палочке, погруженной на 1 с в раствор, не должно быть заметных на глаз частичек, сгустков, инородных капель. Также фиксируют наличие механических примесей и пленки.

5.7.4 Требования безопасности

5.7.4.1 Не допускаются к применению смазочные компоненты, классифицированные 1, 2 и 3 классом опасности по ГОСТ 12.1.007. При использовании жидких смазочных компонентов должны быть соблюдены требования пожаровзрывобезопасности по ГОСТ 12.1.004.

5.7.4.2 Применение смазывающих реагентов на основе сырой нефти и углеводородсодержащих веществ нефтепереработки не допускается.

5.7.4.3 Подтверждение соответствия смазочных реагентов должно быть проведено с учетом требований «Правил безопасности в нефтяной и газовой промышленности».

Сертификационные испытания смазочных реагентов осуществляются в специализированных испытательных центрах (лабораториях), аккредитованных в установленном порядке.

5.7.4.4 Смазочные компоненты утилизируются в составе отработанных буровых растворов по технологиям, предусмотренным техническим проектом строительства скважин. При утилизации смазочных компонентов необходимо соблюдать требования ГОСТ Р 52108.

5.7.5 Требования к упаковке и хранению

5.7.5.1 Смазочные компоненты должны поставляться в упаковке, исключающей ее разрушение и проникновение влаги при транспортировке и хранении по ГОСТ 15846.

5.7.5.2 При отгрузке должна быть предусмотрена маркировка тары с указанием массы, даты изготовления и условий (температуры), срока хранения. Маркировка наносится в соответствии с требованиями ГОСТ 14192.

5.7.5.3 Хранение осуществляется в соответствии с ГОСТ 15846.

Приложение ДА
(рекомендуемое)

Метод определения плотности по [1]

Реагенты и аппаратура

Волюметр Ле Шателье.

Керосин осветительный или уайт-спирит.

Печь ***по ГОСТ 14919***, температура которой регулируется до 110 °С.

Эксикатор ***по ГОСТ 25336*** с использованием сульфата кальция или равноценного вещества в качестве осушителя.

Ванна с постоянной температурой 20 °С, регулируемая с точностью до ± 0,1 °С.

Весы ***лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228***.

Пипетка мерная вместимостью 10 $см^3$.

Увеличительное стекло с 2-кратным и более увеличением.

Штырь деревянный диаметром 8 мм и длиной 30 см или равноценная деталь, которую можно приспособить в качестве ершика для просушивания горлышка колбы с внутренней стороны.

Абсорбирующая бумага.

Чашка для взвешивания низкая с носиком вместимостью 100 $см^3$.

Проведение испытания

Берется 100 г барита, просушенного в печи в течение не менее 2 ч и охлажденного до комнатной температуры в эксикаторе.

Наполняют чистую колбу Ле Шателье керосином до отметки приблизительно на 2,5 см ниже нулевой отметки.

Помещают колбу вертикально в ванну с постоянной температурой. Уровень воды в ванне должен быть выше деления колбы 24 $см^3$, но ниже уровня пробки.

Для выравнивания температур оставляют колбу и ее содержимое как минимум на 1 ч. Используя увеличительное стекло, определяют положение мениска, считывают значение объема в самом нижнем положении искривленной поверхности раздела и записывают значение начального объема с точностью до половины деления, не вынимая колбу из ванны с постоянной температурой.

Если после выравнивания температуры уровень керосина оказывается выше или ниже диапазона значений объема от – 0,2 $см^3$ до + 1,2 $см^3$, используют пипетку вместимостью 10 $см^3$ для добавления или удаления керосина с тем, чтобы он находился в пределах этого диапазона. Оставляют колбу в покое, как минимум, на 1 ч и записывают значение начального объема как V_1.

Вынимают колбу Ле Шателье из ванны, вытирают насухо и извлекают пробку. Обертывают несколько отрезков папиросной бумаги диагонально вдоль длины штыря и используют это приспособление как ершик для просушивания горлышка колбы с внутренней стороны. Следят за тем, чтобы не допустить контакта ершика с керосином в колбе.

Берут навеску 80 г высушенного барита в чашке для взвешивания и осторожно переносят его в колбу Ле Шателье. Необходимо избегать разбрызгивания керосина или закупорки горлышка колбы баритом. Такой процесс осуществляется медленно и состоит в постепенном переносе небольших количеств барита. Затем колбу вновь закрывают пробкой.

