МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ 33696— 2015 (ISO 10416:2008)

РАСТВОРЫ БУРОВЫЕ

Лабораторные испытания

(ISO 10416:2008, MOD)

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2—2015 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН Обществом с ограниченной ответственностью «Энергосертпродукт» (ООО «Энергосертпродукт») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык международного стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандарт)

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол от 12 ноября 2015 г. №82-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ISO 3166) 004—97	Код страны по МК (ISO 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	Минэкономики Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Казахстан	KZ	Госстандарт Республики Казахстан
Таджикистан	TJ	Таджикстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 5 июля 2016 г. № 808-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 33696—2015 (ISO 10416:2008) введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 августа 2017 г.

5 Настоящий стандарт модифицирован по отношению к международному стандарту ISO 10416:2008 Petroleum and natural gas industries — Drilling fluids — Laboratory testing (Нефтяная и газовая промышленность. Растворы буровые. Лабораторные испытания) путем изменения отдельных фраз (слов, значений показателей, ссылок), которые выделены в тексте курсивом, путем изменения содержания отдельных структурных элементов, которые выделены вертикальной линией, расположенной на полях этого текста. Разъяснения приведены в дополнительном приложении ДА. Изменения введены с целью согласования данного стандарта с уже действующими нормативными документами.

Настоящий стандарт модифицирован по отношению к указанному международному стандарту путем изменения структуры. Сравнение структуры международного стандарта со структурой настоящего стандарта приведено в дополнительном приложении ДБ.

Международный стандарт разработан международным Техническим комитетом ISO/TC 67 «Материалы, оборудование и морские сооружения для нефтяной и газовой промышленности», Подкомитетом SC 3 «Буровые растворы и растворы для закачивания и цементирования скважин».

Перевод с английского языка (en).

Степень соответствия — модифицированная (MOD)

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ежемесячном информационном указателе «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

В Российской Федерации 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 . . . 2
5 Барит . . . 4
6 Характеристики барита . . . 9
7 Абразивная способность утяжеляющих материалов . . . 11
8 Ртуть в барите для буровых растворов . . . 13
9 Кадмий и свинец в барите для буровых растворов . . . 16
10 Мышьяк в барите для буровых растворов . . . 18
11 Тампонирующие материалы для восстановления циркуляции . . . 21
12 Реактивы для контроля фильтрации . . . 23
13 Испытание метиленовой синью для выбуренных твердых частиц и товарного бентонита . . . 29
14 Испытание дефлокуляции для понизителя вязкости . . . 32
15 Испытания базовых масел, используемых в буровых растворах . . . 36
16 Содержание ионов калия. Метод ион-селективного электрода . . . 38
17 Содержание ионов кальция. Метод ион-селективного электрода . . . 41
18 Содержание ионов натрия. Метод ион-селективного электрода . . . 44
19 Плотность твердых частиц. Стереопикнометрический метод . . . 46
20 Плотность твердых частиц. Метод воздушного пикнометра сравнения . . . 47
21 Выдерживание буровых растворов на водной основе . . . 48
22 Выдерживание буровых растворов на нефтяной основе . . . 55
23 Испытание на отделяемость частиц сланца при горячем вращении . . . 61
24 Материалы для приготовления буровых растворов. Высоковязкая полианионная целлюлоза (ПАЦ-В) (обычная) . . . 63
25 Материалы для приготовления буровых растворов. Низковязкая полианионная целлюлоза (ПАЦ-Н) . . . 66
26 Приготовление и оценка инвертно-эмульсионных буровых растворов . . . 68
27 Испытание буровых растворов на фильтрацию при высокой температуре/высоком давлении с помощью прибора для определения проницаемости и ячеек с заглушками, закрепляемыми стопорными винтами . . . 72
28 Испытание буровых растворов на фильтрацию при высокой температуре/ высоком давлении с помощью прибора для опередения проницаемости и ячеек с резьбовыми заглушками . . . 80
Приложение ДА (справочное) Перечень технических отклонений . . . 89
Приложение ДБ (справочное) Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта . . . 93
Библиография . . . 93

Введение

Настоящий стандарт, устанавливающий методы испытаний материалов для буровых растворов, разработан на основе ISO 10416:2008. Настоящий стандарт разработан ввиду более требовательных методов испытаний. Испытания по настоящему стандарту разработаны в течение нескольких лет группой промышленных экспертов и были идентифицированы как воспроизводимые и точные. Испытания предназначаются для выполнения на оборудовании с лабораторной настройкой, но могут также применяться в полевых испытаниях с более жесткими условиями и оборудованием, чем обычно встречаются в наборе полевых испытаний буровых растворов.

Данные испытания разработаны для оценки определенных параметров буровых растворов. Данные свойства не обязательно используются для поддержания бурового раствора для полевого применения. Испытания, обеспечивающие большую точность или различные свойства и отличные от испытания по настоящему стандарту, приведены в стандартах по полевым испытаниям ISO 10414-1 и ISO 10414-2.

Пользователям настоящего стандарта следует знать, что подробные или отличающиеся требования могут быть необходимы для отдельных применений. Настоящий стандарт не запрещает изготовителю предлагать или покупателю принимать альтернативное оборудование или конструкторские решения для отдельного применения. В частности, это может быть применимо, если предлагается новаторская или разрабатываемая технология. Если предлагается альтернатива, изготовитель должен обозначить любые отличия от настоящего стандарта и обеспечить дополнительную информацию.

Как и в любой другой лабораторной процедуре, требующей использования потенциально опасных химикатов и оборудования, ожидается, что пользователь прошел надлежащую подготовку и обладает необходимыми знаниями в пользовании и избавлении от данных потенциально опасных материалов. Пользователь несет ответственность за соблюдение всех соответствующих местных, региональных и национальных требований для рабочих, местных регламентов здоровья, безопасности и окружающей среды.

Настоящий стандарт содержит сноски, предоставляющие примеры оборудования, реактивов и иногда поставщика(ов) доступных для торговли материалов. Данная информация приведена для удобства пользователей настоящего стандарта. Эквивалентные продукты могут использоваться, если доказано, что их применение приводит к аналогичным результатам.

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РАСТВОРЫ БУРОВЫЕ

Лабораторные испытания

Drilling fluids.
Laboratory testing

Дата введения — 2017—08—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы лабораторных испытаний материалов для буровых растворов, физико-химических и технологических характеристик буровых растворов как базовых, так и составных жидкостей.

Настоящий стандарт не предоставляет подробное руководство по процедурам контроля буровых растворов. Рекомендации по перемешиванию и испытательной температуре приведены из-за их значительного влияния на свойства буровых растворов.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 33—2000 (ИСО 3104—94) Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости

ГОСТ 1756—2000 (ИСО 3007—99) Нефтепродукты. Определение давления насыщенных паров

ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ ISO 2719—2013 Нефтепродукты. Методы определения температуры вспышки в закрытом тигле Пенски-Мартенса

ГОСТ ISO 3405—2013 Нефтепродукты. Определения фракционного состава при атмосферном давлении

ГОСТ 3900—85 Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности

ГОСТ 4682—84 Концентрат баритовый. Технические условия

ГОСТ 5066—91 (ИСО 3013—74) Топлива моторные. Методы определения температуры помутнения, начала кристаллизации и кристаллизации

ГОСТ 6613—86 Сетки проволочные тканые с квадратными ячейками. Технические условия

ГОСТ 6709—72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 12329—77 Нефтепродукты и углеводородные растворители. Метод определения анилиновой точки и ароматических углеводородов

ГОСТ 33213—2014 (ISO 10414-1:2008) Контроль параметров буровых растворов в промысловых условиях. Растворы на водной основе

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 ссылочный стандарт

Издание официальное

заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 **реактивы для приготовления бурового раствора m** (reagent grade): Химические вещества, отвечающие стандартам чистоты.

3.2 **базовое масло** (base oil): Углеводородное масло без каких-либо твердых частиц и воды, широко применяемое в промышленности буровых растворов для приготовления и/или растворения жидкостей для глушения или буровых растворов на водной основе.

Примечания

1 Широко применяемые базовые масла часто называются «минеральными маслами», «масло селективной очистки» или «абсорбционное масло», а также «дизельные масла».

2 См. раздел 15.

3.3 **дарси k** (darcy k): Проницаемость пористой среды, в которой один дарси является потоком однофазной жидкости с вязкостью 1 сП, полностью заполняющей пустоты пористой среды, текущим через пористую среду при условиях вязкого течения при скорости 1 $см^3/с$ через площадь поперечного сечения 1 $см^2$ под действием давления или эквивалентного градиента гидравлического давления 1 атм/см.

Примечание — 1 сП = 1 мПа·с.

3.4 **сторона осаждения** (flash side): Сторона с углублением, содержащая остаток («осаждение») от измельчения.

3.5 **квартование** (quarter): Смешивание и разделение на четыре пробы для обеспечения однородности проб.

3.6 **мгновенная водоотдача** (spurt loss): Объем жидкости, проходящий через фильтрующую среду перед образованием фильтрационной корки.

3.7 **отбор пробы с помощью трубы** (tube sampling): Метод отбора проб, включающий забор порошкообразной пробы из мешка или насыпи с помощью цилиндрического устройства, вставляемого в пробу, закрываемого и вытаскиваемого.

4 Обозначения и сокращения

В настоящем стандарте используют следующие обозначения:

a — истирание, в миллиграммах в минуту;

C — концентрация;

$C_{B, A}$ — концентрация бентонита, в килограммах на кубический метр;

$C_{B, B}$ — концентрация бентонита, в фунтах на баррель;

$C_{DS, A}$ — концентрация выбуренных твердых частиц, в килограммах на кубический метр;

$C_{DS, B}$ — концентрация выбуренных твердых частиц, в фунтах на баррель;

$C_{LG, A}$ — концентрация твердых частиц малой плотности, в килограммах на кубический метр;

$C_{LG, B}$ — концентрация твердых частиц малой плотности, в фунтах на баррель;

$C_{MBT\text{-}AVE}$ — среднее значение поглощения метиленовой сини для твердых частиц малой плотности, в милиэквивалентах на сто граммов;

$C_{MBT\text{-}B}$ — поглощение метиленовой сини товарного бентонита, в милиэквивалентах на сто граммов;

$C_{MBT\text{-}DS}$ — поглощение метиленовой сини выбуренных твердых частиц, в милиэквивалентах на сто граммов;

d — внутренний диаметр;

D — внешний диаметр;

$E_{BE, A}$ — эквивалент бентонита, выраженный в килограммах на кубический метр;

$E_{BE, B}$ — эквивалент бентонита, выраженный в фунтах на баррель;

e — эффективность понизителя вязкости, в процентах;

F_{PI} — показатель качества (математический символ);

H_c — исправленное показание ареометра (показание ареометра за вычетом составной поправки);

l — рабочая высота ареометра, в сантиметрах (см. таблицу 2);
G_{10s} — студенистый осадок после 10 с;
G_{10min} — студенистый осадок после 10 мин;
m_{As} — масса мышьяка в обработанной пробе, в микрограммах;
m_b — начальная масса лопасти, в миллиграммах;
m_B — масса пробы коммерческого бентонита, в граммах;
m_h — масса воды, требуемой для регулирования содержания твердых частиц, в граммах;
m_l — заданная масса суспензии, в граммах;
m_d — масса высушенной пробы, в граммах;
m_{DS} — масса пробы выбуренных твердых частиц, в граммах;
m_f — конечная масса лопасти, в миллиграммах;
m_{Hg} — масса ртути в обработанной пробе, в граммах;
m_0 — масса первичной пробы, в граммах;
m_r — масса остатка, в граммах;
m_s — масса пробы, в граммах;
PI — показатель качества;
P_{df} — щелочность буровых растворов по фенолфталеину;
p_r — характеристика эталонного понизителя вязкости, например, предел текучести или предельное статическое напряжение сдвига в соответствии с ГОСТ 33213;
p_s — характеристика испытательной пробы, например, предел текучести или предельное статическое напряжение сдвига в соответствии с ГОСТ 33213;
t_1 — время начального показания, в минутах;
t_2 — время конечного показания, в минутах;
ω_{As} — массовая доля мышьяка в пробе, в микрограммах на грамм;
ω_{Cd} — массовая доля кадмия в пробе, в микрограммах на грамм;
ω_d — массовая доля пробы в суспензии, в процентах;
ω_h — влажность, в процентах массовой доли;
ω_s — массовая доля твердых частиц, в процентах;
ω_{Hg} — массовая доля ртути в пробе, в микрограммах на грамм;
ω_f — часть материала более мелкого, чем сито, в процентах (массовая доля);
ω_{Pb} — массовая доля свинца в пробе, в микрограммах на грамм;
ω_r — масса, не прошедшая через сито (массовый остаток), выраженная как массовая доля в процентах;
t — время, в минутах;
V — объем раствора метиленовой сини, используемого при титровании, в кубических сантиметрах;
V_c — объем фильтрата, собранный в интервале времени между 7,5 и 30 мин., *в кубических сантиметрах*;
V_f — исправленный объем фильтрата, *в кубических сантиметрах;*
V_o — объем раствора, *в кубических сантиметрах*;
V_s — объем пробы, *в кубических сантиметрах*;
V_{PPT} — объем PPT, *в кубических сантиметрах*;
V_1 — мгновенная водоотдача, *в кубических сантиметрах*;
$V_{7,5}$ — объем фильтрата после 7,5 мин., *в кубических сантиметрах*;
V_{30} — объем фильтрата после 30 мин., *в кубических сантиметрах*;
v_f — статический показатель фильтрации (скорость потока), в миллилитрах в минуту;
Y_ρ — предел текучести, в паскалях;
ρ — плотность, *в граммах на кубический сантиметр*;
ρ_{Cd} — плотность кадмия в обработанной пробе, *в микрограммах на кубический сантиметр;*
ρ_{Pb} — плотность свинца в обработанной пробе*, в микрограммах на кубический сантиметр;*
η — вязкость воды при испытательной температуре, в *миллипаскаль-секундах* (см. таблицу 1);
η_A — кажущаяся вязкость, в *миллипаскаль-секундах*;
η_P — пластическая вязкость, в *миллипаскаль-секундах*;
η_{600} — показания вязкости при скорости вискозиметра 600 об/мин, в *миллипаскаль-секундах*.

В настоящем стандарте применяют следующие сокращения:

AA — атомно-абсорбционная спектроскопия;
ACS — американское химическое общество;
API — американский нефтяной институт;

ASTM — американское общество по испытанию материалов;
BB — шарикоподшипник;
DCP — плазма постоянного тока;
DS — выбуренные твердые частицы;
EDTA — этилендиаминтетрауксусная кислота;
HTHP — высокотемпературный, с высоким давлением;
ICP — индуктивно связанная плазма;
IP — стандарт, разработанный Энергетическим институтом (ранее Институт нефти);
ISA — устройство для регулировки ионной силы;
ISE — ион-селективный электрод;
LGS — твердые частицы малой плотности;
MBT — испытание метиленовой синью;
ПАЦ-В — полианионная целлюлоза высокой вязкости;
ПАЦ-Н — полианионная целлюлоза низкой вязкости;
PPA — прибор для определения проницаемости;
PPT — испытание для определения проницаемости;
PTFE — политетрафторэтилен.

5 Барит

5.1 Принцип

Мелкие фракции представляют собой частицы от 2 до 10 мкм эквивалентного сферического диаметра и считаются нежелательными в буровых растворах при высоких концентрациях. Методы ситового и седиментационного анализа для определения концентрации мелких фракций приведены в 5.2—5.6.

5.2 Реактивы и оборудование

5.2.1 Диспергирующий раствор

Готовят раствор 40 г гексаметафосфата натрия и 3,6 г карбоната натрия, растворенных в 1000 см^3 деионизированной или дистиллированной воды. Карбонат натрия используется для регулирования pH, равного 9,0 или немного меньше. После первоначального регулирования pH проверяют значение pH в день применения раствора. Когда pH становится ниже 8,0, сливают раствор.

5.2.2 Сушильный шкаф с регулируемой температурой до (105 ± 3) °C [(220 ± 5) °F].

5.2.3 Мешалка со скоростью вращения (11500 ± 300) об/мин, с одинарным ребристым рабочим колесом диаметром 25,4 мм (1 дюйм).

5.2.4 Емкость для перемешивания глубиной 180 мм (7 и 1/8 дюйма), диаметром *d* верхней части 97 мм (3 и 3/4 дюйма), диаметром *d* основания 70 мм (2 и 3/4 дюйма).

5.2.5 Сита с размерами ячейки 71, 45 и 30 мкм.

5.2.6 Секундомер с прямым показанием отсчета и точностью от 0 до 30 мин. в течение времени испытания.

5.2.7 Пробка резиновая, размер 13 [диаметром верхней части 68 мм (2 и 2/3 дюйма) и диаметром основания 58 мм (2 и 1/4 дюйма)].

5.2.8 *Промывные склянки: одна — содержащая 125 см^3 диспергирующего раствора, растворенного в 1 дм^3 дистиллированной воды, и одна — с дистиллированной водой.*

5.2.9 Весы с точностью взвешивания ± 0,01 г.

5.2.10 Термометр диапазоном от 16 до 32 °C (от 60 до 90 °F), с точностью ± 0,5 °C (± 1 °F).

5.2.11 Мерный стакан *250 см^3*.

5.2.12 Водяная баня или комната с постоянной температурой, способная поддерживать постоянную температуру приблизительно 20 °C (68 °F).

5.2.13 Цилиндр стеклянный для отстаивания высотой 457 мм (18 дюймов), диаметром 63,5 мм (2,5 дюйма) с меткой объема *1000 см^3*.

5.2.14 Ареометр ASTM № 151H согласно стандарту [8], градуированный для снятия показаний плотности суспензии.

5.2.15 Посуда для выпаривания.

5.2.16 Шпатели лабораторные различных размеров.

5.2.17 Влагопоглотитель с осушителем из сульфата кальция или эквивалентного вещества.
5.2.18 Струйная форсунка.

5.3 Отбор проб

Отбирают четыре пробы барита по 10 г и одну пробу барита 80 г с помощью трубы и квартования.

5.4 Расчет влажности

5.4.1 Взвешивают (10 ± 0,01) г барита, отобранного согласно 5.3.
5.4.2 Высушивают до постоянной массы при температуре (105 ± 3) °С [(220 ± 5) °F].
5.4.3 Охлаждают пробу во влагопоглотителе и взвешивают.
5.4.4 Вычисляют влажность ω_h, % (массовая доля), по формуле:

$$\omega_h = 100\frac{m_0 - m_d}{m_0}, \quad (1)$$

где m_0 — масса первичной пробы, г;
m_d — масса высушенной пробы, г.

5.5 Ситовый анализ

5.5.1 Взвешивают (10 ± 0,01) г барита, отобранного согласно 5.3, помещают в емкость для перемешивания. Добавляют *44 см³* диспергирующего раствора. Перемешивают пробу вручную и разбавляют до объема *350 см³* дистиллированной водой. Перемешивают в мешалке в течение 5 мин.

5.5.2 Промывают пробу растворенным диспергирующим раствором на сите № 0071 по *ГОСТ 6613*. Продолжают промывку *400 см³* разбавленного диспергирующего раствора с помощью промывной склянки. Затем промывают материал на сетке водопроводной водой через струйную форсунку при давлении 70 кПа (10 фунт/дюйм²) в течение 2 мин.

Во время промывки опирают коленчатый изгиб форсунки на край сита и перемещают струю по поверхности сетки. После промывки водопроводной водой промывают пробу не менее двух раз дистиллированной водой. Затем пересыпают остаток с сетки в тарированную посуду для выпаривания, удалив остаток с сетки с помощью дистиллированной воды.

5.5.3 Высушивают остаток в сушильном шкафу до постоянной массы, охлаждают во влагопоглотителе. Взвешивают с точностью ± 0,01 г.

5.5.4 Повторяют процедуры по 5.5.1, 5.5.2 и 5.5.3, используя сита по *ГОСТ 6613* с размерами ячеек 45 и 30 мкм и отдельные пробы барита.

5.5.5 Вычисляют массу высушенной пробы m_d, г, массу остатка ω_r, г, и часть материала более мелкого, чем сито ω_f, % (массовая доля), по следующим формулам:

$$m_d = m_0\frac{100 - \omega_h}{100}; \quad (2)$$

$$\omega_r = 100\frac{m_r}{m_d}; \quad (3)$$

$$\omega_f = 100 - \omega_r, \quad (4)$$

где ω_h — влажность, % (массовая доля), как указано в 5.4.4;
m_0 — масса испытуемого образца, г;
ω_r — остаток, задержанный на сите, % (массовая доля).

5.6 Седиментационный анализ

5.6.1 Взвешивают (80 ± 0,1) г барита, отобранного согласно 5.3, и помещают в емкость для смешивания. Добавляют (*125 ± 2) см³* диспергирующего раствора. Перемешивают пробу вручную и разбавляют до объема *400 см³* дистиллированной водой. Перемешивают в мешалке в течение 5 мин.

5.6.2 Переливают смесь в цилиндр вместимостью *1000 см³* для отстаивания и доводят дистиллированной водой до метки *1000 см³*. Тщательно перемешивают содержимое, постоянно изменяя положение цилиндра от вертикального до перевернутого положения и обратно в течение 60 с, удерживая резиновую пробку на вершине цилиндра.

5.6.3 Устанавливают цилиндр на рабочей поверхности и без промедления запускают счетчик времени. Погружают термометр в суспензию пробы.

5.6.4 Снимают показания ареометра и термометра после 5, 10, 20, 40, 90, 180 и 360 мин. (данная процедура позволяет получить размеры частиц в диапазоне от менее 2 мкм до более 10 мкм).

При снятии показаний ареометра осторожно погружают ареометр за 25 с перед снятием показания на приблизительную глубину считывания. Как только показания сняты, осторожно извлекают ареометр. Промывают ареометр деионизированной или дистиллированной водой и высушивают.

5.6.5 Вычисляют массовую долю пробы в суспензии ω_d, %, по формуле (5) и диаметр частицы D (эквивалентный сферический диаметр), мкм, по формуле (6) (см. последующие примеры листов данных и расчетов):

$$\omega_d = \frac{100\,000\rho}{m_d(\rho-1)}(H_c - 1), \quad (5)$$

где m_d — масса высушенной пробы, г;

ρ — плотность пробы барита, *г/см*^{3} (определенная в соответствии со стандартом [7], раздел 7);

H_c — исправленное показание ареометра [показание ареометра за вычетом составной поправки (см. 5.6.7 и 5.6.8)],

$$D = 100\sqrt{\frac{30\eta l}{980(\rho-1)t}} = 17{,}5\sqrt{\frac{\eta l}{(\rho-1)t}}, \quad (6)$$

где η — вязкость воды при испытательной температуре, *мПа·с* (см. таблицу 1);

l — рабочая высота ареометра, см (см. таблицу 2);

t — временной интервал от начала отстаивания до снятия показаний, мин.

Таблица 1 — Вязкость воды при различных температурах

Температура θ		Вязкость η[1)]	Температура θ		Вязкость η[1)]
°C	°F	мПа·с	°C	°F	мПа·с
15,6	60	1,1225	22,2	72	0,9533
16,1	61	1,1061	22,8	73	0,9399
16,7	62	1,0911	23,3	74	0,9291
17,2	63	1,0779	23,9	75	0,9163
17,8	64	1,0611	24,4	76	0,9058
18,3	65	1,0479	25,0	77	0,8937
18,9	66	1,0324	25,6	78	0,8815
19,4	67	1,0197	26,1	79	0,8717
20,2	68	1,0050	26,7	80	0,8601
20,6	69	0,9904	27,2	81	0,8507
21,1	70	0,9785	27,8	82	0,8396
21,7	71	0,9646	28,3	83	0,8305

1) Значения рассчитывают по следующей формуле:

$$\eta = \frac{1}{0{,}021482\left[(\theta - 8{,}435) + \sqrt{8078{,}4 + (\theta - 8{,}435)^2}\right] - 1{,}2},$$

где η — вязкость, мПа·с;

θ — температура, °C.

Примечание — См. стандарты [3] и [4].

Пример — Типичный лист данных для барита и выполнение расчета

Лист данных для барита плотностью 4,30					
Время t, мин	***Показания ареометра ρ, г/см³***	***Температура θ***		***Отклонение ареометра от кривой, г/см³***	***Исправленное показание ареометра H_c, г/см³***
		°C	***°F***		
5	***1,0350***	***25,5***	***78***	***– 0,0019***	***1,0331***
10	***1,0280***	***25,5***	***78***	***– 0,0019***	***1,0261***
20	***1,0210***	***25,5***	***78***	***– 0,0019***	***1,0191***
40	***1,0140***	***25,5***	***78***	***– 0,0019***	***1,0121***
90	***1,0120***	***25,5***	***78***	***– 0,0019***	***1,0101***
180	***1,0085***	***25,0***	***77***	***– 0,0020***	***1,0065***
360	***1,0070***	***25,0***	***77***	***– 0,0020***	***1,0050***

$$w_d = \frac{100\,000\,(4,30)\,(1,0261-1)}{80\,(4,30-1)} = 42,5\%;$$

$$D = 17,5\sqrt{\frac{\eta \cdot l}{(\rho-1)t}} = 17,5\sqrt{\frac{(0,8837)\,8,9}{(4,30-1)10}} = 8,5.$$

Таблица 2 — Значения рабочей высоты

Неисправленное показание ареометра, *см*	Рабочая высота *l*		Неисправленное показание ареометра, *см*	Рабочая высота *l*	
	см	дюйм		см	дюйм
1,000	16,3	6,42	1,020	11,0	4,33
1,001	16,0	6,30	1,021	10,7	4,21
1,002	15,8	6,22	1,022	10,5	4,13
1,003	15,5	6,10	1,023	10,2	4,02
1,004	15,2	5,98	1,024	10,0	3,93
1,005	15,0	5,91	1,025	9,7	3,81
1,006	14,7	5,79	1,026	9,4	3,70
1,007	14,4	5,67	1,027	9,2	3,62
1,008	14,2	5,59	1,028	8,9	3,50
1,009	13,9	5,47	1,029	8,6	3,39
1,010	13,7	5,39	1,030	8,4	3,20
1,011	13,4	5,28	1,031	8,1	3,31
1,012	13,1	5,16	1,032	7,8	3,07
1,013	12,9	5,08	1,033	7,6	2,99
1,014	12,6	4,96	1,034	7,3	2,87
1,015	12,3	4,84	1,035	7,0	2,76
1,016	12,1	4,76	1,036	6,8	2,68
1,017	11,8	4,65	1,037	6,5	2,56
1,018	11,5	4,53	1,038	6,2	2,44
1,019	11,3	4,45			

5.6.6 Отображают процентное содержание (массовую долю) пробы в суспензии ω_d на арифметической шкале в качестве ординаты (обозначаемой «Суммарное содержание частиц более мелких, чем сито») и диаметр частиц *D* на логарифмической шкале в качестве абсциссы.

5.6.7 Составная поправка находится по кривой, построенной для каждого ареометра (следует обратить внимание на то, что поправка является отрицательным числом). Поправка является необходимой по следующим причинам.

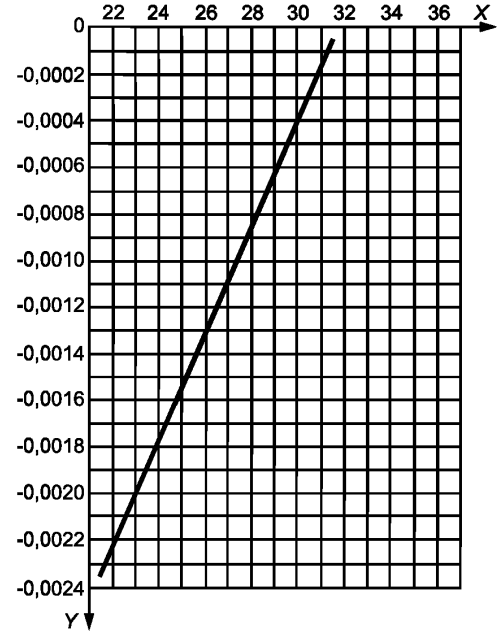
a) Формулы для процентного содержания барита, оставшегося в суспензии, в 5.6.5, основываются на использовании деионизированной или дистиллированной воды с диспергирующими веществами. В результате плотность раствора больше, чем плотность чистой воды.

b) Ареометры калибруют при 20 °C (68 °F), и отклонения от данной стандартной температуры приводят к погрешностям в фактических показаниях ареометра. Общая погрешность показаний возрастает при возрастании отклонений от стандартной температуры.

c) Ареометры градуируются изготовителем для снятия показаний в основании мениска, образованного жидкостью на столбике. Так как невозможно снять показания суспензии барита в основании мениска, показания следует снимать в верхней части и применять поправку.

5.6.8 Сумма поправок для трех перечисленных пунктов обозначается как составная поправка и может быть определена экспериментально следующим образом.

a) Графики или таблицы составных поправок для температуры через один градус для диапазона ожидаемой испытательной температуры могут быть подготовлены и использованы при необходимости. Измерение составной поправки может быть проведено при нескольких температурах, охватывающих диапазон ожидаемых испытательных температур, и поправках для испытательных температур, вычисленных с учетом прямой зависимости для наблюдаемых значений (см. рисунок 1).



X — температура испытания, °C;
Y — поправка для наблюдаемого показания ареометра при испытательной температуре, г/мл

Рисунок 1 — Пример графика составных поправок для ареометра

b) Готовят *1000 см*^{3} жидкости, состоящей из дистиллированной воды и диспергирующего вещества в пропорции, аналогичной пропорции для седиментационного испытания. Переливают жидкость в цилиндр для отстаивания. Цилиндр помещают в водяную баню с постоянной температурой, установленной для одного из двух выбранных значений температуры. Когда температура жидкости становится постоянной, осторожно погружают ареометр и после короткого интервала для уравновешивания температуры ареометра снимают показания в верхней части мениска, образованного на стержне.

Для ареометра 151H составная поправка равна единица минус данное показание. Доводят жидкость и ареометр до второго выбранного значения температуры и снимают аналогично показания.

6 Характеристики барита

6.1 Принцип

6.1.1 Реологические свойства утяжеленного бурового раствора изменяются в зависимости от плотности, примесей и мелких фракций в барите. Данное испытание сравнивает реологические свойства буровых растворов с баритом с аналогичной системой с калибровочным баритом для испытаний (стандарт [7], пункт 4.2) или баритом с известными удовлетворительными характеристиками.

6.1.2 Буровой раствор представляет собой раствор предварительно гидратированного бентонита/лигносульфоната в пресной воде. Индикатором нежелательных характеристик вследствие излишних примесей и/или мелких фракций может являться барит для сравнения со значительно низшими реологическими свойствами, чем испытательный барит.

6.1.3 Данное испытание не выявляет все нежелательные примеси и используется совместно с испытаниями барита в соответствии со стандартом [7] и рекомендуемыми процедурами химического анализа барита.

6.2 Реактивы и оборудование

6.2.1 Реактивы

6.2.1.1 Калибровочный барит для испытаний.

6.2.1.2 Эталонный бентонит.

Запасы калибровочного барита для испытаний и эталонный бентонит хранятся в организации, которая занимается поставками калибровочного барита и эталонного бентонита. Точность результатов для использования данного калибровочного материала является ответственностью самих лабораторий, использующих данный материал.

Для организации или компании, не имеющей доступа к калибровочному бариту для испытаний и эталонному бентониту, испытания могут проводиться с использованием местных материалов, регулируя количество бентонита для получения соответствующей вязкости основных буровых растворов и используя барит с известными характеристиками.

6.2.1.3 Гидроксид натрия, ч., раствор NaOH концентрацией c(NaOH) = 5 моль/л.

6.2.1.4 Лигносульфонат хрома или феррохрома, для межлабораторных сравнений.

Общая проба одного высококачественного лигносульфоната должна быть разделена между лабораториями для проведения испытаний.

6.2.2 Оборудование

6.2.2.1 Сушильный шкаф с регулируемой температурой до (105 ± 3) °C [(220 ± 5) °F].

6.2.2.2 pH-метр.

6.2.2.3 Ячейки для выдерживания, две или более, емкостью *500 см*^{3}, изготовленные из нержавеющей стали.

6.2.2.4 Вискозиметр, способный поддерживать скорости вращения 3, 300 и 600 об/мин, в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 6).

6.2.2.5 Мешалка с высоким усилием сдвига, оборудованная двусторонней лопастью.

6.2.2.6 Регулятор скорости, переменный трансформатор для мешалки с высоким усилием сдвига.

6.2.2.7 *Мензурка вместимостью от 1500 до 2000 см*^{3}.

6.2.2.8 Колба градуированная, вместимостью 1000 *см*^{3}.

6.2.2.9 Емкость*10 дм*^{3}.

6.2.2.10 Весы диапазоном взвешивания от 0 до 3000 г с точностью ± 1 г.

6.2.2.11 Мешалка со скоростью вращения (11500 ± 300) об/мин с одинарным ребристым рабочим колесом диаметром 25,4 мм (1 дюйм).

Рабочее колесо должно заменяться, когда потеря массы составит 10 %. Первоначальная масса лопасти составляет приблизительно 5,5 г.

6.2.2.12 Чашки для мешалки, две или более в зависимости от числа исследуемых проб, глубиной 180 мм (7 и 1/8 дюйма), диаметром d верхней части 97 мм (3 и 3/4 дюйма), диаметром d основания 70 мм (2 и 3/4 дюйма).

6.3 Приготовление основного бурового раствора

6.3.1 Готовят *3,5 дм*^{3} эквивалента жидкого раствора бентонита с pH от 11,8 до 11,9 и показаниями по шкале вискозиметра при 600 об/мин от 20 до 24 при температуре (27 ± 3) °С [(80 ± 5) °F].

Может быть подготовлен больший или меньший объем. Используют подходящую емкость и пропорциональное количество бентонита, воды, лигносульфоната и раствора гидроксида натрия для получения концентрации 59,9 кг/м^3 жидкого раствора бентонита, содержащего 11,4 кг/м^3 лигносульфоната и 3,42 кг/м^3 NaOH.

6.3.2 Для приготовления *3,5 дм*^{3} эквивалента добавляют *3,5 дм*^{3} деионизированной или дистиллированной воды в *10 дм*^{3} емкость. Во время перемешивания в мешалке с высоким усилием сдвига при скорости (8500 ± 1000) об/мин медленно добавляют 210 г бентонита. Располагают вал мешалки с высоким усилием сдвига в смещенном положении относительно центра емкости для максимального усилия сдвига. Продолжают перемешивание в течение 30 мин.

6.3.3 Выдерживают в течение не менее 16 ч в запечатанной емкости при комнатной температуре.

6.3.4 После выдерживания повторно перемешивают раствор в течение 5 мин. в мешалке с высоким усилием сдвига при скорости (8500 ± 1000) об/мин. Медленно добавляют 40 г лигносульфоната, затем добавляют (55 ± 10) *см*^{3} NaOH концентрацией 5 моль/л. Перемешивают в течение 30 мин. после добавления NaOH.

6.3.5 Выдерживают в течение не менее 4 ч в запечатанной емкости при комнатной температуре.

Рекомендуется выдерживать в течение 16 ч, несмотря на возможность использования основного бурового раствора после выдерживания в течение 4 ч.

6.3.6 Перемешивают основной буровой раствор в течение 5 мин. при скорости (8500 ± 1000) об/мин. Измеряют pH бурового раствора и регулируют pH в пределах диапазона от 11,8 до 11,9 с помощью NaOH концентрацией 5 моль/л.

6.3.7 Снимают показания вискозиметра для основного бурового раствора при скорости 600 об/мин при температуре (27 ± 3) °С [(80 ± 5) °F]. Показание по шкале вискозиметра при 600 об/мин должно быть в пределах от 20 до 24. Если показание находится в диапазоне от 18 до 19, увеличение усилия сдвига перемешивания обычно увеличивает показания до допустимого диапазона. Если повторное перемешивание не дает надлежащих показаний, проверяют материалы и используемое оборудование. Если показания находятся в диапазоне от 24 до 28, для регулирования добавляют деионизированную или дистиллированную воду частями по *50 см*^{3}. После каждого добавления перемешивают в течение 10 мин. и проверяют показания по шкале вискозиметра при 600 об/мин. Если показание остается более 24, добавляют больший объем воды, не превышающий *250 см*^{3}. Когда показания по шкале вискозиметра при 600 об/мин попадают в указанный диапазон, измеряют и записывают pH и приступают к процедуре по 6.4.

6.4 Испытание реологических свойств

6.4.1 Отмеряют *240 см*^{3} основного бурового раствора в две или более чашки для мешалки (одна чашка — для каждого исследуемого барита и одна чашка — для калибровочного барита для испытаний).

6.4.2 Во время перемешивания в мешалке медленно добавляют 480 г испытуемой пробы в основной буровой раствор. Перемешивают в течение 5 мин. Очищают стенки емкости для перемешивания всего объема барита. Дополнительно перемешивают в течение 10 мин.

6.4.3 Повторяют процедуру по 6.4.2, используя калибровочный барит для испытаний.

6.4.4 Переливают каждый из утяжеленных растворов в ячейки для выдерживания. Запечатывают и взвешивают ячейки. Записывают массу с точностью ± 1 г.

6.4.5 Выдерживают пробы, вращая в течение 16 ч при температуре (105 ± 3) °С [(220 ± 5) °F].

6.4.6 Охлаждают ячейки до (25 ± 3) °С [(77 ± 5) °F] и взвешивают. Если изменение массы ячейки превышает 5 г по сравнению с результатом в 6.4.4, отклоняют пробу и повторяют испытание.

6.4.7 Открывают ячейки для выдерживания и перемешивают выдержанный буровой раствор в мешалке в течение 5 мин.

6.4.8 В течение 30 с после перемешивания и при температуре пробы (27 ± 3) °С [(80 ± 5) °F] измеряют реологические свойства. Определяют и записывают пластическую вязкость, предел текучести, студенистый осадок после 10 с и студенистый осадок после 10 мин. и pH в соответствии с ГОСТ 33213 (разделы 6 и 11). Также записывают температуру пробы.

6.5 Расчет

6.5.1 Существенные различия между реологическими свойствами раствора калибровочного барита и раствора пробы барита являются наилучшими индикаторами нежелательных характеристик. Барит

с меньшим количеством примесей и мелких фракций обычно имеет более низкие значения пластической вязкости, предела текучести и студенистого осадка, чем калибровочный барит.

6.5.2 Одной из целей сравнения является определение показателя качества F_{PI} различных жидких растворов по следующей формуле:

$$F_{PI} = \eta_P + Y_P + 3\left(G_{10S} + G_{10min}\right), \quad (7)$$

где η_P — пластическая вязкость, *мПа·с*;
Y_P — предел текучести, Па;
G_{10s} — студенистый осадок после 10 с;
G_{10min} — студенистый осадок после 10 мин.

Примечание — В большинстве случаев улучшенные характеристики могут ожидаться, если показатель качества испытательной пробы будет эквивалентен или менее, чем калибровочный барит.

Пример — Если F_{PI} для калибровочного барита равен 150, F_{PI}, равный 150 или менее, указывает на лучшие характеристики барита. В аналогичной последовательности испытания испытуемый барит с F_{PI}, равным 200, может добавлять излишние мелкие фракции и предавать высокую вязкость полевым буровым растворам.

7 Абразивная способность утяжеляющих материалов

7.1 Принцип

7.1.1 Утяжеляющие материалы для буровых растворов могут значительно изменяться относительно абразивных свойств. Данное лабораторное испытание разработано для измерения и оценки относительной абразивной способности.

7.1.2 Испытания проводятся с использованием стандартной испытательной лопасти, прикрепленной к валу мешалки с высоким усилием сдвига для перемешивания основного бурового раствора, содержащего утяжеляющий материал. Потеря массы лопасти используется для вычисления абразивной способности утяжеляющего материала в миллиграммах в минуту.

7.1.3 Данное испытание предназначается для выявления относительного индекса изнашивания для утяжеляющих материалов. Не следует применять материалы, являющиеся причиной абразивного износа полевых систем для буровых растворов.

7.2 Реактивы и оборудование

7.2.1 Эталонный бентонит.

Запасы эталонного бентонита для испытаний хранятся в организации, которая занимается поставками эталонного бентонита. Точность результатов для использования данного калибровочного материала является ответственностью самих лабораторий, использующих данный материал.

7.2.2 Детергент.

7.2.3 *Дистиллированная вода, соответствующая требованиям ГОСТ 6709.*

Для подготовки всех реактивов, калибровочных стандартов и воды для растворения используют дистиллированную воду.

7.2.4 Мешалка со скоростью вращения (11500 ± 300) об/мин, с одинарным ребристым рабочим колесом диаметром 25,4 мм (1 дюйм).

Рабочее колесо должно быть заменено лопастью для испытания на абразивный износ в соответствии с 7.2.8.

7.2.5 Емкость глубиной 180 мм (7 и 1/8 дюйма), диаметром *d* верхней части 97 мм (3 и 3/4 дюйма), диаметром *d* основания 70 мм (2 и 3/4 дюйма).

7.2.6 Весы с точность взвешивания ± 0,0001 г.

7.2.7 Весы с пределом взвешивания до 500 г и с точностью ± 0,1 г.