В случае необходимости можно осторожно постучать по горлышку колбы деревянным штырем или потрясти колбу для удаления барита, прилипшего к стенкам. Нельзя допускать контакта керосина со стеклянным шлифом пробки колбы.

Для удаления воздуха, захваченного из образца барита, осторожно поворачивают колбу под углом не более 45° от вертикали вдоль гладкой поверхности или энергично вращают вертикальную колбу, заключив ее горлышко между ладонями обеих рук. Повторяют эти действия до тех пор, пока не исчезнут пузырьки воздуха, выходящие из барита.

Снова помещают колбу в ванну и дают ей выстояться не менее 0,5 ч. Вынимают колбу из ванны и удаляют оставшийся воздух из образца барита. Снова погружают колбу в ванну и держат, как минимум, в течение 1 ч. Записывают значение конечного объема. Обозначают значение объема как V_2.

Обработка результатов

Плотность ρ, г/$см^3$, вычисляют по формуле

$$\rho = \frac{m}{V_2 - V_1} \qquad \text{(ДА.1)}$$

где m — масса образца, г;

V_1 — начальный объем, $см^3$;

V_2 — конечный объем, $см^3$.

Приложение ДБ
(рекомендуемое)

Метод определения массовой доли фракции, диаметр частиц которой не превышает 6 мкм по [1]

Данный метод испытания пригоден для определения массовой доли фракции, диаметр частиц которой не превышает 6 мкм как барита, так и гематита. Константу образца, K_s, массой 80 г определяют для барита согласно таблице ДБ.3, для гематита согласно таблице ДБ.4.

Реагенты и аппаратура

Диспергирующий раствор, состоящий из 40 г гексаметафосфата натрия и 3,60 г безводного карбоната натрия в расчете на 1000 см^3 раствора. Карбонат натрия используется для регулирования pH раствора до значения, приблизительно равного 9,0.

Печь ***по ГОСТ 14919***, температура которой регулируется до 105 °С.

Эксикатор с использованием сульфата кальция или равноценного вещества в качестве осушителя ***по ГОСТ 25336***.

Весы ***лабораторные высокого (II) класса точности по ГОСТ Р 53228***.

Мешалка.

Контейнер, со следующими приблизительными размерами: 180 мм — глубина, диаметр верхней части — 100 мм, диаметр днища — 70 мм.

Осадительный цилиндр, стеклянный, высотой 457 мм и диаметром 63 мм, с отметкой объема 1000 см^3.

Водяная ванна или камера, способная поддерживать температуру 25 °С.

Термометр ртутный с диапазоном измерения температуры от 0 °С до 50 °С, цена деления 0,5 °С.

Ареометр, градуированный для считывания удельного веса суспензии.

Таймер механический или электрический с точностью до ± 0,1 мин.

Калибровка ареометра

Готовят 1 дм^3 диспергирующего раствора, для этого помещают 125 см^3 диспергирующего раствора в мерную стеклянную посуду вместимостью 1 дм^3. Разбавляют раствор дистиллированной водой до отметки 1000 см^3. Тщательно перемешивают.

Наливают диспергирующий раствор в осадительный цилиндр. Затем помещают цилиндр в ванну с самой низкой возможной температурой, ожидаемой в реальных условиях. Вводят калибруемый ареометр и выдерживают не менее 5 мин, пока температура ареометра и раствора не сравняется с температурой ванны.

Снимают показание ареометра в верхней части мениска, образованного вокруг стержня, а также считывают показание температуры. Повторяют эту операцию в течение не менее 5 мин для получения не менее четырех показаний для каждой измеряемой величины.

Вычисляют среднее показание ареометра и обозначают его как R_1. Вычисляют среднюю температуру и обозначают ее как θ_1.

Повторяют последовательно все действия, за исключением установки температуры ванны. Температуру ванны увеличивают до наивысшей ожидаемой температуры испытаний, вычисляют среднее показание аэрометра и среднюю температуру и обозначают эти показания как R_2 и θ_2.

Вычисляют наклон кривой поправок аэрометра, M_c, по формуле

$$M_c = 1000\,\frac{(R_2 - R_1)}{(\theta_2 - \theta_1)}, \qquad \text{(ДБ.1)}$$

где R_1 — среднее показание ареометра при более низкой температуре;

R_2 — среднее показание ареометра при более высокой температуре;

θ_1 — среднее показание температуры при более низкой температуре, °С;

θ_2 — среднее показание температуры при более высокой температуре, °С.