7.2.8 Лопасть для испытания на абразивный износ стальная диаметром 36,5 мм (1,4 дюйма); плоская сторона толщиной 1,4 мм (0,05 дюйма); твердость по шкале Роквелла 16; с четырьмя волнами глубиной 6,4 мм (0,25 дюйма) и шириной 15,3 мм (0,6 дюйма); центральное отверстие диаметром 7,1 мм (0,28 дюйма); покрытие G-90 массой 12 г.

Каждая лопасть может использоваться до суммарной потери массы 200 мг (приблизительно четыре испытания).

7.2.9 Винт 13 мм (1/2 дюйма), размер 10, крепежный винт с полукруглой головкой, 32 нитки/дюйм резьбы, для крепления лопасти для испытания на абразивный износ на вал абразивной мешалки.

7.2.10 Тахометр с возможностью измерения до (11000 ± 50) об/мин.

7.2.11 Цилиндр мерный, соответствующий требованиям *ГОСТ 1770*, вместимостью (500 ± 2,5) см^3.

7.2.12 Вискозиметр прямого показания в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 6).

7.2.13 Счетчик времени механический или электрический с точностью ± 0,1 мин в течение времени испытания.

7.2.14 Маленькая щетка.

7.3 Определение абразивного износа

7.3.1 Готовят основную суспензию, добавив (15,0 ± 0,1) г эталонного бентонита в *(350 ± 2,5) см^3* дистиллированной воды в емкость во время перемешивания в мешалке. Для испытания необходимо не менее двух таких суспензий.

7.3.2 После перемешивания в мешалке в течение 5 мин. извлекают емкость из мешалки и очищают стенки емкости шпателем, чтобы удалить всю глину, прилипшую к стенкам емкости. Проверяют, вся ли глина, прилипшая к шпателю, перемещена в суспензию.

7.3.3 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание в течение 15 мин. Емкость следует извлекать из мешалки для очистки стенок от глины, прилипшей к стенкам емкости, через интервалы времени 5 мин. Общее время перемешивания после добавления глины должно равняться 20 мин.

7.3.4 Переливают основную суспензию в чашку вискозиметра, поставляемую с вискозиметром прямого чтения. Показания по шкале вискозиметра при 600 об/мин должны регистрироваться, когда будет достигнута постоянная величина. Показания по шкале вискозиметра при 600 об/мин не должны превышать 10 при испытательной температуре (25 ± 1) °С [(77 ± 3) °F]. При необходимости показания по шкале вискозиметра при 600 об/мин основной суспензии могут быть понижены добавлением небольшого количества воды.

7.3.5 Переливают *(300 ± 2,5) см^3* основной суспензии в емкость для перемешивания [берут *(280 ± 2,5) см^3* при испытании барита].

7.3.6 Добавляют (300 ± 1) г утяжеляющих материалов в испытательную емкость с основной суспензией.

7.3.7 Без промедления перед использованием очищают лопасть с помощью детергента и маленькой щетки. Тщательно прополаскивают и высушивают. Взвешивают очищенную и высушенную лопасть для испытания на абразивный износ с точностью ± 0,1 мг. Записывают как m_b (мг).

Следует использовать только лопасти, не подвергшиеся коррозии.

7.3.8 Отсоединяют шнур питания мешалки во избежание несчастных случаев во время установки лопасти. Следует отцентрировать и закрепить лопасть на вал мешалки с помощью стопорной шайбы и винта для испытания на абразивный износ так, чтобы волны были направлены в нисходящем положении.

7.3.9 Не включая мешалку, помещают емкость для перемешивания в мешалку так, чтобы край соприкасался с выключателем расцепляющей катушки. Запускают мешалку несколькими нажатиями кнопки «включения-выключения» для плавного разгона вала до заданной скорости.

Примечание — Резкий пуск может привести к выливанию суспензии из чашки.

Лопасти следует полировать после изготовления для удаления острых краев. Лопасти следует устанавливать в мешалку так, чтобы волны были направлены в нисходящем положении.

7.3.10 Проводят испытание в течение (20 ± 0,1) мин.

7.3.11 Выключают мешалку, разъединяют шнур питания, извлекают емкость для перемешивания и лопасть для испытания на абразивный износ.

7.3.12 Очищают и высушивают лопасть для испытания на абразивный износ и взвешивают с точностью ± 0,1 мг. Записывают как m_f (мг).

7.3.13 Вычисляют абразивный износ a, мг/мин, по следующей формуле:

$$a = \frac{m_b - m_f}{t}, \qquad (8)$$

где m_b — начальная масса лопасти, мг;

m_f — конечная масса лопасти, мг;

t — время, мин (для данной процедуры 20 мин.).

7.3.14 Точность испытания для данной процедуры следующая:

$$r = \pm 0{,}45;$$

$$R = \pm 0{,}78,$$

где r — воспроизводимость в пределах одной лаборатории, максимальное ожидаемое расхождение между результатами двух испытаний одной и той же пробы в одной и той же лаборатории при 95 % доверительном уровне;

R — воспроизводимость между лабораториями, максимальное ожидаемое расхождение между результатами испытаний двух лабораторий одной и той же пробы при 95% доверительном уровне.

Вследствие отличия данного испытания от абсолютного измерения следует осторожно проводить оценку результатов испытаний. Наилучшая оценка достигается при сравнении результатов испытаний пробы с результатами испытаний утяжеляющего материала с доказанными характеристиками.

8 Ртуть в барите для буровых растворов

8.1 Принципы

8.1.1 Данный метод предоставляет определение содержания ртути (Hg) в барите для буровых растворов. Для исследования используют метод атомной абсорбции холодного пара после вываривания и окисления пробы для гарантии того, что большая часть Hg в пробе растворена в водной среде и преобразована в ионы ртути.

8.1.2 Метод атомной абсорбции холодного пара основывается на поглощении энергии света длиной волны 253,7 нм от паров ртути. Hg восстанавливается до элементарной ртути и удаляется из раствора в закрытой системе. Пары Hg проходят через ячейку, помещенную в световой путь лампы — излучателя ртути. Спектральная поглощаемая способность (пиковое значение) измеряется как функция от содержания ртути.

8.2 Реактивы и оборудование

8.2.1 *Дистиллированная вода, соответствующая требованиям ГОСТ 6709.*

Для подготовки всех реактивов, калибровочных стандартов и воды для растворения используют дистиллированную воду.

Примечание — Специальные реактивы с низким содержанием ртути доступны для химических веществ, приведенных в 8.2.2—8.2.7.

8.2.2 Соляная кислота (HCl), х.ч., концентрированная.

8.2.3 Азотная кислота (HNO_3), х.ч., концентрированная.

8.2.4 Смесь азотной и соляной кислот.

Готовят непосредственно перед использованием, осторожно добавив три объема концентрированной соляной кислоты (HCl) в один объем концентрированной азотной кислоты (HNO_3).

8.2.5 Соляная кислота, c_{HCl}= 1,2 моль/л.

Добавляют *100 см*^{3} концентрированной соляной кислоты (HCl) в *500 см*^{3} воды в градуированную колбу вместимостью *1000 см*^{3}. Разводят водой до метки *1000 см*^{3}.

8.2.6 Хлорид олова, х.ч., раствор.

Добавляют 10 г хлорида олова ($SnCl_2$) в *50 см*^{3} соляной кислоты (HCl) концентрацией 1,2 моль/л (см. 8.2.5) в колбу вместимостью *100 см*^{3}. Разводят до метки соляной кислотой концентрацией 1,2 моль/л.

8.2.7 Гидрохлорид гидроксиламина, х.ч., раствор.

Растворяют 12 г гидрохлорида гидроксиламина в воде и доводят до метки *100 см*^{3} дистиллированной и деионизированной водой.

8.2.8 Перманганат калия, х.ч., 5 % раствор.

Растворить 5 г перманганата калия ($KMnO_4$) в *100 см*^{3} воды.

8.2.9 Персульфат калия, х.ч., раствор.

Растворяют 50 г персульфата калия ($K_2S_2O_8$) в воде и доводят до *1000 см*^{3} горячей водой (60 °С) (140 °F).

8.2.10 Ртуть, основной раствор (*1 см*^{3} раствора = 1 мг Hg, который эквивалентен стандарту с концентрацией Hg 1 г/дм^3).

Растворяют 0,1354 г хлорида ртути в *75 см*^{3} воды. Добавляют *10 см*^{3} концентрированного HNO_3 и доводят объем до *100 см*^{3}.

Примечание — Коммерческий основной раствор Hg является доступным и может быть использован в качестве альтернативы приготовления основного раствора.

8.2.11 Ртуть, промежуточный раствор (раствор *1 см*^{3} = 10 мкг Hg, который эквивалентен стандарту с концентрацией Hg *10 мкг/см*^{3} *или 10 мг/дм*^{3}).

Пипеткой отмеряют *1 см*^{3} основного раствора Hg в колбу вместимостью *100 см*^{3} и доводят до метки водой, содержащей *10 см*^{3} концентрированной HNO_3 на *1000 см*^{3}. Раствор устойчив в течение нескольких недель.

Стандарты Hg с более низкой концентрацией (менее 10 *мкг/см*^{3}) следует хранить в стеклянной емкости, чтобы избежать потери/увеличения Hg от взаимодействия с атмосферой.

8.2.12 Ртуть, рабочий раствор (раствор *1 см*^{3} = 0,1 мкг Hg, который эквивалентен стандарту с концентрацией Hg *0,1 мкг/см*^{3} *или 0,1 мкг/дм*^{3}).

Пипеткой отмеряют *1 см*^{3} промежуточного раствора Hg в колбу вместимостью *100 см*^{3} и доводят до метки водой, содержащей *10 см*^{3} концентрированной HNO_3 на *1000 см*^{3}.

8.2.13 Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Любой атомно-абсорбционный элемент, оснащенный фоновым компенсатором и аппаратно-программным блоком для пробы, в который можно установить подходящую поглощающую ячейку. Следует пользоваться рекомендациями изготовителя по настройке оборудования.

Оборудование, специально разработанное для измерения ртути по методу холодного пара, является коммерчески доступным и может быть альтернативой атомно-абсорбционному спектрофотометру.

8.2.14 Ртутный полый катод или газоразрядная лампа с электродом.

8.2.15 Самописец.

Является подходящим любой многодиапазонный самописец с переменной скоростью, совместимый с системой обнаружения ультрафиолета.

8.2.16 Поглощающая ячейка.

Стандартные спектрофотометрические ячейки длиной 100 мм (4,0 дюйма) могут использоваться при наличии кварцевых торцовых окошек. Ячейка присоединяется к горелке и поддерживается прямолинейно в луче света для получения максимального коэффициента пропускания.

Примечания

1 Подходящие ячейки могут быть сконструированы из стеклянной трубки размерами *D* = 25 мм (1,0 дюйма) × 100 мм (4,0 дюйма) длины, с кварцевыми окошками диаметром 25 мм (1,0 дюйма) × 1,6 мм (1/16 дюйма) толщины, прикрепленными на торцах. Входной и выходной порты для газа [также стеклянные, но *D* = 8 мм (3/16 дюйма)], прикрепленные на расстоянии 13 мм (5/8 дюйма) от каждого торца.

2 Более длинные ячейки [например, 300 мм (12,0 дюймов)] характерны для отделяемых систем Hg и обеспечивают более низкие пределы обнаружения.

8.2.17 Источник газа, азот или аргон.

8.2.18 Расходомер, способный к измерению расхода газа, равного *1 дм*^{3}/мин.

8.2.19 Аэратор, состоящий из прямой стеклянной фритты, имеющей грубую пористость.

Чистая гибкая пластмассовая труба, используется для прохождения пара Hg из колбы для проб до поглощающей ячейки и обратно.

8.2.20 Осушительный патрон диаметром 150 мм (6 дюймов) × 20 мм (3/4 дюйма), содержащий 20 г перхлората магния, упакованный с использованием стеклянного волокна на обоих торцах.

8.2.21 Сосуд для реакции, стеклянная емкость вместимостью от *250 до 300 см*^{3}, оснащенная стеклянным круглым соединением.

Склянка для промывания газов является наиболее подходящей в качестве сосуда для реакций.

8.2.22 Сосуд для вываривания, колба вместимостью *250 см*^{3} со стеклянным круглым соединением с конденсатором с водяным охлаждением.

8.2.23 Фильтровальная ячейка, любое оборудование, способное фильтровать вываренные пробы через фильтровальную бумагу номер 40 или 42.

8.3 Приготовление стандартов

Примечание — Некоторое оборудование для обнаружения ртути требует стандарты с концентрациями ртути в десять раз выше.

8.3.1 Стандарт Hg *0,005 мкг/см^3*: перемешивают *5 см^3* рабочего раствора Hg (8.2.12) в градуированной колбе вместимостью *100 см^3* и доводят до метки соляной кислотой (HCl) концентрацией 1,2 моль/л.

8.3.2 Стандарт Hg *0,010 мкг/см^3*: перемешивают *10 см^3* рабочего раствора Hg в градуированной колбе вместимостью *100 см^3* и доводят до метки согласно 8.3.1.

8.3.3 Стандарт Hg *0,020 мкг/см^3*: перемешивают *20 см^3* рабочего раствора Hg в градуированной колбе вместимостью *100 см^3* и доводят до метки согласно 8.3.1.

8.3.4 Стандарт Hg *0,050 мкг/см^3*: перемешивают *50 см^3* рабочего раствора Hg в градуированной колбе вместимостью *100 см^3* и доводят до метки согласно 8.3.1.

8.4 Вываривание пробы

8.4.1 Взвешивают 2,0 г пробы барита для буровых растворов и помещают в колбу вместимостью *250 см^3*.

8.4.2 Добавляют *40 см^3* смеси азотной и соляной кислот, *15 см^3* $KMnO_4$ и *8 см^3* $K_2S_2O_8$ в колбу и нагревают в колбе с обратным холодильником в течение 60 мин. с помощью конденсатора с водным охлаждением в вытяжном шкафу. Охлаждают.

Примечание — Следует принять необходимые меры для предотвращения потери ртути во время вываривания.

8.4.3 Добавляют *6 см^3* раствора гидрохлорида гидроксиламина для уменьшения излишнего перманганата до потери цвета раствора.

8.4.4 Позволяют твердым частицам отстояться и фильтруют раствор через фильтровальную бумагу номер 42 или 40 в колбу вместимостью *100 см^3*. Несколько раз промывают водой сосуд для вываривания и остаток на фильтре. Доводят водой до метки.

8.4.5 Готовят холостую пробу, выполняя процедуры по 8.4.2—8.4.4 без пробы.

8.5 Проверка на восстановление Hg во время вываривания

8.5.1 Перемешивают *10 см^3* рабочего раствора (см. 8.2.12), содержащего 1,0 мкг Hg, в один из сосудов для вываривания вместимостью *250 см^3*.

8.5.2 Очищают согласно процедурам по 8.4.2—8.4.4.

8.6 Анализ стандартов и проб

Примечание — Вследствие токсичности ртутного пара следует избегать его вдыхания. Необходимо включить заслонку в системе для прохождения пара через абсорбирующую среду эквивалентными объемами $KMnO_4$ с концентрацией 0,1 моль/л и 10 % H_2SO_4.

8.6.1 Включают систему Hg, регулируют расход воздуха и обнуляют оборудование согласно техническим требованиям изготовителя.

Примечание — Каждая система для определения Hg имеет несколько различные физические конструкции и методологии. Система, указанная ниже, служит одним из полезных примеров однопроходной конструкции.

8.6.2 Перемешивают *5 см^3* раствора хлорида олова в сосуд для реакции, содержащий *100 см^3* воды, и позволяют промывочному газу проходить через оборудование для аэрации и поглощающую ячейку до полного отсутствия сигнала спектральной поглощательной способности.

8.6.3 Отклоняют поток газа с помощью двунаправленного клапана и переливают *1 см^3* стандарта Hg 0,005 *мкг/см^3* (см. 8.3.1) в сосуд для реакции, ждут 1 мин. Затем позволяют промывочному газу проходить до достижения пиковой точки на самописце и постепенного возврата сигнала к нулю. Ополаскивают колбу в соляной кислоте с концентрацией 1,2 моль/л и затем в воде между анализами. Повторяют с каждым стандартом, подготовленным согласно 8.3.2—8.3.4.

Примечание — В некоторых системах определения Hg регулировку расхода воздуха и обнуление оборудования проводят согласно техническим требованиям изготовителя.

8.6.4 Повторяют процедуры по 8.6.2 и 8.6.3 для каждой пробы, используя объемы от 0,5 до 5 *см^3* (из общего объема *100 см^3*).

Примечание — В некоторых системах определения Hg стандартная кривая включает значения Hg 0,05; 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мкг.

8.6.5 Аналогично анализируют *1 см³* пробы, приготовленной для проверки на восстановление Hg по 8.5. Спектральная поглощательная способность для пробы должна быть не менее 95 % спектральной поглощательной способности стандарта Hg 0,010 *мкг/см³* (см. 8.3.2).

8.7 Расчет

8.7.1 После проведения анализа стандартов строят стандартную кривую, отображая высоту пиков в зависимости от микрограммов ртути (0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,05; 0,10 мкг).

Примечание — В некоторых системах определения Hg стандартная кривая включает значения Hg 0,05; 0,1; 0,2; 0,5 и 1,0 мкг.

8.7.2 Измеряют высоту пика испытательной пробы и снимают показания содержания ртути по стандартной кривой.

8.7.3 Вычисляют массовую долю ртути ω_{Hg}, мкг/г, по следующей формуле:

$$\omega_{Hg} = \frac{m_{Hg} V_0}{m_0 V_s}, \quad (9)$$

где m_{Hg} — масса ртути в вываренной пробе, мкг;
m_0 — масса первичной пробы, г;
V_0 — объем вываренного раствора, *см³* (*100 см³* для данной процедуры);
V_s — точный объем пробы, *см³*.

9 Кадмий и свинец в барите для буровых растворов

9.1 Принцип

9.1.1 Данный метод распространяется на определение кадмия (Cd) и свинца (Pb) в барите для буровых растворов. Атомная абсорбция (АА) используется для анализа после вываривания пробы для гарантии того, что большая часть Cd и Pb в пробе растворена в водной среде.

9.1.2 Водная проба, содержащая расплавленные ионы Cd и Pb, распыляется и всасывается в пламя. Во время раздельных исследований лучи света с длиной волны 228,8 нм для кадмия и 283,3 нм для Pb пропускают через пламя в монохроматор и на датчик, который измеряет количество поглощенного света. Энергия света, поглощенная пламенем, является мерой концентраций Cd и Pb в пробе.

9.2 Реактивы и оборудование

9.2.1 Дистиллированная вода, соответствующая требованиям *ГОСТ 6709*.

Для подготовки всех реактивов, калибровочных стандартов и воды для растворения используют дистиллированную воду.

9.2.2 Раствор соляной кислоты.

Добавляют один объем концентрированной соляной кислоты (HCl), х.ч., в равный объем воды (1:1).

9.2.3 Азотная кислота (HNO_3), х.ч., концентрированная, химически чистая.

9.2.4 Нитрат кадмия, х.ч., для основного раствора Cd (1 см³ раствора = 0,1 мг Cd, который эквивалентен стандарту с концентрацией Cd *100 мкг/см³* или *100 мг/дм³*).

Взвешивают 0,2744 г нитрата кадмия [$Cd(NO_3)_2$ $4H_2O$, ч.д.а.], растворяют в *200 см³* воды в колбе вместимостью *1000 см³*. Добавляют *20 см³* раствора соляной кислоты (см. 9.2.2) и доводят водой до метки *1000 см³*.

9.2.5 Нитрат свинца, х.ч., для основного раствора Pb (*1 см³* раствора = 1 мг Pb, который эквивалентен стандарту с концентрацией Pb *1 мг/см³* или *1 г/дм³*).

Взвешивают 1,599 г [$Pb(NO_3)_2$, ч.д.а.], растворяют в *200 см³* воды, добавляют*10 см³* HNO_3 (концентрированной) и доводят водой до метки *1000 см³.*

Примечание — Коммерческие основные растворы Cd и Pb являются доступными и рекомендуются в качестве альтернативы приготовления основного раствора. Основной раствор Cd с концентрацией *100 мкг/см³* (см. 9.2.4) может быть приготовлен следующим образом: перелить *100 см³* стандарта Cd с концентрацией 1 мкг/дм³ в градуированную колбу вместимостью *1000 см³* и добавить *20 см³* соляной кислоты (см. 9.2.2), доведя до метки водой.

9.2.6 Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Любой атомно-абсорбционный элемент, оснащенный источником энергии, системой с распылительной форсункой, монохроматором, детектором и фоновым компенсатором. Следует пользоваться рекомендациями изготовителя по настройке оборудования.

9.2.7 Кадмиевый и свинцовый полые катоды или газоразрядные лампы без электрода.

9.2.8 Топливо.

Коммерческий класс ацетилена является приемлемым.

9.2.9 Воздух для окисления, подаваемый от линии сжатого воздуха, лабораторного компрессора или баллона со сжатым воздухом.

9.2.10 Сосуд для вываривания, колба вместимостью *250 см*^{3} со стеклянным круглым соединением с конденсатором с водяным охлаждением.

9.2.11 Фильтровальная ячейка.

Любое оборудование, способное фильтровать выварены пробы через фильтровальную бумагу номер 40 или 42.

9.3 Приготовление смешанных стандартов кадмия и свинца

9.3.1 Стандарт *0,1 мкг/см*^{3} Cd плюс *1 мкг/см*^{3} Pb: перемешивают по *1 см*^{3} основных растворов Cd и Pb в градуированной колбе вместимостью *1000 см*^{3}, заполняют наполовину дистиллированной и деионизированной водой, добавляют 10 см^3 соляной кислоты (см. 9.2.2) и доводят водой до метки *1000 см*^{3}. Хранят в обработанных кислотой пластмассовых бутылках.

9.3.2 Стандарт *0,2 мкг/см*^{3} Cd плюс *2 мкг/см*^{3} Pb: перемешивают по *2 см*^{3} каждого основного раствора и повторяют разбавление согласно 9.3.1.

9.3.3 Стандарт *0,5 мкг/см*^{3} Cd плюс *5 мкг/см*^{3} Pb: перемешивают по 5 см^3 каждого основного раствора и повторяют разбавление согласно 9.3.1.

9.3.4 Стандарт *1 мкг/см*^{3} Cd плюс *10 мкг/см*^{3} Pb: перемешивают по *10 см*^{3} каждого основного раствора и повторяют разбавление согласно 9.3.1.

9.3.5 Стандарт *2 мкг/см*^{3} Cd плюс *20 мкг/см*^{3} Pb: перемешивают по *20 см*^{3} каждого основного раствора и повторяют разбавление согласно 9.3.1.

Стандарты следует хранить в полиэтиленовых бутылках в течение нескольких месяцев.

9.3.6 Готовят кислотную пробу согласно вышеупомянутой процедуре без добавления основных растворов Cd или Pb.

9.4 Вываривание пробы

9.4.1 Взвешивают 10 г или менее пробы барита для буровых растворов и помещают в колбу вместимостью *250 см*^{3}.

9.4.2 Добавляют *50 см*^{3} соляной кислоты (см. 9.2.2) в колбу и нагревают в колбе с обратным холодильником в течение 1 ч с помощью конденсатора с водным охлаждением в вытяжном шкафу.

9.4.3 Охлаждают колбу и содержимое.

9.4.4 Позволяют твердым частицам отстояться и фильтруют раствор через фильтровальную бумагу номер 42 или 40 в колбу вместимостью *100 см*^{3}. Промывают водой остаток и сосуд для вываривания, позволяют отстояться и пропускают через фильтр. Доводят водой до метки. Объемы хорошо перемешанного, отфильтрованного вываренного раствора могут храниться в малых пластмассовых емкостях в течение нескольких недель.

9.4.5 Готовят холостую пробу, выполняя процедуры по 9.4.1—9.4.4 без пробы.

Примечание — Во время кислотного вываривания потери Cd или Pb не проявляются.

9.5 Анализ стандартов и проб

Примечания

1 Одной из альтернативных процедур для определения Cd или Pb в экстрактах является использование графитовой печи или беспламенной атомно-абсорбционной спектрофотометрии. В данной процедуре нагретая графитовая трубка быстро испаряет растворы, содержащие Cd или Pb; образованный таким образом пар исследуется на содержание Cd или Pb с помощью атомно-абсорбционного спектрофотометра.

2 Вторым альтернативным методом для определения Cd или Pb в вываренном растворе является использование плазменного спектрофотометра, доступного как с DCP или ICP. Данное оборудование всасывает экстракт в плазму, в которой испаряется раствор. Образованные таким образом атомы Cd или Pb возбуждаются плазмой до высокого энергетического уровня и затем выделяют излучение, которое характерно для атомарной структуры

Cd или Pb. Данное излучение затем отделяется от прочего выделенного излучения с помощью монохроматора и количественно измеряется фотоумножителем.

9.5.1 Включают атомно-абсорбционный спектрофотометр и настраивают его на пламенную атомизацию для Cd при длине волны 228,8 нм согласно инструкциям изготовителя.

9.5.2 Вводят каждый из стандартов Cd/Pb (см. 9.3.1—9.3.5) в оборудование и снимают показания спектральной поглощательной способности и концентрации Cd для каждого стандарта. Повторяют до тех пор, пока каждый из стандартов не покажет одинаковую спектральную поглощательную способность. Вводят воду между исследованиями каждого стандарта.

9.5.3 Продолжают процедуру впрыскиванием кислотной пробы (см. 9.3.6), холостой пробы (см. 9.4.5) и проб, снимая показания спектральной поглощательной способности и впрыскивания воды между исследованиями каждой пробы.

9.5.4 Повторно вводят стандарты после каждых 6—10 впрыскиваний проб и после впрыскивания последней пробы.

9.5.5 Настраивают оборудование на пламенную атомизацию Pb при длине волны 228,8 нм согласно инструкциям изготовителя и повторяют 9.5.2 до 9.5.4 для анализа Pb.

9.6 Расчет

9.6.1 Готовят отдельные калибровочные кривые для Cd и Pb, отображая спектральную поглощательную способность по отношению к концентрации для каждого стандарта.

9.6.2 Используя спектральную поглощательную способность пробы и калибровочные кривые для Cd и Pb по 9.6.1, отдельно определяют концентрации Cd и Pb вываренных растворов, вычитая любую холостую пробу.

9.6.3 Вычисляют массовые доли Cd и Pb ω_{Cd} и ω_{Pb} соответственно, мкг/г пробы, по следующим формулам:

$$\omega_{Cd} = \frac{\rho_{Cd} V_0}{m_0}, \quad (10)$$

$$\omega_{Pb} = \frac{\rho_{Pb} V_0}{m_0}, \quad (11)$$

где ρ — плотность кадмия в вываренной пробе, *мкг/см^3;*

ρ_{Pb} — плотность свинца в вываренной пробе, *мкг/см^3;*

V_0 — объем раствора, *см^3* (*100 см^3* для данной процедуры);

m_0 — масса пробы, г.

10 Мышьяк в барите для буровых растворов

10.1 Принцип

10.1.1 Данный метод распространяется на определение мышьяка (As) в барите для буровых растворов. Для исследования используют метод атомной абсорбции газообразного гидрида после вываривания и окисления пробы для гарантирования, что большая часть As в пробе растворена в водной среде и преобразована в трехвалентную форму.

10.1.2 Метод атомной абсорбции газообразного гидрида основывается на поглощении энергии света длиной волны 193,7 нм от атомов As. Мышьяк в трехвалентной форме преобразуется в газообразный арсин (AsH_3) с помощью борогидрида натрия ($NaBH_4$) в кислотной среде. Газообразный гидрид проходит через нагретую кварцевую трубу или пламя аргона/водорода атомно-абсорбционного спектрофотометра. Концентрация As определяется как функция от измеренной спектральной поглощательной способности (пиковой высоты).

Примечание — Одной из альтернативных процедур для определения As в экстрактах является использование беспламенной атомно-абсорбционной спектрофотометрии. В данной процедуре нагретая графитовая трубка быстро испаряет раствор, содержащий As; образованный таким образом пар исследуется на содержание As с помощью атомно-абсорбционного спектрофотометра. Данный метод анализа избавляет от необходимости образования арсина, а также является более чувствительным к As. Графитовые печи являются коммерчески доступными от большинства изготовителей атомно-абсорбционного оборудования. Следует пользоваться рекомендациями изготовителя по настройке оборудования для определения As. Небольшие изменения в настройках данного оборудования могут быть необходимы для увеличения чувствительности и воспроизводимости определения As.

10.2 Реактивы и оборудование

10.2.1 Дистиллированная вода, соответствующая требованиям *ГОСТ 6709*.

Для подготовки всех реактивов, калибровочных стандартов и воды для растворения используют дистиллированную воду.

10.2.2 Азотная кислота (HNO_3), х.ч., концентрированная.

Используют азотную кислоту, ч.д.а., с содержанием мышьяка не более 10 мкг/дм^3.

10.2.3 Азотная кислота, $c(HNO_3)$ = 3,2 моль/л. Разбавляют *200 см^3* концентрированной HNO_3 водой до объема *1000 см^3*.

10.2.4 Йодид калия (KI), х.ч., раствор концентрацией *150 г/дм^3*. Растворяют 15 г йодида калия в *100 см^3* воды. Хранят в янтарных бутылках.

10.2.5 Тиоцианат калия (KSCN), х.ч., раствор концентрацией *50 г/дм^3*. Растворяют 5 г тиоцианата калия в *100 см^3* воды.

10.2.6 Борогидрид натрия, х.ч., гранулы по 0,8 см (0,3 дюйма), массой 0,25 г каждая.

10.2.7 Борогидрид натрия, раствор.

Растворяют 30 г $NaBH_4$ в 1 % растворе NaOH и доводят водой до *1000 см^3* в градуированной колбе.

10.2.8 Оксид мышьяка (III) (As_2O_3), х.ч., для основного раствора As (*1 см^3* раствора = 1 мг As, который эквивалентен стандарту с концентрацией As *1 мг/см^3* или *1 г/дм^3*).

Растворяют 1,320 г оксида мышьяка (III) в *100 см^3* воды, содержащей 4 г NaOH и доводят водой до *1000 см^3*.

Коммерческий основной раствор As является доступным и может быть использован в качестве альтернативы приготовления основного раствора.

10.2.9 Окись мышьяка (III) (см. 10.2.8), промежуточный раствор As (*1 см^3* раствора = 10 мкг As, который эквивалентен стандарту с концентрацией As *10 мкг/см^3* или *10 мг/дм^3*).

Пипеткой отмеряют *1 см^3* основного раствора мышьяка в градуированную колбу вместимостью *100 см^3* и доводят HNO_3 концентрацией 3,2 моль/л до метки.

10.2.10 Оксид мышьяка (III) (см. 10.2.8), рабочий раствор As (*1 см^3* раствора = 1 мкг As, который эквивалентен стандарту с концентрацией As 1 мкг/л).

Пипеткой отмеряют *10 см^3* промежуточного раствора мышьяка в градуированную колбу вместимостью *100 см^3* и доводят HNO_3 концентрацией 3,2 моль/л до метки.

10.2.11 Атомно-абсорбционный спектрофотометр.

Любой атомно-абсорбционный элемент, оснащенный источником энергии, нагреваемой кварцевой трубкой (предпочтительно) или системой с распылительной форсункой, монохроматором, детектором и фоновым компенсатором. Следует пользоваться рекомендациями изготовителя по настройке оборудования.

Примечание — Экспериментальные результаты показывают отсутствие необходимости использования фонового компенсатора при использовании нагреваемой кварцевой трубки в системе образования гидрида.

Оборудование, специально разработанное для измерения ртути по методу холодного пара, является коммерчески доступным и может быть альтернативой атомно-абсорбционному спектрофотометру.

10.2.12 Полый катод из мышьяка или газоразрядная лампа без электрода.

10.2.13 Генератор арсина, состоящий из сосуда для реакции вместимостью *125 см^3*, оснащенного впускной и выпускной трубками для прохода аргона через раствор, и устройства для добавления борогидрида натрия в закрытой системе.

Примечание — Генераторы арсина являются коммерчески доступными от изготовителей оборудования и могут иметь конфигурации, отличные от указанных выше.

10.2.14 Сосуд для вываривания, например сосуд высокого давления, покрытый PTFE, вместимостью *25 см^3*.

Такие сосуды высокого давления, коммерчески доступные от нескольких изготовителей, должны быть герметичными и воздухонепроницаемыми в запечатанном виде и должны выдерживать рабочие температуры не менее 110 °С (230 °F) и давления не менее 1380 кПа (200 фунт/кв. дюйм). Диапазон типичных емкостей — от 21 до *25 см^3*.

10.2.15 Нагревающее оборудование, например водяная баня, с регулируемой температурой до (100 ± 1) °С [(212 ± 2) °F].

10.2.16 Фильтровальная ячейка.

Любое оборудование, способное фильтровать вываренные пробы через фильтровальную бумагу номер 40 или 42.

10.3 Приготовление стандартов

10.3.1 Стандарт As *0,025 мкг/см³*: перемешивают *2,5 см³* рабочего раствора As (см. 10.2.10) в градуированной колбе вместимостью *100 см³* и доводят до метки HNO_3 концентрацией 3,2 моль/л.

10.3.2 Стандарт As *0,05 мкг/см³*: перемешивают *5 см³* рабочего раствора As и разводят согласно 10.3.1.

10.3.3 Стандарт As *0,075 мкг/см³*: перемешивают *7,5 см³* рабочего раствора As и разводят согласно 10.3.1.

10.3.4 Стандарт As *0,10 мкг/см³*: перемешивают *10 см³* рабочего раствора As и разводят согласно 10.3.1.

10.4 Выварывание пробы

10.4.1 Взвешивают 250 мг пробы барита для буровых растворов и помещают в сосуд для выварывания вместимостью *25 см³*. Добавляют *10 см³* концентрированной HNO_3, плотно закрывают сосуд и выдерживают в течение 1,5 ч в водяной бане при температуре 80 °С (175 °F).

10.4.2 Охлаждают до комнатной температуры в течение 1 ч.

10.4.3 Повторно выдерживают в течение 1,5 ч при температуре 80 °С (175 °F).

10.4.4 Охлаждают до комнатной температуры.

10.4.5 Осторожно снимают крышку и переливают в мензурку вместимостью 50 см³.

10.4.6 Ополаскивают сосуд и крышку несколько раз водой и переливают остатки в мензурку.

10.4.7 Доводят водой объем в мензурке до *40 см³*.

10.4.8 Фильтруют через фильтровальную бумагу номер 42 или 40 в градуированную колбу вместимостью *50 см³*. Промывают мензурку небольшими частями воды и переливают остаток на фильтр. Доводят колбу до метки водой.

10.4.9 Для получения холостой пробы повторяют процедуры 10.4.1—10.4.8 без пробы.

10.5 Анализ стандартов и проб

10.5.1 Включают атомно-абсорбционный спектрофотометр и настраивают его согласно инструкциям изготовителя.

10.5.2 Для каждого анализа добавляют по *1 см³* стандартных растворов (см. 10.3) и холостой пробы (см. 10.4.9) в генератор арсина. Добавляют *2 см³* раствора тиоцианата калия (KSCN), *2 см³* раствора KI и *15 см³* HNO_3 концентрацией 3,2 моль/л.

Примечание — Объемы более *1 см³* могут потребоваться для некоторых систем.

10.5.3 Ждут 10 мин. для преобразования As в трехвалентное состояние.

10.5.4 Соединяют генератор и добавляют одну гранулу $NaBH_4$ или закачивают раствор $NaBH_4$ до тех пор, пока не будет получен максимальный сигнал согласно техническим требованиям изготовителя. Записывают высоту пика. Когда самописец вернется к нулевой линии, отсоединяют генератор.

10.5.5 Готовят стандартную кривую, отображая высоту пика по отношению к микрограммам As для каждого стандарта.

10.5.6 Анализируют растворы пробы, используя от 0,5 до *5 см³* раствора или более (от общего объема *100 см³*), аналогично анализу стандартов (см. 10.5.2—10.5.4).

Примечание — Для уменьшения абсорбционной потери As на стеклянной посуде следует проводить анализы стандартов и проб непосредственно после приготовления.

10.6 Вычисление

10.6.1 Определяют массу As в выварённой пробе по калибровочной кривой, приготовленной по 10.5.5.

10.6.2 Вычисляют массовую долю As ω_{As}, мкг/г пробы, по следующей формуле:

$$\omega_{As} = \frac{m_{As} V_0}{m_0 V_s}, \quad (12)$$

где m_{As} — масса мышьяка в выварённой пробе, мкг;

V_0 — объем раствора, *см³* (*50 см³* для данной процедуры);

m_0 — масса пробы, г;

V_s — объем пробы, добавленный в генератор, *см³*.

11 Тампонирующие материалы для восстановления циркуляции

11.1 Принцип

Способность материала закупоривать зону потери циркуляции является важной при определении соответствующего материала. Размер закупориваемых или тампонируемых отверстий изменяется в зависимости от геологической формации. Необходимо, чтобы частицы закупоривающего материала были соразмерны для достаточного перекрытия отверстия. Целью данного испытания является определение необходимого размера и концентрации материалов для буровых растворов, называемых материалами для восстановления циркуляции, которые могут перекрыть проницаемые щели или слои, приведенные в 11.4—11.9, и предотвратить дальнейшую потерю бурового раствора из ячейки. В зависимости от физических характеристик разбуриваемой формации результаты испытаний могут предположить, что один или более испытываемых материалов для восстановления циркуляции может уменьшить потери бурового раствора в формации. Ячейки для испытания тампонирующих материалов являются доступными от поставщиков оборудования для испытания буровых растворов. Следует пользоваться инструкциями изготовителя при сборке и испытаниях. Общие руководящие принципы для испытания приведены в 11.4—11.9.

11.2 Оборудование

11.2.1 Ячейка для испытания тампонирующих материалов, оснащенная следующим:

11.2.1.1 Диски из нержавеющей стали толщиной 6,4 мм (0,25 дюйма) и диаметром 47,5 мм (1 и 7/8 дюйма).

Каждый диск должен иметь одну щель с нескошенными кромками длиной 35,05 мм (1 и 3/8 дюйма) и шириной 1 мм (0,04 дюйма), 2 мм (0,08 дюйма), 3 мм (0,12 дюйма), 4 мм (0,16 дюйма) или 5 мм (0,20 дюйма).

11.2.1.2 Рукав диаметром 73 мм (2 и 7/8 дюйма) и высотой 57 мм (2 и 1/4 дюйма), с перфорированной опорной плитой с тридцатью двумя отверстиями диаметром 6,4 мм (1/4 дюйма).

11.2.1.3 Шлифовальные шарики из латуни или нержавеющей стали, минимальное количество — 95 штук, диаметром 14,3 мм (9/16 дюйма) (достаточно для заполнения объема слоя).

11.2.1.4 Шарикоподшипниковые шарики, плакированные латунью или из нержавеющей стали, массой 1200 г, диаметром 4,4 мм (0,17 дюйма).

11.2.1.5 Сетка из нержавеющей стали с размером ячейки 2000 мкм диаметром 73 мм (2 и 3/4 дюйма).

11.2.2 Азот с регулируемым давлением.

11.2.3 Пластмассовая емкость вместимостью 3,5 дм^3, оснащенная входным и выходным отверстиями, подходящими для компенсирования внезапного сброса бурового раствора из ячейки.

11.2.4 Мешалка со скоростью вращения (11500 ± 300) об/мин, с одинарным ребристым рабочим колесом диаметром 25,4 мм (1 дюйм).

Рабочее колесо должно заменяться, когда потеря массы составит 10 %. Первоначальная масса лопасти составляет приблизительно 5,5 г.

11.2.5 Емкость для перемешивания глубиной 180 мм (7 и 1/8 дюйма), диаметром d верхней части 97 мм (3 и 3/4 дюйма), диаметром d основания 70 мм (2 и 3/4 дюйма).

11.2.6 Основной буровой раствор, содержащий от 5 до 8 % вайомингского бентонита, выдержанного в течение не менее 72 ч, с отрегулированной кажущейся вязкостью (0,025 ± 0,002) Па·с после перемешивания в мешалке в течение 10 мин.

11.3 Приготовление испытательного бурового раствора

В 3,5 дм^3 (10 лабораторных баррелей) основного бурового раствора (см. 11.2.6) добавляют взвешенное количество испытуемого материала. Концентрация испытуемого материала в буровом растворе выражается в килограммах на кубический метр (в фунтах на баррель).

11.4 Статическое испытание с щелью

11.4.1 Удаляют из ячейки перфорированную пластину и рукав, используемые для поддержания слоев из шарикоподшипниковых или шлифовальных шариков; подбирают диск, предпочтительно с щелью малого размера, и помещают его в полупатрубок выходного клапана.

11.4.2 Открывают выпускной клапан цилиндра и помещают градуированную емкость под выходным отверстием.

11.4.3 Переливают буровой раствор, содержащий испытуемый материал, в ячейку при открытом спускном клапане. Записывают объем вытекающего бурового раствора.

11.4.4 Закручивают крышку на ячейке. При желании в буровой раствор в ячейке может быть помещен плавающий поршень.

11.4.5 Запускают счетчик времени и увеличивают давление со скоростью 13,8 кПа/с (2 фунта/кв. дюйм) до получения давления 690 кПа (100 фунтов/кв. дюйм). Записывают объем вытекшего бурового раствора. Может наблюдаться минимальное давление, при котором начинается закупоривание. Если наблюдается, записывают значение давления.