Вычисляют отрезок, отсекаемый от координатной оси кривой поправок ареометра, B_c, по формуле

$$B_c = (M_c \cdot \theta_1) + [(R_1 - 1) \cdot 1000], \qquad \text{(ДБ.2)}$$

где M_c — наклон кривой поправок ареометра;

θ_1 — среднее показание термометра при более низкой температуре, °С;

R_1 — среднее показание ареометра при более низкой температуре.

Проведение анализа

Взвешивают 80 г сухого барита и помещают его в контейнер. Записывают массу, как *m*.

Добавляют 125 см^3 диспергирующего раствора. Разбавляют до объема 400 см^3 дистиллированной водой. Смывают все прилипшие частицы с лопаточки в суспензию.

Перемешивают в течение 5 мин с помощью мешалки.

Переносят суспензию в осадительный цилиндр. Промывают контейнер дистиллированной водой с тем, чтобы все частицы образца попали в этот цилиндр.

Добавляют дистиллированную воду до отметки 1000 см^3. Тщательно перемешивают содержимое, постоянно меняя положение цилиндра от вертикального до перевернутого и обратно в течение 60 с, в то же время удерживая резиновую пробку в верхней части цилиндра.

В начале седиментации суспензия должна быть однородной. Этого трудно достигнуть из-за высокой плотности барита.

Ставят цилиндр в водяную ванну и одновременно включают таймер.

Считывают показания ареометра через временные интервалы 10, 20, 30 и 40 мин. Для снятия показаний осторожно и медленно погружают ареометр приблизительно до показания 1,020 г/см^3 и затем отпускают.

После стабилизации ареометра считывают показание по верхней части мениска в указанные моменты времени. После каждого считывания осторожно и медленно вынимают ареометр, споласкивают его дистиллированной водой и высушивают. Ареометр необходимо вынимать после каждого считывания для удаления частиц, собравшихся на выступах, которые приводят к неверным результатам. Показания ареометра должны сниматься при минимальном возмущении жидкости для сохранения установившегося равновесия суспензии.

Записывают в форму для записи данных время, *t*, мин, температуру, θ, °С, и показание ареометра, *R*, г/см^3.

Для каждого временного интервала определяют вязкость воды, η, и эффективную глубину погружения ареометра, *L*, по таблице ДБ.3 и таблице ДБ.4.

Обработка результатов

Вычисляют константу образца, K_s, по формуле (ДБ.3) или по таблице ДБ.3 и вводят ее в листок данных.

$$K_s = 100\frac{\rho}{m(\rho - 1)}, \qquad (ДБ.3)$$

где ρ — плотность образца, г/см^3;

m — масса образца, г.

Для каждого временного интервала эквивалентный сферический диаметр, D_e, мкм, вычисляют по формуле

$$D_e = 17{,}8\sqrt{\frac{\eta L}{t(\rho - 1)}}, \qquad (ДБ.4)$$

где η — вязкость воды, мПа·с;

ρ — плотность образца, г/см^3;

t — время, мин;

L — эффективная глубина, см (см. таблицу ДБ.2).

Вычисляют суммарную процентную долю частиц, W_a, эквивалентный диаметр которых отличается от 6 мкм незначительно в большую сторону, W_2, и в меньшую сторону, W_3, воспользовавшись формулой

$$W_a = K_s\,[(M_c \cdot \theta) - B_c + (R - 1)\,1000], \qquad (ДБ.5)$$

где K_s — константа образца;

M_c — наклон кривой поправок ареометра;

θ — температура суспензии, °С;

B_c — отрезок, отсекаемый от координатной оси кривой поправок ареометра;

R — показание ареометра.

Вычисляют и вводят в листок данных суммарную процентную долю частиц, диаметр которых менее 6 мкм, W_4, по формуле

$$W_4 = \left[\left(\frac{W_2 - W_3}{D_1 - D_2}\right)(6 - D_2)\right] + W_3 \qquad (ДБ.6)$$

где W_2 — кумулятивная процентная доля частиц, диаметр которых незначительно отличается от 6 мкм в большую сторону;

W_3 — кумулятивная процентная доля частиц, диаметр которых незначительно отличается от 6 мкм в меньшую сторону;

D_1 — эквивалентный диаметр частиц, незначительно отличающийся от 6 мкм в большую сторону, определяемый с использованием формулы (ДБ.4);

D_2 — эквивалентный диаметр частиц, незначительно отличающийся от 6 мкм в меньшую сторону, определяемый с использованием формулы (ДБ.4).