11.4.6 Увеличивают давление со скоростью 69 кПа/с (10 фунтов/кв. дюйм) до 6900 кПа (1000 фунтов/кв. дюйм) или до повреждения закупоривания и опустошения цилиндра. Записывают объем вытекшего бурового раствора или максимальное наблюдаемое давление. Если наблюдается закупоривание, поддерживают давление в течение 10 мин. и записывают окончательный объем вытекшего бурового раствора.

11.4.7 Повторяют испытания, используя диски с увеличивающимися размерами щели до тех пор, пока возникает постоянное закупоривание при 6900 кПа (1000 фунтов/кв. дюйм).

11.5 Динамическое испытание с щелью

11.5.1 Готовят испытательный буровой раствор в соответствии с 11.3 и оборудование согласно 11.4.1.

11.5.2 При закрытом спускном клапане переливают испытательный буровой раствор в ячейку. Плавающий поршень может быть помещен на поверхность бурового раствора.

11.5.3 Закрывают крышку и устанавливают газовый регулятор подачи азота при испытательном давлении 690 кПа (100 фунтов/кв. дюйм).

11.5.4 Открывают спускной клапан ячейки и запускают счетчик времени. Записывают объем бурового раствора, вытекшего через щель до ее закупоривания, и время, требуемое для закупоривания.

11.5.5 Увеличивают давление со скоростью 69 кПа/с (10 фунтов/кв. дюйм) до 6900 кПа (1000 фунтов/кв.дюйм) и поддерживают в течение 10 мин. согласно 11.4.6.

11.5.6 Повторяют испытания, используя диски с увеличивающимися размерами щели до тех пор, пока возникает постоянное закупоривание.

11.6 Статистическое испытание со слоем из шлифовальных шариков

11.6.1 Повторно устанавливают перфорированную пластину и готовят слой из шлифовальных шариков, засыпав шлифовальные шарики диаметром 14,3 мм (9/16 дюйма) в рукав для формирования слоя толщиной 57 мм (2 и 1/4 дюйма) выше перфорированной пластины (только до вершины емкости). Помещают кольцо со свободным проходным сечением в шпоночную канавку.

11.6.2 При открытом спускном клапане ячейки и подставленной под выходное отверстие градуированной емкости переливают испытательный буровой раствор в ячейку. Записывают объем жидкости, проходящей через слой при гидростатическом давлении.

11.6.3 Помещают плавающий поршень на поверхность бурового раствора и накрывают ячейку крышкой. Закрывают спускной клапан цилиндра и запускают счетчик времени. Подают давление и записывают результаты согласно 11.4.5 и 11.4.6.

11.6.4 При завершении испытания спускают давление. Удаляют слой из шлифовальных шариков и исследуют появление закупоривания и глубину проникновения закупоривающего материала.

11.7 Динамическое испытание со слоем из шлифовальных шариков

11.7.1 Готовят слой из шлифовальных шариков согласно 11.6.1.

11.7.2 При закрытом спускном клапане ячейки переливают испытательный буровой раствор в ячейку до заполнения пустот под и в пределах слоя из шлифовальных шариков до тех пор, пока уровень испытательного бурового раствора не сравняется с вершиной рукава.

11.7.3 Осторожно переливают испытательный буровой раствор в ячейку, чтобы не нарушить буровой раствор в слое. Плавающий поршень может быть помещен на поверхность бурового раствора.

11.7.4 Закрывают ячейку и подают давление газовым регулятором до 6900 кПа (1000 фунтов/кв. дюйм). Открывают спускной клапан ячейки и запускают счетчик времени. Записывают объем бурового раствора, проходящего через слой, и время для закупоривания.

11.7.5 Продолжают испытание согласно 11.4.6. После 10 мин. при давлении 6900 кПа (1000 фунтов/кв. дюйм) или после нарушения закупоривания, осматривают слой по 11.6.4.

11.8 Статистическое испытание со слоем из шарикоподшипниковых шариков

11.8.1 Готовят слой из шарикоподшипниковых шариков, поместив сетку из нержавеющей стали с размером ячеек 2000 мкм (10 меш) на перфорированную пластину и засыпав шарикоподшипниковые шарики, плакированные латунью или из нержавеющей стали, в рукав для формирования слоя поверх сетки (только до вершины рукава). Толщина слоя может изменяться от 25 до 57 мм (от 1,0 до 2 и 1/4 дюйма). Если толщина менее 57 мм (2 и 1/4 дюйма), записывают толщину.

11.8.2 Помещают кольцо со свободным проходным сечением в шпоночную канавку. При открытом спускном клапане ячейки и подставленной под выходное отверстие градуированной емкости переливают испытательный буровой раствор в ячейку.

11.8.3 Проводят испытание согласно процедуре по 11.6.2—11.6.4.

11.9 Динамическое испытание со слоем из шарикоподшипниковых шариков

11.9.1 Готовят слой согласно 11.8.1.

11.9.2 При закрытом спускном клапане ячейки переливают испытательный буровой раствор в ячейку до заполнения пустот под и в пределах слоя из шариков до тех пор, пока уровень испытательного бурового раствора не сравняется с вершиной рукава.

11.9.3 Проводят испытание согласно процедуре по 11.7.3—11.7.5.

12 Реактивы для контроля фильтрации

12.1 Принцип

12.1.1 Органические реактивы для контроля фильтрации могут изменяться по химическому составу и техническим характеристикам в различных средах буровых растворов. Решение принимается с помощью сравнения характеристик испытательных материалов для контроля фильтрации с характеристиками известных материалов, применяемых в полевых условиях.

12.1.2 В определенных случаях сравнение может проводиться в реальном буровом растворе, в котором будет использоваться материал. В основном оценка выполняется в буровых растворах, приготовленных в лабораторных условиях.

12.1.3 Рекомендуется, чтобы материалы для контроля фильтрации, предусмотренные для широкого применения, тщательно отбирались для различных систем буровых растворов. Во время оценки контроля фильтрации влияние испытательного материала на реологию, pH или другие свойства может представлять интерес.

12.2 Реактивы и оборудование

12.2.1 Реактивы

12.2.1.1 Хлорид кальция, х.ч.

12.2.1.2 Хлорид магния, х.ч.

12.2.1.3 Хлорид калия, х.ч.

12.2.1.4 Ксантановая смола, класс для буровых растворов, сухой порошок.

12.2.1.5 Аттапульгит, материал по стандарту [7].

12.2.1.6 Искусственные выбуренные твердые частицы, например, комовая глина или порошковая глина.

12.2.1.7 Эталонный бентонит. Если свойства потери жидкости не наблюдаются в пределах указанного диапазона, следует заменить эталонный бентонит.

12.2.1.8 Соль, основной раствор № 1: 555,6 г гексагидрата хлорида магния, 57,9 г безводного хлорида кальция и 2,1 г гексагидрата хлорида стронция, разбавленные дистиллированной или деионизированной водой до *1000 см*^{3}.

12.2.1.9 Соль, основной раствор № 2: 69,5 г хлорида калия, 20,1 г бикарбоната натрия, 10,0 г бромида калия, 2,7 г борной кислоты и 0,3 г фторида натрия, разбавленные дистиллированной или деионизированной водой до *1000 см*^{3}.

12.2.1.10 Гидроксид натрия, титрованный раствор, *c*(NaOH = 10 моль/л).

12.2.1.11 Лигносульфонат (хрома или феррохрома), класс для буровых растворов.

12.2.1.12 Известь, х.ч. или эквивалентная.

12.2.1.13 Хлорид натрия, х.ч.

12.2.1.14 Сульфат натрия безводный, х.ч.

12.2.1.15 Деионизированная или дистиллированная (*по ГОСТ 6709*) вода.

12.2.1.16 Противопенная добавка.

12.2.2 Оборудование

12.2.2.1 Весы с точностью ± 0,01 г.

12.2.2.2 Мешалка со скоростью вращения (11500 ± 300) об/мин, с одинарным ребристым рабочим колесом диаметром 25,4 мм (1 дюйм).

Рабочее колесо должно заменяться, когда потеря массы составит 10 %. Первоначальная масса лопасти составляет приблизительно 5,5 г.

12.2.2.3 Емкость глубиной 180 мм (7 и 1/8 дюйма), диаметром *d* верхней части 97 мм (3 и 3/4 дюйма), диаметром *d* основания 70 мм (2 и 3/4 дюйма).

12.2.2.4 Часы или счетчик времени прямого показания с точностью ± 0,1 мин в течение времени испытания.

12.2.2.5 Бутыль оплетенная вместимостью 4 $дм^3$, с крышкой, завинченной на широком горлышке.

12.2.2.6 Шпатель.

12.2.2.7 Фильтр-пресс с низкой температурой/низким давлением в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 7), с площадью фильтрации от 4520 до 4640 $мм^2$ (диаметр — от 75,86 до 76,86 мм) [площадь фильтрации — от 7,00 до 7,20 $дюйма^2$ (диаметр — от 2,98 до 3,03 дюйма)].

Прокладка для фильтра-пресса является определяющим фактором для площади фильтрации. Рекомендуется, чтобы используемая прокладка для фильтра-пресса была испытана коническим шаблоном, имеющим максимальный [76,86 мм (3,02 дюйма)] и минимальный [75,86 мм (2,98 дюйма)] диаметры, маркированные на шаблоне. Любую прокладку для фильтра-пресса с размерами вне данного диапазона следует отбраковать.

12.2.2.8 Вискозиметр прямого показания в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 6).

12.2.2.9 Сушильный шкаф с вращением, с регулируемой температурой (65 ± 3) °C [(150 ± 5) °F].

12.2.2.10 pH-метр в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 11).

12.2.2.11 Лабораторный стакан малый, закрытый, например, стеклянный стакан вместимостью *500 $см^3$* с винтовой крышкой.

12.2.2.12 Сушильный шкаф с регулируемой температурой (105 ± 3) °C [(220 ± 5) °F].

12.2.2.13 Ячейки для выдерживания в соответствии с разделом 21.

12.2.2.14 Фильтровальная ячейка с высокой температурой/высоким давлением в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 7).

12.2.2.15 Шприцы разовые объемом *3 $см^3$*.

12.3 Общие инструкции для приготовления основных буровых растворов

12.3.1 Готовят достаточное количество основного бурового раствора для серии испытаний. Следует приготовить одну большую партию или смешивать малые партии для однородности перед выдерживанием.

12.3.2 Состав, порядок дополнения, время перемешивания, усилие сдвига и время выдерживания должны быть постоянными для каждой партии.

12.3.3 Перемешивают все основные буровые растворы перед испытанием для гарантирования однородности.

12.3.4 Испытывают пробу необработанного основного бурового раствора каждый раз перед началом новой серии испытаний. Подвергают пробу необработанного основного бурового раствора аналогичному времени перемешивания, выдерживания при нагреве и испытании, что и обработанные буровые растворы.

12.4 Насыщенные солевые буровые растворы

12.4.1 Готовят насыщенную соленую воду, добавив 400 г хлорида натрия и разбавив водой до *1000 $см^3$* (для превышения растворимости хлорида натрия в воде при комнатной температуре).

12.4.2 Перемешивают в течение 30 мин., выдерживают 12 ч при комнатной температуре и переливают в большую оплетенную бутыль вместимостью 4 $дм^3$.

12.4.3 Готовят суспензию аттапульгитовой глины и искусственных выбуренных твердых частиц, добавив 8 г аттапульгита и 30 г искусственных выбуренных твердых частиц в емкости с *338 $см^3$* (401 г) насыщенной соленой воды. Добавляют глину и твердые частицы в воду во время перемешивания в мешалке с высоким усилием сдвига.

12.4.4 После 5 мин. извлекают емкость из мешалки и очищают стенки от глины и твердых частиц, прилипших к стенкам емкости.

12.4.5 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание дополнительно в течение 25 мин. (общее время перемешивания — 30 мин.).

12.4.6 Выдерживают суспензию в течение 24 ч в запечатанной бутыли при комнатной температуре.

12.4.7 Перемешивают раствор в мешалке в течение 5 мин.

12.4.8 Измеряют объем фильтрата с помощью фильтровальной ячейки с низкой температурой/низким давлением в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 7). Объем фильтрата должен составлять от 90 до *105 $см^3$.*

12.4.9 Для целей испытания массовым эквивалентом являются 439 г на *350 $см^3$.*

12.5 Насыщенные солевые буровые растворы с высокой жесткостью

12.5.1 Готовят солевой раствор с высокой жесткостью, добавив 125 г хлорида кальция и 22 г хлорида магния и разбавив до *1000 $см^3$* насыщенным солевым раствором, приготовленным по 12.4.1.

12.5.2 Перемешивают в течение 30 мин., выдерживают 12 ч при комнатной температуре и переливают в большую оплетенную бутыль.

12.5.3 Готовят суспензию аттапульгитовой глины и искусственных выбуренных твердых частиц, добавив 8 г аттапульгита и 30 г искусственных выбуренных твердых частиц в емкости с *338 $см^3$* (429 г) насыщенного солевого бурового раствора с высокой жесткостью. Добавляют глину и твердые частицы в воду во время перемешивания в мешалке с высоким усилием сдвига.

12.5.4 После 5 мин. извлекают емкость из мешалки и очищают стенки от глины и твердых частиц, прилипших к стенкам емкости.

12.5.5 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание дополнительно в течение 25 мин (общее время перемешивания — 30 мин.).

12.5.6 Выдерживают суспензию в течение 24 ч в запечатанной бутыли при комнатной температуре.

12.5.7 Перемешивают раствор в мешалке в течение 5 мин.

12.5.8 Измеряют объем фильтрата с помощью фильтровальной ячейки с низкой температурой/низким давлением в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 7). Объем фильтрата должен составлять от 90 до *105 $см^3$*.

12.5.9 Для целей испытания массовым эквивалентом являются 467 г на *350 $см^3$*.

12.6 Буровые растворы с 10 % содержанием хлорида калия (KCl)

12.6.1 Готовят 10 % раствор хлорида калия (KCl), добавив 111 г KCl в емкость и разбавив водой до *1000 $см^3$*.

12.6.2 Медленно всыпают 1,0 г ксантановой смолы в 360 г (*340 $см^3$*) 10 % раствора KCl во время перемешивания в мешалке с высоким усилием сдвига.

12.6.3 После 5 мин. извлекают емкость из мешалки и очищают стенки от полимера, прилипшего к стенкам емкости.

12.6.4 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание дополнительно в течение 10 мин. (общее время перемешивания — 15 мин.).

12.6.5 Добавляют 30 г искусственных выбуренных твердых частиц, продолжая перемешивание в мешалке с высоким усилием сдвига.

12.6.6 После 5 мин. извлекают емкость из мешалки и очищают стенки от твердых частиц, прилипших к стенкам емкости.

12.6.7 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание дополнительно в течение 10 мин. (общее время перемешивания — 30 мин.).

12.6.8 Измеряют реологические свойства с помощью реометра в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 6).

Свойства должны быть следующие:

- пластическая вязкость — от 0,003 до 0,007 Па·с (от 3 до 7 *мПа·с*);
- предел текучести — от 2,9 до 4,8 Па (от 6 до 10 фунтов/100 фут^2);
- студенистый осадок после 10 с — от 0,96 до 1,92 Па (от 2 до 4 фунтов/100 фут^2);
- студенистый осадок после 10 мин. — от 1,44 до 2,39 Па (от 3 до 5 фунтов/100 фут^2).

12.6.9 Измеряют объем фильтрата с помощью фильтровальной ячейки с низкой температурой/низким давлением в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 7). Объем фильтрата должен составлять от 30 до *50 см^3*.

12.6.10 Для целей испытания массовым эквивалентом являются 391 г на *350 см^3*.

12.7 Растворы предварительно гидратированного бентонита

12.7.1 Для процедур, требующих предварительно гидратированного бентонита в буровых растворах, готовят и выдерживают бентонит заранее.

12.7.2 Готовят суспензию бентонита, добавив 26 г бентонита в емкость с *350 см^3* воды (с массовой долей твердых частиц 6,67 %), для каждой испытуемой пробы. Добавляют глину в воду во время перемешивания в мешалке с высокой скоростью вращения.

12.7.3 После 5 мин. извлекают емкость из мешалки и очищают стенки емкости от прилипшего бентонита.

12.7.4 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание дополнительно в течение 10 мин. (общее время перемешивания — 15 мин.).

12.7.5 Выдерживают суспензию в течение 24 ч в запечатанной бутыли при комнатной температуре.

12.7.6 Перемешивают суспензию в мешалке в течение 5 мин. перед использованием.

12.8 Видоизмененные буровые растворы на основе морской воды

12.8.1 Готовят искусственную морскую воду, добавив 24,53 г хлорида натрия и 4,09 г безводного сульфата натрия в колбу вместимостью *1000 см^3*. Разводят дистиллированной или деионизированной водой до *800 см^3*. Перемешивают 20,0 см^3 основного раствора № 1 и *10,0 см^3* основного раствора № 2 в колбе и разводят водой до *1000 см^3*. Регулируют pH до 8,2 с помощью раствора гидроксида натрия концентрацией 0,1 моль/л.

12.8.2 Готовят суспензию бентонитовой глины, добавив в емкость 150 г (*144 см^3*) раствора предварительно гидратированного бентонита, приготовленного по 12.7. Добавляют *193 см^3* искусственной морской воды, приготовленной по 12.8.1, во время перемешивания в мешалке.

12.8.3 Продолжают перемешивание, добавив *2,5 см^3* NaOH концентрацией 10 моль/л и насыпав 30 г искусственных выбуренных твердых частиц.

12.8.4 После 5 мин. извлекают емкость из мешалки и очищают стенки емкости от прилипшей глины.

12.8.5 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание дополнительно в течение 10 мин. (общее время перемешивания — 15 мин.).

12.8.6 Выдерживают суспензию в течение 24 ч в запечатанной бутыли при комнатной температуре.

12.8.7 Перемешивают суспензию в мешалке в течение 5 мин.

12.8.8 Измеряют объем фильтрата с помощью фильтровальной ячейки с низкой температурой/низким давлением в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 7). Объем фильтрата должен составлять от 60 до *70 см^3*.

12.8.9 Для целей испытания массовым эквивалентом являются 382 г на *350 см^3*.

12.9 Буровые растворы с низким содержанием соли

12.9.1 Готовят раствор с низким содержанием соли, взвесив 42 г хлорида натрия в колбу и разбавив водой до *1000 см^3*. В результате получается 4 % раствор хлорида натрия.

12.9.2 Готовят суспензию бентонитовой глины, добавив в емкость 150 г (*144 см^3*) раствора предварительно гидратированного бентонита, приготовленного по 12.7. Добавляют *193 см^3* воды с низким содержанием соли в суспензию бентонита во время перемешивания в мешалке с высоким усилием сдвига.

12.9.3 Продолжают перемешивание, добавив *2,5 см^3* NaOH концентрацией 10 моль/л и насыпав 30 г искусственных выбуренных твердых частиц.

12.9.4 После 5 мин. извлекают емкость из мешалки и очищают стенки емкости от прилипшей глины.

12.9.5 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание дополнительно в течение 10 мин. (общее время перемешивания — 15 мин.).

12.9.6 Выдерживают суспензию в течение 24 ч в запечатанной бутыли при комнатной температуре.

12.9.7 Перемешивают суспензию в мешалке в течение 5 мин.

12.9.8 Измеряют объем фильтрата с помощью фильтровальной ячейки с низкой температурой/низким давлением в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 7). Объем фильтрата должен составлять от 35 до *45 см*^{3}.

12.9.9 Для целей испытания массовым эквивалентом являются 382 г на *350 см*^{3}.

12.10 Буровые растворы, обработанные известью

12.10.1 Готовят суспензию бентонитовой глины, добавив в емкость 260 г (*250 см*^{3}) раствора предварительно гидратированного бентонита, приготовленного по 12.7. Добавляют *73 см*^{3} воды, 4 г лигносульфоната хрома и *2,5 см*^{3} NaOH концентрацией 10 моль/л во время перемешивания в мешалке с высоким усилием сдвига.

12.10.2 Перемешивают раствор в течение 30 мин.

12.10.3 Продолжают перемешивание и насыпают 3 г извести и 30 г искусственных выбуренных твердых частиц.

12.10.4 После 5 мин. извлекают емкость из мешалки и очищают стенки емкости от прилипшей глины.

12.10.5 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание дополнительно в течение 10 мин. (общее время перемешивания — 45 мин.).

12.10.6 Выдерживают при вращении суспензию в течение 16 ч в запечатанной емкости в сушильном шкафу при температуре 65 °С (150 °F).

12.10.7 Охлаждают и перемешивают суспензию в мешалке в течение 5 мин.

12.10.8 Измеряют объем фильтрата с помощью фильтровальной ячейки с низкой температурой/низким давлением в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 7). Объем фильтрата должен составлять от 12 до *20 см*^{3}.

12.10.9 Измеряют щелочность по фенолфталеину бурового раствора P_{df} в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 12). P_{df} бурового раствора должна составить от 10 до *20 см*^{3}; регулируют ее с помощью извести.

12.10.10 Для целей испытания массовым эквивалентом являются 373 г на *350 см*^{3}.

12.11 Недиспергированные буровые растворы с низким содержанием твердой фазы

12.11.1 Готовят суспензию бентонитовой глины, добавив в емкость 150 г (*144 см*^{3}) раствора предварительно гидратированного бентонита, приготовленного по 12.7. Добавляют *200 см*^{3} воды и 15 г искусственных выбуренных твердых частиц во время перемешивания в мешалке с высоким усилием сдвига.

12.11.2 После 5 мин. извлекают емкость из мешалки и очищают стенки емкости от прилипших глины и твердых частиц.

12.11.3 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание дополнительно в течение 10 мин. (общее время перемешивания — 15 мин.).

12.11.4 Выдерживают суспензию в течение 24 ч в запечатанной бутыли при комнатной температуре.

12.11.5 Перемешивают суспензию в мешалке в течение 5 мин.

12.11.6 Измеряют объем фильтрата с помощью фильтровальной ячейки с низкой температурой/низким давлением в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 7). Объем фильтрата должен составлять от 20 до *30 см*^{3}.

12.11.7 Для целей испытания массовым эквивалентом являются 365 г на *350 см*^{3}.

12.12 Пресноводные буровые растворы с лигносульфонатом

12.12.1 Готовят суспензию бентонитовой глины, добавив в емкость 225 г (*216 см*^{3}) раствора предварительно гидратированного бентонита, приготовленного по 12.7. Добавляют *127 см*^{3} воды, 15 г искусственных выбуренных твердых частиц, 1 г лигносульфоната хрома и *1,2 см*^{3} NaOH концентрацией 10 моль/л во время перемешивания в мешалке с высокой скоростью вращения.

12.12.2 После 5 мин. извлекают емкость из мешалки и очищают стенки от прилипших глины и твердых частиц.

12.12.3 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание дополнительно в течение 10 мин. (общее время перемешивания — 15 мин.).

12.12.4 Выдерживают суспензию в течение 24 ч в запечатанной бутыли при комнатной температуре.

12.12.5 Перемешивают суспензию в мешалке в течение 5 мин.

12.12.6 Измеряют объем фильтрата с помощью фильтровальной ячейки с низкой температурой/низким давлением в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 7). Объем фильтрата должен составлять от 9 до *15 см*^{3}.

12.12.7 Измеряют pH суспензии с помощью pH-метра или лакмусовой бумаги в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 11). pH должен быть от 9,5 до 10,5; регулируют с помощью NaOH.

12.12.8 Для целей испытания массовым эквивалентом являются 369 г на *350 см*^{3}.

12.13 Испытания первоначальных характеристик

12.13.1 Подбирают концентрации реактивов для контроля фильтрации для покрытия широкого диапазона (например, 0,1; 0,5; 1,0; 3,0 и *5,0 350 г/см*^{3}). Включают необработанную пробу основного бурового раствора.

Если проводится сравнение с известным полевым материалом, испытания характеристик следует выполнять в эквивалентном диапазоне концентраций известных полевых материалов.

12.13.2 Взвешивают в каждую из нескольких емкостей для перемешивания массовый эквивалент *350 см*^{3} выбранного основного бурового раствора. Помещают емкости в мешалку с высокой скоростью вращения.

12.13.3 Взвешивают нужное количество реактивов для контроля фильтрации и равномерно добавляют в течение 30 с во время перемешивания в мешалке.

12.13.4 Перемешивают в течение 30 мин., извлекая емкости из мешалки дважды для очистки стенок от прилипших глины и твердых частиц. Если при перемешивании происходит вспенивание, которое остается после извлечения пробы из мешалки, следует попытаться удалить захваченный воздух, медленно перемешивая шпателем. При необходимости добавляют противопенную добавку; добавление противопенной добавки может повлиять на результаты фильтрации. Записывают количество добавленной противопенной добавки.

12.13.5 Измеряют pH суспензии с помощью процедуры, указанной в ГОСТ 33213 (раздел 7). Если pH суспензии ниже pH необработанного испытательного бурового раствора более чем на 0,5 единиц, регулируют pH суспензии с помощью NaOH концентрацией 10 моль/л. Если pH суспензии выше pH необработанного испытательного бурового раствора, записывают pH, не регулируя его.

12.13.6 Измеряют объем фильтрата с помощью фильтровальной ячейки с низкой температурой/низким давлением в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 7). Записывают объем фильтрата, толщину и консистенцию корки.

Объем фильтрата следует определять непосредственно после приготовления.

12.14 Характеристики после выдерживания при температуре

12.14.1 Динамически выдерживают пробы, приготовленные и испытанные по 12.13, вращая запечатанные лабораторные стаканы в течение не менее 16 ч в сушильном шкафу при температуре 65 °C (150 °F).

12.14.2 Охлаждают до комнатной температуры.

12.14.3 Измеряют pH суспензиии и регулируют pH с помощью NaOH концентрацией 10 моль/л до начального pH согласно 12.13.5.

12.14.4 Перемешивают в мешалке с высоким усилием сдвига в течение 10 мин.

12.14.5 Определяют объем фильтрата при низкой температуре/низком давлении. Записывают объем фильтрата, толщину и консистенцию корки.

12.14.6 Если необходимо определить стабильность бурового раствора при высокой температуре, выдерживают суспензию статически или динамически при более высокой температуре в подходящей испытательной емкости. См. разделы 21 и 22 для руководства.

12.14.7 Охлаждают до комнатной температуры. Перемешивают в мешалке с высоким усилием сдвига в течение 5 мин.

12.14.8 Определяют объем фильтрата при высокой температуре/высоком давлении в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 7). Записывают объем фильтрата, толщину и консистенцию корки.

13 Испытание метиленовой синью для выбуренных твердых частиц и товарного бентонита

13.1 Поглощение метиленовой сини выбуренных твердых частиц

13.1.1 Принцип

13.1.1.1 Поглощение метиленовой сини выбуренных твердых частиц может быть определено с помощью процедуры, аналогичной для буровых растворов. Поглощение метиленовой сини является оценкой катионообменной емкости выбуренных твердых частиц. Реальная катионообменная емкость выбуренных твердых частиц будет немного выше поглощения метиленовой сини.

13.1.1.2 Раствор метиленовой сини используют для титрования пробы выбуренных твердых частиц, высушенных, размельченных до порошкообразного состояния и обработанных сильным диспергатором и окислителем. Диспергированная проба выбуренных твердых частиц титруется раствором метиленовой сини до тех пор, пока не появится слабое синее кольцо или «ореол» вокруг капли окрашенных выбуренных твердых частиц на фильтровальной бумаге.

13.1.2 Реактивы и оборудование

13.1.2.1 Раствор метиленовой сини: 3,20 г метиленовой сини, ч.д.а. ($C_{16}H_{18}N_3SCl$), разбавленной до *1000 см*^{3} (*1 см*^{3} = 0,01 миллиэквивалент).

Если раствор готовится в лаборатории, то влажность метиленовой сини, чистой для анализа, должна определяться каждый раз при приготовлении раствора. Высушивают 1,0 г метиленовой сини до постоянной массы при температуре (93 ± 3) °С [(200 ± 5) °F]. Проводят соответствующую поправку массы порошка метиленовой сини m_0, взятой для приготовления раствора, следующим образом:

$$m_0 = \frac{3{,}20}{m_d}, \tag{13}$$

где m_d — масса высушенной пробы порошка метиленовой сини, г.

13.1.2.2 Тетрапирофосфат натрия, 2 % раствор (20 г пирофосфататетранатрия, разбавленного до *1000 см*^{3}).

13.1.2.3 Перекись водорода, 3 % раствор.

13.1.2.4 Серная кислота, разведенная, *с* = 2,5 моль/л (5 М).

13.1.2.5 Коническая колба Эрленмейера вместимостью *250 см*^{3}.

13.1.2.6 Бюретка вместимостью *10 см*^{3}, микропипетка вместимостью *0,5 см*^{3} или градуированная пипетка вместимостью *1 см*^{3}.

13.1.2.7 Мерный цилиндр вместимостью *50 см*^{3} *по ГОСТ 1770.*

13.1.2.8 Палочка для перемешивания.

13.1.2.9 Электрическая плитка.

13.1.2.10 Магнитная мешалка с покрытой магнитной вертушкой.

13.1.2.11 Фильтровальная бумага Ватман номер 1.

13.1.2.12 Сушильный шкаф с регулируемой температурой (105 ± 3) °С [(220 ± 5)°F].

13.1.2.13 Ступка и пестик.

13.1.2.14 Сито 71 мкм.

13.1.2.15 Весы с точностью взвешивания ± 0,05 г.

13.1.3 Процедура

13.1.3.1 Очищают пробу выбуренных твердых частиц от следов бурового раствора и высушивают при температуре (105 ± 3) °С [(220 ± 5) °F] в течение 2 ч.

13.1.3.2 Размалывают выбуренные твердые частицы до получения мелкого порошка с помощью ступки и пестика. Просеивают через сито 71 мкм.

13.1.3.3 Взвешивают 1,0 г выбуренных твердых частиц с размером менее 71 мкм и добавляют в коническую колбу Эрленмейера, содержащую *25 см*^{3} 2 % раствора тетрапирофосфата натрия.

13.1.3.4 Хорошо перемешивают и кипятят в течение 10 мин. Не кипятят до высушивания.

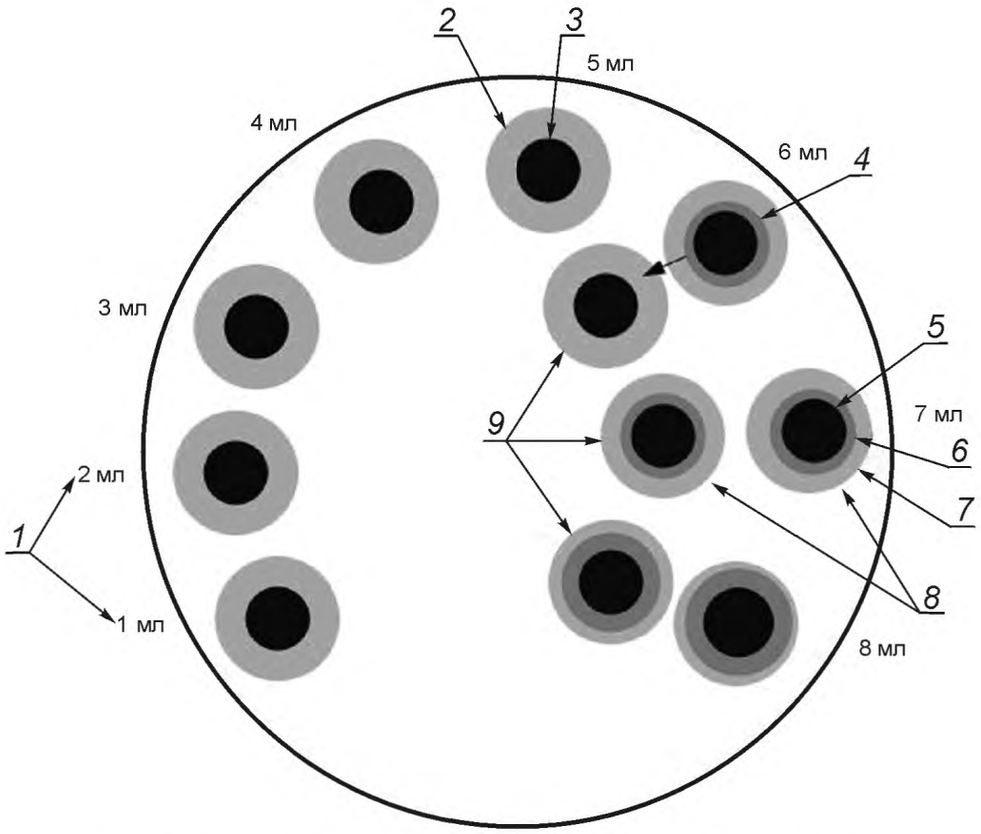
13.1.3.5 Добавляют *15 см*^{3} перекиси водорода и *1 см*^{3} серной кислоты. Кипятят в течение 10 мин. Охлаждают до комнатной температуры и разводят водой до объема более *50 см*^{3}.

13.1.3.6 Добавляют раствор метиленовой сини в колбу частями по *0,5 см*^{3} во время перемешивания на магнитной мешалке. Если приблизительное количество раствора метиленовой сини, необходимое

для получения конечной точки, известно из предыдущих испытаний, то перед началом титрования можно добавлять раствор метиленовой сини большими частями (от 1 до 2 $см^3$). После каждого добавления раствора метиленовой сини вращают содержимое колбы в течение 30 с. Пока твердые частицы находятся во взвешенном состоянии, отбирают одну каплю суспензии с помощью палочки для перемешивания и капают на фильтровальную бумагу. Исходная конечная точка титрования достигается, когда возникает окрашивание в виде слабого синего кольца или ореола, как показано на рисунке 2, обозначение *4*, для добавления 6 $см^3$.

13.1.3.7 Когда обнаружена исходная конечная точка, взбалтывают колбу в течение 2 мин. и капают еще одну каплю на испытательную бумагу. Если снова наблюдается синее кольцо, то достигнута окончательная конечная точка, как показано на рисунке 2, обозначение *8*. Если слабое синее кольцо или ореол не появляются, продолжают процедуру по 13.1.3.6 до тех пор, пока вторая капля, взятая после 2 мин., не покажет слабый синий оттенок или ореол, как показано в обозначениях *8* и *9*. Таким образом, находится 2 мин. конечная точка. Свободное окрашивание, обнаруженное непосредственно после добавления раствора метиленовой сини и поглощаемое через 2 мин., указывает на то, что конечная точка не достигнута. См. обозначения *4* и *9*.

13.1.3.8 Продолжают перемешивание в течение дополнительных 10 мин. и капают еще одну каплю на испытательную бумагу. Если слабое синее кольцо или ореол снова появляются, то достигнута 10 мин. конечная точка. Если слабое синее кольцо не появляется, продолжают процедуру по 13.1.3.6 до тех пор, пока вторая капля, взятая после перемешивания в течение 2 мин., не покажет слабый синий оттенок или ореол.



1 — объем добавленного раствора метиленовой сини; *2* — влага; *3* — окрашенные твердые частицы бурового раствора (присутствует несвободное, непоглощаемое окрашивание); *4* — свободное окрашивание (слабое синее кольцо или ореол), видимое непосредственно после добавления 6 $см^3$ и поглощаемое после 2 мин., что указывает на то, что конечная точка не достигнута; *5* — окрашенные твердые частицы бурового раствора; *6* — свободное, непоглощаемое окрашивание; *7* — влага; 8 — конечная точка, свободное окрашивание не поглощается после перемешивания в течение дополнительных 2 мин.; *9* — появление пятна после перемешивания в течение дополнительных 2 мин.

Рисунок 2 — Испытания методом пятна для конечной точки титрования метиленовой сини

13.1.3.9 Поглощение метиленовой сини выбуренных твердых частиц $c_{MBT\text{-}DS}$, мэкв/100 г, вычисляют по следующей формуле:

$$c_{MBT\text{-}DS} = \frac{V}{m_{DS}}, \quad (14)$$

где V — объем раствора метиленовой сини, используемый для титрования, *см*^{3};

m_{DS} — масса пробы выбуренных твердых частиц, г.

13.2 Поглощение метиленовой сини товарного бентонита

13.2.1 Принцип

Поглощение метиленовой сини товарного бентонита может быть определено с помощью процедуры, аналогичной для выбуренных твердых частиц. Поглощение метиленовой сини является оценкой катионообменной емкости бентонита. Реальная катионообменная емкость бентонита будет немного выше поглощения метиленовой сини. Диспергированную пробу бентонита титруют раствором метиленовой сини до тех пор, пока не появится синий или бирюзовый «ореол» вокруг капли окрашенных твердых частиц бентонита на фильтровальной бумаге.

13.2.2 Реактивы и оборудование

13.2.2.1 Раствор метиленовой сини, *1 см*^{3} = 0,01 миллиэквивалент (см. 13.1.2.1).

13.2.2.2 Тетрапирофосфат натрия, 2 % раствор (см. 13.1.2.2).

13.2.2.3 Коническая колба Эрленмейера вместимостью *250 см*^{3}.

13.2.2.4 Бюретка вместимостью *50 см*^{3}.

13.2.2.5 Мерный цилиндр вместимостью *50 см*^{3} *по ГОСТ 1770.*

13.2.2.6 Палочка для перемешивания.

13.2.2.7 Электрическая плитка.

13.2.2.8 Магнитная мешалка с магнитной вертушкой (покрытой).

13.2.2.9 Фильтровальная бумага Ватман номер 1.

13.2.2.10 Весы с точностью взвешивания ± 0,05 г.

13.2.3 Процедура

13.2.3.1 Взвешивают 0,5 г бентонита и добавляют в коническую колбу Эрленмейера, содержащую *25 см*^{3} 2 % раствора тетрапирофосфата натрия.

13.2.3.2 Хорошо перемешивают и кипятят в течение 10 мин. Не кипятят до высушивания.

13.2.3.3 Охлаждают до комнатной температуры и разводят водой до объема более 50 см^3.

13.2.3.4 Добавляют раствор метиленовой сини в колбу с помощью бюретки частями по 1 см^3 во время перемешивания на магнитной мешалке. Перед началом титрования можно добавлять раствор метиленовой сини большими частями (от 10 до *15 см*^{3}), если конечная точка достигается только после добавления *25 см*^{3} или более. После каждого добавления раствора метиленовой сини вращают содержимое колбы в течение 30 с, отбирают одну каплю суспензии с помощью палочки для перемешивания и капают на фильтровальную бумагу. Исходная конечная точка титрования достигается, когда возникает окрашивание в виде слабого синего кольца или ореола, окружающего твердые частицы, как показано на рисунке 2, обозначение *4*.

Для большей точности рекомендуется добавление раствора частями не более *1 см*^{3}.

13.2.3.5 Когда обнаружена исходная конечная точка, взбалтывают колбу в течение 2 мин. и капают еще одну каплю на испытательную бумагу. Если снова наблюдается слабое синее кольцо или ореол, то достигнута 2 мин. конечная точка, как показано на рисунке 2, обозначения *8* и *9*. Если кольцо или ореол не появляются, продолжают процедуру по 13.2.3.4 до тех пор, пока вторая капля, взятая после перемешивания в течение дополнительных 2 мин., не покажет слабый синий оттенок или ореол.

13.2.3.6 Продолжают перемешивание в течение дополнительных 10 мин. и капают еще одну каплю на испытательную бумагу. Если слабое синее кольцо или ореол снова появляются, то достигнута 10 мин. конечная точка. Если слабое синее кольцо не появляется, продолжают процедуру по 13.2.3.2 до тех пор, пока вторая капля, взятая после перемешивания в течение 2 мин., не покажет слабый синий оттенок или ореол.

13.2.3.7 Поглощение метиленовой сини товарного бентонита $c_{MBT\text{-}B}$, мэкв/100 г, вычисляют по следующей формуле:

$$c_{MBT\text{-}B} = \frac{V}{m_B}, \quad (15)$$

где V — объем раствора метиленовой сини, используемый для титрования, *см*^{3};

m_B — масса пробы товарного бентонита, г.

13.3 Содержание твердых частиц

13.3.1 Принцип

Процедура по 13.3.2 может применяться для примерной оценки количества выбуренных твердых частиц и товарного бентонита в буровом растворе при использовании концентрации твердых частиц малой плотности $c_{LG,A}$, выраженной в килограммах на кубический метр, или $c_{LG,B}$, выраженной в фунтах на баррель, вычисленной в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 8), плюс эквивалент бентонита $E_{BE,A}$, выраженный в килограммах на кубический метр, или $E_{BE,B}$, выраженный в фунтах на баррель, вычисленный по ГОСТ 33213 (раздел 10), и поглощение метиленовой сини выбуренных твердых частиц (см. 13.1.3.9) и товарного бентонита (см. 13.2.3.7).