Вязкость воды η, мПа·с, при различных температурах и значение эффективной глубины L, см, определяются по таблице ДБ.1 и ДБ.2.

Таблица ДБ.1 — Вязкость воды при различных температурах

Температура θ, °С	Вязкость η, мПа с	Температура θ, °С	Вязкость η, мПа с
15,6	1,1211	22,2	0,9498
16,1	1,1050	22,8	0,9374
16,7	1,0893	23,3	0,9253
17,2	1,0739	23,9	0,9134
17,8	1,0589	24,4	0,9018
18,3	1,0442	25,0	0,8904
18,9	1,0298	25,6	0,8792
19,4	1,0158	26,1	0,8683
20,0	1,0020	26,7	0,8576
20,6	0,9885	27,2	0,8470
21,1	0,9753	27,8	0,8367
21,7	0,9624	28,3	0,8266

Таблица ДБ.2 — Значения эффективной глубины, основанные на показаниях ареометра, используемого со специальным осадительным цилиндром

Нескорректированное показание ареометра	Эффективная глубина L, см	Нескорректированное показание ареометра	Эффективная глубина L, см
1,000	16,3	1,020	11,0
1,001	16,0	1,021	10,7
1,002	15,8	1,022	10,5
1,003	15,5	1,023	10,2
1,004	15,2	1,024	10,0
1,005	15,0	1,025	9,7
1,006	14,7	1,026	9,4
1,007	14,4	1,027	9,2
1,008	14,2	1,028	8,9

Окончание таблицы ДБ.2

Нескорректированное показание ареометра	Эффективная глубина L, см	Нескорректированное показание ареометра	Эффективная глубина L, см
1,009	13,9	1,029	8,6
1,010	13,7	1,030	8,4
1,011	13,4	1,031	8,1
1,012	13,1	1,032	7,8
1,013	12,9	1,033	7,6
1,014	12,6	1,034	7,3
1,015	12,3	1,035	7,0
1,016	12,1	1,036	6,8
1,017	11,8	1,037	6,5
1,018	11,5	1,038	6,2
1,019	11,3	—	—

Таблица ДБ.3 — Константа образца, K_s, для барита (масса образца 80 г)

Плотность образца ρ, г/см^3	Константа образца, K_s
4,20	1,641
4,21	1,640
4,22	1,639
4,23	1,637
4,24	1,636
4,25	1,635
4,26	1,634
4,27	1,633
4,28	1,631
4,29	1,630
4,30	1,629
4,31	1,628
4,32	1,627
4,33	1,625
4,34	1,624
4,35	1,623
4,36	1,622
4,37	1,621
4,38	1,620
4,39	1,619
4,40	1,618

Таблица ДБ.4 — Константа образца для гематита, K_s (образец массой 80 г)

Плотность образца, ρ, г/см^3	Константа образца, K_s
5,00	1,5625
5,01	1,5617
5,02	1,5609
5,03	1,5602
5,04	1,5594
5,05	1,5586
5,06	1,5579
5,07	1,5571
5,08	1,5564
5,09	1,5556
5,10	1,5549
5,11	1,5541
5,12	1,5534
5,13	1,5527
5,14	1,5519
5,15	1,5512
5,16	1,5505
5,17	1,5498
5,18	1,5490
5,19	1,5483
5,20	1,5476
5,21	1,5469
5,22	1,5462
5,23	1,5455
5,24	1,5448
5,25	1,5441
5,26	1,5434
5,27	1,5427
5,28	1,5421
5,29	1,5414
5,30	1,5407

Приложение ДВ
(справочное)

Метод определения показателя статической фильтрации суспензии с использованием прибора ВМ-6

Реагенты и аппаратура

Прибор ВМ-6 («Азимут» ГНПП ГП) (приборы неутвержденного типа).

Бумага фильтровальная «Синяя лента».

Контейнер с крышкой вместимостью порядка 500 $см^3$.

Таймер.