13.3.2 Расчет

Концентрация каждого типа твердых частиц малой плотности может быть вычислена по следующим формулам:

$$c_{MBT\text{-}AVG} = \frac{70E_{BE,A}}{c_{LG,A}}; \quad (16)$$

$$c_{MBT\text{-}AVG} = \frac{70E_{BE,B}}{c_{LG,B}}; \quad (17)$$

$$c_{B,A} = \frac{c_{MBT\text{-}AVG} - c_{MBT\text{-}DS}}{c_{MBT\text{-}B} - c_{MBT\text{-}DS}} c_{LG,A}; \quad (18)$$

$$c_{B,B} = \frac{c_{MBT\text{-}AVG} - c_{MBT\text{-}DS}}{c_{MBT\text{-}B} - c_{MBT\text{-}DS}} c_{LG,B}; \quad (19)$$

$$c_{DS,A} = c_{LG,A} - c_{B,A}; \quad (20)$$

$$c_{DS,B} = c_{LG,A} - c_{B,B}, \quad (21)$$

где $C_{MBT\text{-}AVG}$ — среднее значение поглощения метиленовой сини для твердых частиц малой плотности, мэкв/100 г;

$C_{MBT\text{-}DS}$ — поглощение метиленовой сини выбуренных твердых частиц, мэкв/100 г;

$C_{MBT\text{-}B}$ — поглощение метиленовой сини товарного бентонита, мэкв/100 г;

$E_{BE,\,A}$ — эквивалент бентонита, кг/м^3;

$E_{BE,\,B}$ — эквивалент бентонита, фунт/баррель;

$C_{LG,\,A}$ — концентрация твердых частиц малой плотности, кг/м^3;

$C_{LG,\,B}$ — концентрация твердых частиц малой плотности, фунт/баррель;

$C_{B,\,A}$ — концентрация бетонита, кг/м^3;

$C_{B,\,B}$ — концентрация бетонита, фунт/баррель;

$C_{DS,\,A}$ — концентрация выбуренных твердых частиц, кг/м^3;

$C_{DS,\,B}$ — концентрация выбуренных твердых частиц, фунт/баррель.

Если $C_{MBT\text{-}B}$ для бентонита неизвестно, используют значение 70 мэкв/100 г, принятое для вычисления эквивалента бентонита бурового раствора по ГОСТ 33213 (раздел 8) и для вычислений среднего значения МВТ всех твердых частиц малой плотности, $C_{MBT\text{-}AVG}$. Состав твердых частиц вычисляется с учетом, что $C_{MBT\text{-}AVE}$ 70 мэкв/100 г для бентонита не является таким же точным, как и вычисленное значение по вышеуказанным формулам. Вычисленные количества бентонита и выбуренных твердых частиц раствора могут применяться в качестве инструмента для контроля.

14 Испытание дефлокуляции для понизителя вязкости

14.1 Принцип

14.1.1 Следующее лабораторное испытание разработано для оценки относительной эффективности понизителя вязкости в среде с высоким содержанием твердых частиц. Данные, полученные при использовании настоящей процедуры, следует сравнивать с данными, полученными при аналогичных испытаниях эталонного понизителя вязкости, и не следует интерпретировать в качестве характеристик понизителя вязкости в рецептурах реальных буровых растворов.

14.1.2 Готовят суспензию эталонного бентонита с массовой долей 28 % в деионизированной или дистиллированной воде и выдерживают при комнатной температуре в течение не менее 1 недели. Часть суспензии объемом *350 см*^{3} обрабатывают 14,3 кг/м^3 лигносульфоната хрома или феррохрома для испытаний без примесей и 22,8 кг/м^3 эталонного понизителя вязкости для испытаний с примесями [14,3 кг/м^3 (5 фунтов/баррель) гипса и 11,4 кг/м^3 (4 фунта/баррель) хлорида натрия]. pH суспензии регулируют до 9,5 с помощью гидроксида натрия. Вязкостные свойства измеряют в начале испытания и после выдерживания в течение 16 ч при горячем вращении при температуре 65 °С (150 °F). Объем фильтрата измеряют после выдерживания при горячем вращении. После завершения измерений выдержанных при горячем вращении проб pH суспензии регулируют до 9,5 и суспензию выдерживают в течение 16 ч в ячейке из нержавеющей стали при температуре 175 °С (350 °F). Перед нагревом в ячейку подают давление 3450 кПа (500 фунтов/кв. дюйм) с помощью азота. Вязкостные свойства суспензии измеряют после выдерживания при высокой температуре непосредственно после извлечения из ячейки. pH суспензии регулируют до 9,5. Затем повторно измеряют вязкостные свойства и определяют объем фильтрата.

14.1.3 Эффективность испытательной пробы оценивают сравнением результатов с характеристиками пробы эталонного лигносульфоната или другого понизителя вязкости.

14.2 Реактивы и оборудование

14.2.1 Эталонный бентонит (подвергнутый воздушной сепарации).

14.2.2 Хлорид натрия, х.ч.

14.2.3 Гипс, содержание $Ca_2SO_4 \cdot 2H_2O$ не менее 92 %, 85 % просеивается через сито 100 меш.

14.2.4 Гидроксид натрия, х.ч., используемый для получения раствора (*1 см*^{3} раствора содержит 0,25 г NaOH).

14.2.5 Дистиллированная вода (*по ГОСТ 6709*) или деионизированная.

14.2.6 Стандартный или эталонный понизитель вязкости.

14.2.7 Мешалка со скоростью вращения (10000 ± 100) об/мин, сконструированная так, чтобы подшипники не соприкасались с испытательной жидкостью.

14.2.8 Емкость для перемешивания с воздухонепроницаемой крышкой.

14.2.9 Весы со способностью взвешивания до 3 кг.

14.2.10 Весы для бурового раствора.

14.2.11 Вискозиметр в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 6).

14.2.12 Трансформатор с переменной скоростью.

14.2.13 pH-метр с точностью измерения ± 0,1.

14.2.14 Счетчик времени с точностью ± 0,1 мин в течение времени испытания.

14.2.15 Фильтр-пресс в соответствии с ГОСТ 33213 (раздел 7).

14.2.16 Фильтровальная бумага Ватман номер 50.

14.2.17 Шпатель.

14.2.18 Ячейки для выдерживания высокотемпературные из нержавеющей стали с соединителем для подачи давления в соответствии с разделом 21.

14.2.19 Сушильный шкаф с регулируемой температурой (105 ± 3) °С [(220 ± 5) °F].

14.2.20 Лабораторный стакан вместимостью 500 *см*^{3} стеклянный.

14.2.21 Бюретка с ценой деления *0,1 см*^{3}.

14.2.22 Источник азота давлением 3450 кПа (500 фунтов/кв. дюйм) или более.

14.2.23 Шприц вместимостью *10 см*^{3} с ценой деления *0,2 см*^{3}.

14.2.24 Мешалка со скоростью вращения (7500 ± 500) об/мин, сконструированная так, чтобы подшипники не соприкасались с испытательной жидкостью.

14.2.25 Шкаф с вращением пробы, с регулируемой температурой (65 ± 3) °С [(150 ± 5) °F], предпочтительно с конвекцией воздуха (с циркуляцией продувочного воздуха).

14.2.26 Шкаф для выдерживания с регулируемой температурой (175 ± 3) °С [(350 ± 5)°F].

14.3 Процедура для определения влажности

14.3.1 Определяют влажность эталонного бентонита согласно 14.3.2 и 14.4.

14.3.2 Взвешивают (10 ± 0,01) г глины и высушивают до постоянной массы при температуре (105 ± 3) °С [(220 ± 5) °F]. Охлаждают пробу во влагопоглотителе и взвешивают.

14.4 Вычисление влажности

Вычисляют влажность ω_h, %, по следующей формуле:

$$\omega_h = 100\frac{m_0 - m_d}{m_0}, \quad (22)$$

где m_0 — масса первичной пробы, г;

m_d — масса высушенной пробы, г.

14.5 Приготовление основного бурового раствора

14.5.1 Готовят 500 г суспензии, растворив 140 г эталонного бентонита (высушенного) в деионизированной или дистиллированной воде. Количество требуемой воды составляет 350 г минус количество воды в глине, определенное по 14.4. Глину следует медленно добавлять в воду во время перемешивания суспензии в мешалке.

14.5.2 Перемешивают суспензию в течение 2,5 ч, запечатывают в воздухонепроницаемую емкость для сохранения влаги и выдерживают 12 ч при комнатной температуре. Затем перемешивают в течение 30 мин. и определяют содержание твердых частиц в суспензии по 14.5.3.

14.5.3 Взвешивают (10 ± 0,01) г суспензии и высушивают при температуре (105 ± 3) °С [(220 ± 5) °F]. Охлаждают пробу во влагопоглотителе и взвешивают. Выполняют данную процедуру до тех пор, пока результаты не сойдутся в пределах ± 0,1 % массы.

14.5.4 Содержание твердых частиц должно составлять по массе (28,0 ± 0,1) %. Если содержание твердых частиц слишком низкое, позволяют раствору настояться в незакрытой емкости в течение 12 ч для испарения части влаги. Затем определяют содержание твердых частиц по 14.5.3. Повторяют до тех пор, пока содержание твердых частиц не будет в пределах нормы. Если содержание твердых частиц слишком высокое, см. 14.6.2.

14.6 Расчет

14.6.1 Вычисляют содержание твердых частиц, ω_s, %, по следующей формуле:

$$\omega_s = 100\frac{m_d}{m_0}, \quad (23)$$

где m_d — масса высушенной пробы, г;

m_0 — масса первичной пробы, г.

14.6.2 Если содержание твердых частиц слишком высокое, добавляют дистиллированную воду. Вычисляют массу добавляемой воды m_h, г, требуемую для регулирования содержания твердых частиц по следующей формуле:

$$m_h = m_l - 100\frac{m_s}{\omega_s}, \quad (24)$$

где m_l — заданная масса суспензии, г (500 г для данной процедуры);

m_s — общая масса добавленных твердых частиц, г [140 г эталонного бентонита (высушенного) для данной процедуры];

ω_s — массовая доля твердых частиц, %.

Пример — Содержание твердых частиц, равное 29,1 %, является слишком высоким.

$$m_h = 500 - 100\frac{140}{29,1},$$

$$m_h = 500 - 481,1,$$

m_h = 18,9 г воды, требуемой для регулирования содержания твердых частиц.

14.7 Определение реологических свойств

14.7.1 В *350 см^3* суспензии эталонного бентонита добавляют 1,75 г соли и перемешивают в течение 3 мин. в мешалке при скорости вращения (750 ± 50) об/мин.

14.7.2 Добавляют 5 г пробы испытываемого понизителя вязкости. Перемешивают пробу в течение 1 мин.

14.7.3 Добавляют достаточный объем гидроксида натрия (*1 см^3* = 0,25 г NaOH) для регулирования pH до (9,5 ± 0,1) после общего времени перемешивания 20 мин.

14.7.4 Очищают стенки лабораторного стакана не менее одного раза для гарантирования соответствующего перемешивания. Скорость мешалки должна быть установлена на (7500 ± 500) об/мин, после общего времени перемешивания 20 мин. извлекают буровой раствор из мешалки. Проверяют, чтобы pH равнялся (9,5 ± 0,1).

14.7.5 Перемешивают в течение 1 мин. и измеряют реологические свойства с помощью вискозиметра. Записывают показания по шкале вискозиметра при скорости вращения 600, 300, 200, 100, 6 и 3 об/мин.

14.7.6 Записывают значение начального студенистого осадка, pH и общий объем NaOH, используемый в 14.7.3 и 14.7.4.

14.7.7 Плотно закрывают стакан крышкой и выдерживают при вращении в течение 16 ч при температуре 65 °C (150 °F).

14.7.8 Охлаждают выдержанный при вращении буровой раствор до комнатной температуры. Повторно регулируют pH.

14.7.9 Повторно записывают показания по шкале вискозиметра при скорости вращения 600, 300, 200, 100, 6 и 3 об/мин и показание начального студенистого осадка, pH, студенистого осадка после 10 мин. и объема фильтрата.

14.7.10 Переливают буровой раствор в ячейку для выдерживания при высокой температуре из нержавеющей стали. Подают в ячейку давление 3450 кПа (500 фунтов/кв. дюйм) с помощью азота и проводят испытание на утечку пузырьков воздуха, погрузив ячейку в воду. Помещают ячейку в шкаф для выдерживания при температуре 175 °C (350 °F) на 16 ч.

14.7.11 Извлекают ячейку, охлаждают и переливают буровой раствор в лабораторный стакан.

14.7.12 Измеряют и записывают показания по шкале вискозиметра при скорости вращения 600, 300, 200, 100, 6 и 3 об/мин. Повторно регулируют pH до (9,5 ± 0,1) и повторно измеряют показания по шкале вискозиметра при скорости вращения 600, 300, 200, 100, 6 и 3 об/мин и объем фильтрата.

14.7.13 В *350 см*^{3} основного бурового раствора добавляют 5 г гипса, 4 г хлорида натрия и 8 г исследуемого понизителя вязкости. Перемешивают буровой раствор в течение от 20 до 30 с, поднимая, опуская и поворачивая лабораторный стакан вручную, при скорости вращения мешалки от 7000 до 8000 об/мин.

14.7.14 Помещают лабораторный стакан в зажим. Устанавливают счетчик времени для перемешивания на 20 мин. Через 1 мин. добавляют достаточный объем раствора NaOH (*1 см*^{3} = 0,25 г NaOH) с помощью шприца для регулирования pH до (9,5 ± 0,1) к концу перемешивания. Количество NaOH изменяют в зависимости от типа используемого понизителя вязкости. Количество NaOH следует определять методом проб и ошибок.

14.7.15 После перемешивания в течение 5 мин. извлекают пробу из мешалки и очищают стенки лабораторного стакана.

14.7.16 Снова помещают пробу в мешалку и продолжают перемешивание до общего времени перемешивания 20 мин. при скорости вращения мешалки от 7000 до 8000 об/мин.

14.7.17 После перемешивания в течение 20 мин. извлекают буровой раствор из мешалки и измеряют pH. Если pH равен (9,5 ± 0,1), перемешивают в течение 1 мин. при скорости вращения мешалки от 7000 до 8000 об/мин и измеряют реологические свойства с помощью вискозиметра. Если pH не равен (9,5 ± 0,1), отбраковывают пробу и повторяют испытание.

14.7.18 Измеряют и записывают показания по шкале вискозиметра при скорости вращения 600, 300, 200, 100, 6 и 3 об/мин, значение начального студенистого осадка, pH и общий используемый объем NaOH.

14.7.19 Плотно закрывают стакан крышкой и выдерживают при вращении в течение 16 ч при температуре 65 °C (150 °F).

14.7.20 Охлаждают выдержанный при вращении буровой раствор до комнатной температуры и перемешивают в течение 5 мин. при скорости вращения мешалки от 7000 до 8000 об/мин.

14.7.21 Записывают показания по шкале вискозиметра при скорости вращения 600, 300, 200, 100, 6 и 3 об/мин, значение начального студенистого осадка, pH и объем фильтрата.

14.7.22 Регулируютр Н суспензии до 9,5 с помощью NaOH и переливают в ячейку для выдерживания при высокой температуре из нержавеющей стали. Подают в ячейку давление 3450 кПа (500 фунтов/кв. дюйм) с помощью азота и проводят испытание на утечку пузырьков воздуха, погрузив ячейку в воду. Помещают ячейку в шкаф для выдерживания при температуре 175 °C (350 °F) на 16 ч.

14.7.23 Извлекают ячейку, охлаждают и переливают буровой раствор в лабораторный стакан. Перемешивают в течение 5 мин. при скорости вращения мешалки от 7000 до 8000 об/мин.

14.7.24 Измеряют и записывают показания по шкале вискозиметра при скорости вращения 600, 300, 200, 100, 6 и 3 об/мин. Записывают pH.

14.7.25 Затем регулируют pH до 9,5 с помощью NaOH и повторно измеряют показания по шкале вискозиметра при скорости вращения 600, 300, 200, 100, 6 и 3 об/мин и объем фильтрата.

14.8 Вычисление эффективности понизителя вязкости

Вычисляют эффективность понизителя вязкости e, выраженную как процентное соотношение характеристик испытательной пробы относительно характеристик эталонной пробы лигносульфоната или другого понизителя вязкости, по следующей формуле:

$$e = 100\frac{p_s}{p_r}, \quad (25)$$

где p_s — характеристика испытательной пробы, например, предел текучести или предельное статическое напряжение сдвига, определяемые по ГОСТ 33213;

p_r — характеристика эталонного понизителя вязкости, например, предел текучести или предельное статическое напряжение сдвига, определяемые в соответствии с ГОСТ 33213.

15 Испытания базовых масел, используемых в буровых растворах

15.1 Общие положения

Настоящий раздел предоставляет краткое описание методов испытаний ГОСТ, признанных приемлемыми для испытаний базовых масел, используемых в буровых растворах и жидкостях для глушения скважины на нефтяной основе.

15.2 Реактивы и оборудование

Должны использоваться реактивы и оборудование, установленные в соответствующем нормативном документе. Данные реактивы и испытательное оборудование являются обязательными для правильного и безопасного выполнения испытаний, а также для получения результатов, отвечающих требованиям нормативного документа. Данные реактивы и испытательное оборудование приведены в настоящем стандарте только в общих чертах.

15.3 Определение плотности ареометром (см. *ГОСТ 3900*)

15.3.1 Принцип

Сущность метода заключается в погружении ареометра в испытуемый продукт, снятии показания по шкале ареометра при температуре определения и пересчете результатов на плотность при температуре 20 °С.

15.3.2 Краткое описание метода

Пробу доводят до заданной температуры и перемещают в цилиндр, имеющий аналогичную температуру. Соответствующий ареометр погружают в пробу. После установления температурного равновесия считывают показания ареометра и записывают температуру пробы. При необходимости цилиндр и его содержимое могут быть помещены в водяную баню с постоянной температурой для предотвращения колебаний температуры во время испытания.

15.4 Определение плотности и относительной плотности пикнометром (см. *ГОСТ 3900*)

15.4.1 Принцип

Метод основан на определении относительной плотности — отношения массы испытуемого продукта к массе воды, взятой в том же объеме и при той же температуре. Так как за единицу массы принимают массу 1 $см^3$ воды при температуре 4 °С, то плотность, выраженная в граммах на кубический сантиметр, будет численно равна плотности по отношению к воде при температуре 4 °С.

15.4.2 Краткое описание метода

Предварительно взвешивают пустой пикнометр и пикнометр с водой заданной температуры. Пробу доводят до заданной температуры и перемещают в пикнометр, имеющий аналогичную температуру. После этого считывают показания массы пикнометра с пробой и записывают температуру пробы. При необходимости пикнометр и его содержимое могут быть помещены в водяную баню с постоянной температурой для предотвращения колебаний температуры во время испытания.

Определение плотности проводят путем вычисления плотности пробы и ее отношения к плотности воды при той же температуре по разности масс.

15.5 Определение плотности и относительной плотности пикнометром с капилляром в пробке и меткой (см. *ГОСТ 3900*)

15.5.1 Принцип

Метод применяют для определения плотности нефти, жидких и твердых нефтепродуктов, а также гудронов, асфальтов, битумов, креозота и смеси этих продуктов с нефтепродуктами, кроме сжиженных и сухих газов, получаемых при переработке нефти и легколетучих жидкостей, давление насыщенных паров которых, определенное по *ГОСТ 1756*, превышает 50 кПа или начало кипения которых ниже 40 °С.

Плотность продуктов определяют при температуре 20 °С.

15.5.2 Краткое описание метода

Предварительно взвешивают пустой пикнометр и пикнометр с водой заданной температуры. Пробу доводят до заданной температуры и перемещают в пикнометр, имеющий аналогичную температуру. После этого считывают показания массы пикнометра с пробой и записывают температуру пробы. При необходимости пикнометр и его содержимое могут быть помещены в водяную баню с постоянной температурой для предотвращения колебаний температуры во время испытания.

Определение плотности проводят путем вычисления плотности пробы и ее отношения к плотности воды при той же температуре по разности масс.

15.6 Кинематическая вязкость прозрачных и непрозрачных масел. Метод калиброванной капиллярной трубки (см. ГОСТ 33)

15.6.1 Принцип

Данный метод распространяется на определение кинематической вязкости (мера сопротивления потоку под действием силы тяжести) жидких нефтепродуктов, прозрачных и непрозрачных, с помощью измерения времени, необходимого для протекания данного объема жидкости через калиброванный стеклянный капиллярный вискозиметр. Динамическая вязкость может быть получена путем умножения измеренной кинематической вязкости на плотность жидкости.

15.6.2 Краткое описание метода

Время в секундах измеряют для фиксированного объема пробы жидкости для протекания через капилляры калиброванного вискозиметра под действием воспроизводимого давления столба жидкости при регулируемой температуре. Кинематическая вязкость представляет собой произведение измеренного времени для вытекания и калибровочной константы вискозиметра. Испытательными температурами наиболее часто выбираются 40 и 70 °С для базовых масел, за исключением случаев, когда данные температуры могут вызвать опасность воспламенения или вспышки во время испытания.

15.7 Дистилляция (см. ГОСТ ISO 3405)

15.7.1 Принцип

Данный метод распространяется на дистилляцию моторных бензинов, авиационных керосинов, авиационных турбинных топлив, растворителей со специальными точками кипения, нафты, светлых растворителей, керосинов, газойля, дистиллятных топлив и аналогичных нефтепродуктов.