Минеральное масло марки И-50А по ГОСТ 20799.

Проведение испытаний

При измерении показателя статической фильтрации на приборе ВМ-6 вырезают по размеру металлического фильтра два листа фильтровальной бумаги, смачивают их водой и слегка отжимают сухой фильтровальной бумагой. Затем их накладывают на металлический фильтр и вставляют вместе с ним в нижнюю часть фильтрационного стакана, совмещая вырез в металлическом фильтре со штифтом внутренней поверхности стакана.

Отворачивают винт, закрывающий клапан, переворачивают фильтрационный стакан, накладывают на металлический фильтр клапан и, не переворачивая фильтрационного стакана, навинчивают поддон. Поворотом винта плотно закрывают клапан и устанавливают фильтрационный стакан в кронштейн. Наливают в фильтрационный стакан суспензию на 3—4 мм ниже края, навинчивают на него напорный цилиндр и наливают в последний машинное масло, чтобы уровень его был меньше верхнего края на 1 см.

Вставляют плунжер в цилиндр, проверяют герметичность собранного цилиндра, слегка нажимая на груз — шкалу, укрепленную на плунжере, и наблюдают за его положением (в герметичном приборе при закрытом клапане плунжер не должен опускаться). Выпуская избыток масла с помощью игольчатого клапана на напорном цилиндре, совмещают нулевое деление шкалы на плунжере с риской на верхнем крае цилиндра. Если нулевое деление опускается ниже риски, надо принять это значение за нуль и из всех следующих при данном определении величин вычесть нулевое значение.

После установки плунжера поворотом на 1—2 оборота винта на поддоне открывают клапан фильтра и одновременно включают таймер.

Отмечают величину скачка плунжера в момент открытия клапана и в дальнейшем вычитают ее из окончательного результата измерения показателя фильтрации.

Через 30 мин снимают показания со шкалы прибора (глаз должен находиться на уровне отсчетной риски).

Вычисления

За показатель статической фильтрации принимают количество фильтрата, выделяющегося из суспензии за 30 мин с площади фильтрации диаметром 75 мм и градиенте давления 0,1 МПа. Конструкция и шкала прибора ВМ-6 предусматривает поправку на фактический диаметр фильтра.

Сопоставление результатов, полученных на приборах различной конструкции, и коэффициенты пересчета справочно приведены в таблице ДВ.1 и таблице ДВ.2.

Таблица ДВ.1 — Диаметры фильтров и коэффициенты пересчета площади фильтрации для получения результатов по API ($К_{API}$) и по [2] ($К_{РД}$)

Прибор	ВМ-6	ФЛР-1	API
Диаметр фильтра, мм	53	75	90
$К_{API}$	2,88	1,44	1,0
$К_{РД}$	2,0	1,0	0,7

Таблица ДВ.2 — Стандартные градиенты давлений для соответствующих приборов

Размерность на шкале монометра	Прибор		
	ВМ-6	ФЛР-1	API
ΔP_0, МПа	0,1	0,7	0,7
ΔP_0, psi	14	100	100

Приложение ДГ
(справочное)

Определение коэффициента трения корки на КТК-2

Прибор КТК-2 («Азимут» ГНПП ГП) (прибор неутвержденного типа) предназначен для определения коэффициента трения фильтрационной корки буровой промывочной жидкости. Состоит из основания с площадкой для корки, шкалы, пузырькового уровня и электродвигателя.

Прибор должен отвечать следующим техническим требованиям:

Угол подъема подвижной плиты 0—25 град.

Цена деления шкалы 1 град

Точность измерения угла подъема плиты ± 0,25 град

Диаметр ложа 60 мм

Диаметр груза 38 мм

Масса груза 140 ± 2 г

Груз — полый цилиндр, поставляется в комплекте КТК-2.

Проведение испытаний

Бумажный фильтр с глинистой коркой, полученной по 5.7.2.2 после измерения показателя фильтрации, укладывается симметрично относительно продольной оси на площадку, установленную в горизонтальном положении по пузырьковому уровню. Затем на корку устанавливается без перекосов груз (цилиндр). Далее включают прибор и контролируют положение груза. Через 30 с площадка начнет подниматься. В момент начала движения (скольжения) груза выключают и измеряют по шкале угол подъема плиты φ.

Коэффициент трения корки (Ктр) равен тангенсу угла φ; согласно таблице ДГ.1 переводится из угла наклона в коэффициент трения корки.

Таблица ДГ.1 — Перевод значений угла наклона в коэффициент трения корки

Коэффициент трения корки Ктр					
Угол наклона платформы		мин			
		0	15	30	45
Град.	0	0,0000	0,0044	0,0087	0,0131
	1	0,0175	0,0218	0,0262	0,0306
	2	0,0349	0,0393	0,0437	0,0480
	3	0,0524	0,0568	0,0612	0,0656
	4	0,0699	0,0743	0,0787	0,0831
	5	0,0875	0,0919	0,0963	0,1007
	6	0,1051	0,1095	0,1139	0,1184
	7	0,1228	0,1272	0,1317	0,1361
	8	0,1405	0,1450	0,1495	0,1539
	9	0,1584	0,1629	0,1673	0,1718
	10	0,1763	0,1808	0,1853	0,1899

Приложение ДД
(справочное)

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного в нем международного стандарта

Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного международного стандарта представлено в таблице ДД.1.

Указанное в таблице изменение структуры настоящего стандарта относительно структуры примененного международного стандарта обусловлено приведением в соответствие с требованиями, установленными в ГОСТ Р 1.5.

Таблица ДД.1

Структура настоящего стандарта	Структура международного стандарта ISO 13500:2008 [1]
1 Область применения	1 Область применения
2 Нормативные ссылки	2 Нормативные ссылки
3 Термины и определения	3 Термины, определения, обозначения и сокращения 3.1 Термины и определения 3.2 Обозначения и сокращения
4 Обозначения и сокращения	4 Требования
5 Технические характеристики и испытания	5 Калибровка
5.1 Барит	6 Упаковочные материалы
5.2 Гематит	7 Барит
5.3 Глинопорошок	8 Гематит
5.4 Полимеры на основе эфиров целлюлозы	9 Бентонит
5.5 Реагенты на основе крахмала	10 Необработанный бентонит
5.6 Биополимер микробиологического происхождения (например, ксантановая смола)	11 Бентонит марки ОСМА
5.7 Смазочные добавки буровых растворов	12 Аттапульгит
	13 Сепиолит
	14 Карбоксиметилцеллюлоза малой вязкости технического сорта (CMC-LVT)
	15 Карбоксиметилцеллюлоза высокой вязкости технического сорта (CMC-HVT)
	16 Крахмал
	17 Полианионная целлюлоза низкой вязкости (PAC-LV)
	18 Полианионная целлюлоза высокой вязкости (PAC-HV)
	19 Ксантановая смола для буровых растворов
Приложение ДА (рекомендуемое) Метод определения плотности по ISO 13500:2008 [1]	Приложение А (информативное) Минеральные примеси в барите
Приложение ДБ (рекомендуемое) Метод определения массовой доли фракции, диаметр частиц которого не превышает 6 мкм по ISO 13500:2008 [1]	Приложение Б (информативное) Прецизионность испытания

Окончание таблицы ДД.1

Структура настоящего стандарта	Структура международного стандарта ISO 13500:2008 [1]
Приложение ДВ (справочное) Метод определения показателя статической фильтрации суспензии с использованием прибора ВМ-6	Приложение В (информативное) Примеры вычислений
Приложение ДГ (справочное) Определение коэффициента трения корки на КТК-2	
Приложение ДД (справочное) Сопоставление структуры настоящего стандарта со структурой примененного международного стандарта	
Приложение ДЕ (справочное) Перечень технических отклонений, внесенных в содержание стандарта при его модификации, по отношению к примененному международному стандарту	
Библиография	Библиография

Приложение ДЕ
(справочное)

Перечень технических отклонений, внесенных в содержание стандарта при его модификации, по отношению к примененному международному стандарту

Перечень технических отклонений, внесенных в содержание настоящего стандарта при его модификации, по отношению к примененному международному стандарту приведен в таблице ДЕ.1.