15.7.2 Краткое описание метода

Пробу объемом *100 см*^{3} дистиллируют при заданных условиях, которые являются соответствующими для характеристик пробы согласно ГОСТ ISO 3405, таблица 1. Проводят систематическое наблюдение за показаниями термометра и объемами конденсата и по этим данным вычисляют и записывают результаты испытаний.

Важные находимые значения температуры следующие:

a) начальная точка кипения, при которой конденсируется первая капля;

b) конечная точка кипения, при которой достигается максимальная температура;

c) температура конца разгонки, при которой в колбе испаряется последняя капля.

15.8 Определение анилиновой точки и ароматических углеводородов (см. *ГОСТ 12329*)

15.8.1 Принцип

Метод определения анилиновой точки нефтепродуктов и углеводородных растворителей с началом кипения выше комнатной температуры, анилиновая точка которых ниже температуры начала

кипения и выше температуры застывания смеси (анилин-проба), а также метод определения ароматических углеводородов.

Определение ароматических углеводородов методом анилиновых точек основано на определении температур взаимного растворения равных объемов анилина и растворителя до и после удаления из растворителя ароматических углеводородов.

15.8.2 Краткое описание методов

Заданные объемы анилина и пробы масла (или анилина) помещают в трубку и перемешивают механическим способом. Смесь нагревают при контролируемой скорости до тех пор, пока данные две фазы не станут смешивающимися. Затем смесь охлаждают при контролируемой скорости и температуре, при которой две фазы начинают отделяться и проявляется помутнение, записывают этот момент как анилиновую точку.

15.9 Температура помутнения, начала кристаллизации и кристаллизации (см. *ГОСТ 5066*)

15.9.1 Принцип

Испытания для определения температуры помутнения, начала кристаллизации и кристаллизации для любых углеводородных масел.

15.9.2 Краткое описание метода

Сущность метода состоит в охлаждении пробы топлива и определении температуры помутнения, появления первых кристаллов, исчезновения кристаллов углеводородов.

15.10 Температура вспышки в закрытом тигле Пенски-Мартенса (см. ГОСТ ISO 2719)

15.10.1 Принцип

Данный метод распространяется на определение температуры вспышки в закрытом тигле Пенски-Мартенса мазута, суспензий твердых частиц, жидкостей, которые формируют поверхностную пленку при испытательных условиях, и прочих жидкостей.

Данный метод не рекомендуют для испытаний эмульсий воды и нефти, таких как буровые растворы.

15.10.2 Краткое описание метода

Пробу масла нагревают в тигле при медленной постоянной скорости с непрерывным перемешиванием. Маленькое пламя направляют в тигель через определенные интервалы времени без прерывания перемешивания. Температурой вспышки является наименьшая температура, при которой применение испытательного пламени вызывает возгорание паров пробы.

16 Содержание ионов калия. Метод ион-селективного электрода

16.1 Принцип

16.1.1 Соединения калия, прежде всего хлорид и в меньшей степени гидроксид, используют в буровых растворах для стабилизации формаций глин и/или сланцев. Метод ион-селективного электрода (ISE) может обеспечивать точные количественные данные по пробам с диапазоном концентрации иона калия от нескольких миллиграммов на *1000 см*^{3} до насыщения.

16.1.2 Измерение концентрации иона калия методом ISE имеет сходство с измерением pH и может выполняться с аналогичной простотой. Обе процедуры основаны на измерении разности потенциалов между чувствительным электродом и электродом сравнения. В зависимости от используемых приборов импульс представляется в виде показания реального потенциала или в какой-либо форме прямого показания концентрации.

16.1.3 Для одновалентных ионов, таких как водород и калий, разность потенциалов между чувствительным электродом и электродом сравнения теоретически равняется 59 мВ для десятикратного изменения активности измеряемого иона. Реальная разность потенциалов несколько ниже, приблизительно (56 ± 2) мВ для электродной системы калия. Данное значение определяется как наклон на графике электродной системы.

16.1.4 Следует отметить, что реальным измеряемым свойством является активность, а не концентрация. Активность любых разновидностей ионов сильно зависит от общей ионной силы раствора. Метод может применяться до тех пор, пока общая ионная сила считается постоянной. Данная процедура обеспечивает постоянную фоновую общую ионную силу добавлением раствора хлорида натрия во все стандарты и пробы.

16.1.5 При условиях данного метода испытания ни один из материалов, обычно встречающихся в отфильтрованных пробах буровых растворов, не является помехой. Погрешность, являющуюся результатом загрязнения натрием, устраняют обеспечением высокого постоянного фонового уровня натрия с помощью хлорида натрия в качестве раствора ISA. Относительно высокое разбавление уменьшает прочие возможные помехи до незначительного уровня.

16.2 Реактивы и оборудование

16.2.1 Хлорид калия, стандартный раствор.

Раствор является легкодоступным от большинства организаций, занимающихся поставками лабораторных реактивов. Также раствор может быть приготовлен путем растворения 1,907 г KCl, ч.д.а., в деионизированной или дистиллированной воде и доведения объема до *1000 см*^{3}. Высушивают KCl в сушильном шкафу при температуре (105 ± 3) °C [(220 ± 5) °F)] в течение 2 ч и хранят во влагопоглотителе до приготовления стандартного раствора.

16.2.2 Хлорид натрия, раствор, *c*(NaCl = 5 моль/л).

Растворяют 292 г хлорида натрия, чистого для анализа, в деионизированной или дистиллированной воде и доводят объем до *1000 см*^{3}. Данный раствор используют в качестве ISA и для обеспечения высокой постоянной фоновой концентрации натрия.

16.2.3 Хлорид натрия, раствор *c*(NaCl) = 0,1 моль/л, насыщенный ионами серебра.

Растворяют *2 см*^{3} раствора хлорида натрия концентрацией 5 моль/л в *100 см*^{3} деионизированной или дистиллированной воды. Каплями добавляют раствор нитрата серебра до образования помутнения. Данный раствор используют в качестве внутреннего заполняющего раствора для электрода сравнения с одним соединением.

16.2.4 Иономер или pH-метр.

Любой коммерчески доступный прибор является подходящим, если прибор может предоставить показания по милливольтной шкале с ценой деления не более 0,1 мВ.

Аналоговое или цифровое показание является приемлемым. Предпочтительным для использования является прибор с цифровыми показаниями и средствами управления, которые обеспечивают прямое показание концентрации после соответствующей калибровки.

16.2.5 ISE калия, электрод из калия.

Электрод, состоящий из двух частей: многократно используемого корпуса и одноразового навинчиваемого модуля. Только модуль требует замены. Средний срок службы каждого модуля составляет шесть месяцев.

16.2.6 Электрод сравнения с одним соединением.

Примечание — Чувствительный электрод и электроды сравнения являются доступными с прочными эпоксидными корпусами.

16.2.7 Магнитная мешалка с покрытыми вертушками.

16.2.8 Мензурки вместимостью *150 см*^{3} из боросиликатного стекла или пластмассы.

16.2.9 Пипетки градуированные различных размеров для приготовления растворов проб и стандартов.

Использование микролитровых пипеток с одноразовыми пластмассовыми кончиками является удобным для растворения отфильтрованных проб буровых растворов, если количество доступного фильтрата ограничивается или требуется чрезвычайно высокое растворение.

16.2.10 Миллиметровая бумага с 3 или 4 полулогарифмическими циклами для построения калибровочных кривых.

16.2.11 Колбы градуированные различных размеров для приготовления калибровочных стандартов и растворения отфильтрованных проб.

16.3 Подготовка электродов

16.3.1 Извлекают чувствительный модуль из ампулы и закручивают его в корпус электрода, приняв меры, чтобы резиновая шайба находилась на месте.

16.3.2 Встряхивают электрод аналогично встряхиванию медицинского ртутного термометра.

16.3.3 Погружают электрод в деионизированную или дистиллированную воду на 10 мин., затем хранят в растворе калия, содержащем от 10 до *100 мг/дм*^{3} калия до использования.

16.3.4 С помощью капельницы или шприца заполняют электрод сравнения с одним соединением раствором хлорида натрия концентрацией 0,1 моль/л (насыщенного ионами серебра) (см. 16.2.3).

16.3.5 При подготовке к использованию других типов чувствительного электрода и электродов сравнения следуют инструкциям изготовителя.

16.4 Эксплуатационная проверка электродной системы

16.4.1 Два свойства электродной системы, имеющие наибольшее влияние на точность и воспроизводимость, представляют собой наклон и стабильность. Наклон определяется как изменение в наблюдаемом потенциале при увеличении концентрации в 10 раз. Стабильность показаний является индикатором количества шума (быстро непрерывно изменяющиеся показания) и отклонения (показания, медленно изменяющиеся в одном направлении).

16.4.2 При выполнении начальной калибровки со стандартными растворами согласно инструкциям по 16.5 или 16.6 записывают реальный измеренный потенциал для стандартных растворов концентрацией 10 и *100 мг/дм^3*. Для нового электрода из калия (или чувствительного модуля) разность между двумя показаниями должна быть в диапазоне от 54 до 59 мВ. Наклон обычно уменьшается со временем. Заменяют электрод (или модуль), когда наклон достигнет 48 мВ.

16.4.3 Если при выполнении начальной калибровки существует признак шума или отклонения, обращаются к разделу поиска и устранения неисправностей инструкции электродной системы. Существует множество возможных причин для данных эффектов в любой электродной системе, и причина обычно находится только в процессе устранения. Если лаборант не способен достигнуть стабильного уровня, который отвечает техническим требованиям изготовителя, заменяют чувствительный электрод (или модуль).

16.5 Измерения с помощью прибора с прямым показанием концентрации

16.5.1 Готовят стандартные растворы калия концентрацией 100 и *10 мг/дм^3* последовательным разбавлением стандартного раствора концентрацией *1 г/дм^3*.

16.5.2 Добавляют раствор ISA (5 моль/л хлорида натрия) в каждый стандартный раствор по *2 см^3* на *100 см^3* стандартного раствора.

16.5.3 Переливают стандартные растворы в мензурки вместимостью *150 см^3*. Помещают стандартные растворы концентрацией *10 мг/дм^3* в магнитную мешалку и перемешивают при умеренной скорости вращения. Погружают электроды.

16.5.4 Ждут устойчивых показаний (необходимо от 1 до 2 мин.), затем регулируют средства управления для отображения концентрации калия в стандартном растворе согласно процедуре, описанной в инструкции прибора.

16.5.5 Извлекают электроды, промывают дистиллированной водой, вытирают насухо и погружают в стандартный раствор концентрацией *100 мг/дм^3*. Перемешивают при умеренной скорости вращения.

16.5.6 Ждут устойчивых показаний, затем регулируют средства управления для отображения концентрации калия в стандартном растворе. Прибор и электродная система теперь откалиброваны.

16.5.7 Готовят отфильтрованную пробу бурового раствора, разбавленную в пропорции 1:1000.

16.5.8 Переливают *100 см^3* разбавленной пробы в мензурку вместимостью *150 см^3*, добавляют *2 см^3* ISA и перемешивают при умеренной скорости вращения.

16.5.9 Промывают электроды дистиллированной водой, вытирают насухо, погружают в пробу и ждут устойчивых показаний. Значение показания на дисплее прибора является концентрацией калия в разбавленной пробе. Данное значение, умноженное на коэффициент растворения (1000 в данном случае), дает концентрацию калия в первичной пробе.

Примечание — Значения концентрации выше или ниже концентраций стандартных растворов для калибровки являются верными, так как стандартные растворы концентрацией 10 и *100 мг/дм^3* являются серединой области линейного отклика электрода из калия.

16.6 Измерения с помощью приборов с цифровым или аналоговым показанием в милливольтах

16.6.1 Готовят стандартные растворы калия концентрацией 100, 10 и *1 мг/дм^3* последовательным разбавлением стандартного раствора концентрацией *100 мг/дм^3*.

16.6.2 Добавляют раствор ISA (5 моль/л хлорида натрия) в каждый стандартный раствор по *2 см^3* на *100 см^3* стандартного раствора.

16.6.3 Переливают стандартные растворы в мензурки вместимостью *150 см^3*. Помещают стандартный раствор концентрацией *1 мг/дм^3* в магнитную мешалку и перемешивают раствор при умеренной скорости вращения. Погружают электроды в стандартный раствор.

16.6.4 Регулируют средства управления прибора для отображения показаний в милливольтах; ждут устойчивых показаний и записывают показания.

16.6.5 Извлекают электроды, промывают дистиллированной водой, вытирают насухо и погружают в стандартный раствор концентрацией *10 мг/дм^3*. Записывают установившиеся показания.

16.6.6 Повторяют процедуру по 16.6.5 со стандартным раствором концентрацией *100 мг/дм^3*.

16.6.7 Отображают показания в милливольтах на прямой оси и концентрацию калия в миллиграммах на кубический дециметр на логарифмической оси стандартной полулогарифмической бумаги с 3 или 4 циклами.

16.6.8 Переливают *100 см^3* разбавленной пробы в мензурку вместимостью *150 см^3*, добавляют *2 см^3* раствора ISA и перемешивают при умеренной скорости вращения. Погружают электроды в раствор.

16.6.9 Записывают установившиеся показания и определяют концентрацию разбавленной пробы при помощи калибровочной кривой. Данное значение, умноженное на коэффициент разбавления, дает концентрацию калия в первичной пробе.

Для точных измерений все стандартные растворы и пробы следует брать при комнатной температуре. Некоторые магнитные мешалки вырабатывают тепло, и может потребоваться поместить слой изоляционного материала (пластмасса или картон) между мешалкой и мензуркой. Между измерениями электроды следует промывать и вытирать насухо тканью. После погружения в растворы пробы или стандартных растворов проверяют конец электрода на наличие воздушных пузырей и удаляют их в случае обнаружения. Всегда изучают и тщательно следуют инструкциям изготовителя относительно обращения и технического обслуживания инструментов и электродов.

17 Содержание ионов кальция. Метод ион-селективного электрода

17.1 Принцип

17.1.1 Кальций присутствует в жидкой фазе всех буровых растворов на водной основе. Уровень концентрации может изменяться от нескольких процентов по массе до нескольких миллиграмм на кубический дециметр. Кальций может быть преднамеренно добавлен в форме извести, гипса или хлорида кальция. Кальций может присутствовать как в составе водной основы для приготовления бурового раствора или воды для разбавления, так и в качестве примеси в различных материалах или поступать из разбуриваемых пластов. Независимо от уровня концентрации или происхождения кальция мониторинг содержания кальция на количественной основе является необходимым.

17.1.2 Метод ион-селективного электрода (ISE) является быстрым, простым и точным методом для определения кальция в отфильтрованных пробах при любой концентрации. В отличие от метода титрования EDTA при использовании данного метода не требуется обработка пробы для окрашенных или мутных проб. При условиях данного метода испытания ни один из материалов, обычно встречающихся в отфильтрованных пробах буровых растворов, не является помехой. Комбинация относительно высокого разбавления, регулирования ионной силы посредством добавления раствора KCl и регулирования pH до 5,0 гарантирует максимальный переход кальция в ионную форму и эффективно устраняет или уменьшает помехи.

17.1.3 Данный метод предназначен для анализа разбавленных проб и не подходит для анализа цельных проб буровых растворов.

17.2 Реактивы и оборудование

17.2.1 Карбонат кальция, стандартный раствор.

Взвешивают 2,4972 г химически чистого для анализа карбоната кальция на аналитических весах, добавляют *50 см^3* воды и растворяют, добавляя каплями концентрированную соляную кислоту (HCl) (требуется приблизительно *10 см^3*). Когда вещество полностью растворится, разбавляют водой до метки *1 дм^3*.

Примечание — Раствор также доступен от организаций, поставляющих лабораторные реактивы.

17.2.2 Хлорид калия, раствор, *c*(KCl) = 4 моль/л.

Растворяют 298 г KCl, химически чистого для анализа, в дистиллированной воде и разбавляют до метки *1000 см^3*. Данный раствор используют в качестве раствора ISA.

17.2.3 Буферный раствор, pH равен 5,0.

Растворяют 136 г тригидрата ацетата натрия ($NaC_2H_3O_2 \cdot 3H_2O$) в *500 см^3* дистиллированной воды. Добавляют *57,5 см^3* кристаллической уксусной кислоты ($HC_2H_3O_2$) и разбавляют до метки *1000 см^3*. Данный раствор используют для регулирования pH растворов стандартов и проб до pH от 4,8 до 5,2.

17.2.4 Хлорид калия, раствор, *c*(KCl) = 4 моль/л, насыщенный ионами серебра.

Переливают *50 см*^{3} KCl с концентрацией 4 моль/л (см. 17.2.2) в пластмассовую бутылку и добавляют каплями раствор нитрата серебра до образования помутнения. Данный раствор используют в качестве внутреннего заполняющего раствора для электрода сравнения.

Примечание — Раствор также доступен от организаций, поставляющих лабораторные реактивы.

17.2.5 pH-метр, предоставляющий показания по милливольтной шкале с ценой деления не более 0,1 мВ.

Существует множество доступных приборов. Аналоговое или цифровое показание является приемлемым. Предпочтительным для использования является прибор с цифровыми показаниями и средствами управления, которые обеспечивают прямое показание концентрации после соответствующей калибровки.

17.2.6 ISE кальция, электрод из кальция.

Электрод, состоящий из двух частей: многократно используемого корпуса и одноразового навинчиваемого модуля. Средний срок службы каждого модуля составляет шесть месяцев.

17.2.7 Электрод сравнения с одним соединением.

17.2.8 Магнитная мешалка с вертушками с покрытием из PTFE диаметром 10 мм (3/8 дюйма) и длиной 25 мм (1,0 дюйм).

17.2.9 Мензурка вместимостью *150 см*^{3} из боросиликатного стекла или инертной пластмассы.

17.2.10 Пипетки градуированные различных размеров, требующиеся для приготовления растворов стандартов и проб.

Использование микролитровых пипеток с одноразовыми пластмассовыми кончиками является удобным для количественного добавления объемов *1 см*^{3} и менее.

17.2.11 Колбы градуированные различных размеров для приготовления калибровочных стандартных растворов и растворов отфильтрованных проб.

17.2.12 Миллиметровая бумага с 3 или 4 полулогарифмическими циклами для построения калибровочных кривых.

17.3 Подготовка электродов

17.3.1 Извлекают чувствительный модуль из ампулы и закручивают его в корпус электрода, приняв меры, чтобы резиновая шайба находилась на месте.

17.3.2 Встряхивают электрод аналогично встряхиванию медицинского ртутного термометра.

17.3.3 Погружают электрод в деионизированную или дистиллированную воду на 15 мин., затем хранят в растворе кальция, содержащем от 10 до *100 мг/дм*^{3} кальция до использования.

17.3.4 С помощью капельницы или шприца заполняют электрод сравнения с одним соединением раствором хлорида калия концентрацией 4 моль/л (насыщенного ионами серебра).

17.3.5 При подготовке к использованию других типов чувствительного электрода и электродов сравнения следуют инструкциям изготовителя.

17.4 Эксплуатационная проверка электродной системы

17.4.1 Два свойства электродной системы, имеющие наибольшее влияние на точность и воспроизводимость, представляют собой наклон и стабильность. Наклон определяют как изменение в наблюдаемом потенциале при увеличении концентрации в 10 раз. Стабильность показаний является индикатором количества шума (быстро, непрерывно изменяющиеся показания) и отклонения (показания, медленно изменяющиеся в одном направлении).

17.4.2 При выполнении начальной калибровки со стандартными растворами согласно инструкциям по 17.5 или 17.6 записать реальный измеренный потенциал для стандартных растворов концентрациями 1 и *10 мг/дм*^{3}. Для нового электрода из кальция (или чувствительного модуля) разность между двумя показаниями должна быть в диапазоне от 25 до 29 мВ. Наклон обычно уменьшается со временем. Заменяют электрод (или модуль), когда наклон достигнет 23 мВ.

17.4.3 Если при выполнении начальной калибровки существует признак шума или отклонения, обращаются к разделу поиска и устранения неисправностей инструкции электродной системы. Существует множество возможных причин для данных эффектов в любой электродной системе, и причина обычно находится только в процессе устранения. Если лаборант не способен достигнуть стабильного уровня, который отвечает техническим требованиям изготовителя, заменяют чувствительный электрод (или модуль).

17.5 Измерения с помощью прибора с прямым показанием концентрации

17.5.1 Готовят стандартный раствор кальция концентрацией *10 мг/дм*^{3} последовательным разбавлением стандартного раствора концентрацией *1 г/дм*^{3} (см. 17.2.1).

17.5.2 Добавляют раствор ISA [5 моль/л хлорида калия (см. 17.2.2)] в каждый стандартный раствор