Таблица ДЕ.1

Структурный элемент настоящего стандарта	Структурный элемент примененного международного стандарта	Характеристика технических отклонений и причин внесения
Введение	Введение	В соответствии с Федеральным закон «О техническом регулировании» № 184-ФЗ от 27 декабря 2002 г., статья 2 [3] стандарт не устанавливает требования. В нем в целях добровольного многократного использования устанавливаются характеристики продукции. Стандарт также может содержать правила и методы исследований
2 Нормативные ссылки	2 Нормативные ссылки	Включены дополнительные положения, ссылки, показатели для учета потребности национальной экономики Российской Федерации и особенностей российской национальной стандартизации, а также исключены положения, ссылки, показатели, в соответствии с требованиями ГОСТ Р 1.5 пункт 4.5 в стандарте не допускаются нормативные и справочные ссылки на стандарты организаций, отраслей, общественных организаций и предприятий, технические условия, которые не относятся к общедоступным нормативным документам, принятым (утвержденным и принятым) федеральными органами законодательной или исполнительной власти Российской Федерации
3 Термины и определения	3 Термины, определения, обозначения и сокращения 3.1 Термины и определения 3.2 Обозначения и сокращения	
4 Обозначения и сокращения	4 Требования	Изменены единицы измерений, не предусмотренные [6], как допущенные к применению на территории Российской Федерации
	5 Калибровка	Данный раздел исключен, так как его положения размещены в других разделах настоящего стандарта
	6 Упаковочные материалы	Данный раздел исключен, так как его положения размещены в других разделах настоящего стандарта
5 Технические характеристики и испытания		Структурный элемент введен для объединения разделов, касающихся материалов буровых растворов
5.1.2 Таблица 1 — Технические характеристики барита*		Включение в таблицу 1 графы «Метод определения» для учета потребности национальной экономики Российской Федерации

Продолжение таблицы ДЕ.1

Структурный элемент настоящего стандарта	Структурный элемент примененного международного стандарта	Характеристика технических отклонений и причин внесения
5.1.3.1 Метод определения плотности		Включение метода анализа по ГОСТ 30240.5 для повышения качества материалов и для учета потребности национальной экономики Российской Федерации. Метод определения по ISO 13500:2008 [1] представлен в приложении ДА
5.1.3.1 Метод определения плотности *Реагенты и аппаратура***		Оформлен в соответствии с требованиями ГОСТ Р 1.5, добавлены ссылки на стандарты
5.1.3.2 Метод определения pH водной вытяжки		Включение технической характеристики и метода анализа по ГОСТ 30240.7 для повышения качества материалов и для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
5.1.3.3 Метод определения массовой доли водорастворимых солей на примере кальция		Включение технической характеристики и метода анализа по ГОСТ 4682 для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
5.1.3.6 Метод определения массовой доли фракции, диаметр частиц которой не превышает 6 мкм		Включение метода анализа по ГОСТ 4682 для повышения качества материалов и для учета потребности национальной экономики Российской Федерации. Метод определения по ISO 13500:2008 [1] представлен в приложении ДБ
5.1.3.4 Метод определения массовой доли сернокислого бария		Включение технической характеристики и метода анализа по ГОСТ 4682 для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
5.1.4 Требования безопасности***		Включение разделов для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
5.1.5 Требования к упаковке и хранению***		
5.3 Глинопорошок	9 Бентонит 10 Необработанный бентонит 11 Бентонит марки ОСМА 12 Аттапульгит 13 Сепиолит	Данные разделы объединены в разделе 5.3 настоящего стандарта для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
5.3.1 Общая часть		Изменен текст для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
5.3.3.1 Метод определения выхода глинистого раствора		Включение метода анализа по ГОСТ 25796.1 для повышения качества материалов и для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
5.3.3.5 Метод определения массовой доли песчаной фракции		Включение метода анализа по ГОСТ 25796.3 для повышения качества материалов и для учета потребности национальной экономики Российской Федерации

Продолжение таблицы ДЕ.1

Структурный элемент настоящего стандарта	Структурный элемент примененного международного стандарта	Характеристика технических отклонений и причин внесения
5.4 Полимеры на основе эфиров целлюлозы	14 Карбоксиметил-целлюлоза малой вязкости технического сорта (CMC-LVT) 15 Карбоксиметил-целлюлоза высокой вязкости технического сорта (CMC-HVT) 17 Полианионная целлюлоза низкой вязкости (PAC-LV) 18 Полианионная целлюлоза высокой вязкости (PAC-HV)	Данные разделы объединены в разделе 5.4 полимеры на основе эфиров целлюлозы (КМЦ, ПАЦ, КМОЭЦ, ГЭЦ, ОЭЦ) настоящего стандарта для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
5.4.1 Общая часть		Изменен текст для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
5.4.3.3 Метод определения массовой доли воды		Включение метода анализа по ГОСТ 14870 для повышения качества материалов и для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
5.4.3.5 Метод определения массовой доли основного вещества в абсолютно сухом техническом продукте		Включение метода анализа по ГОСТ 14870 для повышения качества материалов и для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
5.5 Реагенты на основе крахмала	16 Крахмал	Переименование заголовка для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
5.5.3.1 Метод определения массовой доли воды		Включение метода анализа по ГОСТ 14870 для повышения качества материалов и для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
5.5.3.2 Определение растворимости в воде		Включение метода анализа по ГОСТ 10163 для повышения качества материалов и для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
5.5.3.3 Определение pH раствора		Включение метода анализа по ГОСТ 10163 для повышения качества материалов и для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
5.6 Биополимер микробиологического происхождения (например, ксантановая смола)	19 Ксантановая смола для буровых растворов	Переименование заголовка для учета потребности национальной экономики Российской Федерации, известны другие биополимеры микробиологического происхождения для буровых растворов с данными свойствами
5.7 Смазочные добавки буровых растворов		Включение раздела для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
Приложение ДА (рекомендуемое) Метод определения плотности по ISO 13500:2008 [1]	Приложение ДА (информативное) Минеральные примеси в барите	Сохранение метода определения для гармонизации с ISO 13500:2008 [1]

Окончание таблицы ДЕ.1

Структурный элемент настоящего стандарта	Структурный элемент примененного международного стандарта	Характеристика технических отклонений и причин внесения
Приложение ДБ (рекомендуемое) Метод определения массовой доли фракции, диаметр частиц которого не превышает 6 мкм по ISO 13500:2008 [1]	Приложение ДБ (информативное) Претенциозность испытания	Сохранение метода определения для гармонизации с ISO 13500:2008 [1]
Приложение ДВ (справочное) Метод определения показателя статической фильтрации суспензии с использованием прибора ВМ-6	Приложение ДВ (информативное) Примеры вычислений	Включение метода анализа для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
Приложение ДГ (справочное) Определение коэффициента трения корки на КТК-2		Включение метода анализа для учета потребности национальной экономики Российской Федерации
Библиография	Библиография	В соответствии с требованиями ГОСТ Р 1.5, пункт 4.5 в стандарте не допускаются нормативные и справочные ссылки на стандарты организаций, отраслей, общественных организаций и предприятий, технические условия, которые не относятся к общедоступным нормативным документам, принятым (утвержденным и принятым) федеральными органами законодательной или исполнительной власти

* Данный элемент таблицы введен во всех таблицах технических характеристик материалов.

** В разделах «Реагенты и аппаратура» настоящего стандарта добавлены ссылки на российские нормативные документы.

*** Разделы «Требования безопасности» и «Требования к упаковке и хранению» приведены по каждому материалу настоящего стандарта.

Библиография

[1] ISO 13500:2008 — Petroleum and natural gas industries — Drilling fluid materials — Specifications and tests (Нефтяная и газовая промышленность. Материалы для приготовления буровых растворов. Технические условия и испытания)

[2] Руководящий документ ОАО НПО «Бурение» РД 39-00147001-773—2004 — Методика контроля параметров буровых растворов

[3] Федеральный закон «О техничвском регулировании» № 184-ФЗ от 27 декабря 2002 г., статья 2

[4] Федеральные нормы и правила в области промышленной безопасности «Об утверждении «Правила безопасности в нефтяной и газовой промышленности» (утверждены приказом Федеральной службы по экологическому, технологическому и атомному надзору от 12 марта 2013 г. № 101)

[5] Германский патент № 323303, 1921 г., Janson J.

[6] Постановление Правительства РФ «Об утверждении Положения о единицах величин, допускаемых к применению в Российской Федерации» № 879 от 31 октября 2009 г.

УДК 622.24.05:006.354 ОКС 75.180.10 ОКП 36 6100

Ключевые слова: материалы буровых растворов, технические условия, испытания

Редактор *С.А. Кузьмин*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *И.А. Королева*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 20.06.2016. Подписано в печать 29.06.2016. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 6,05. Уч.-изд. л. 4,84. Тираж 32 экз. Зак 1555.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва. Гранатный пер., 4.
www.gostinfo.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru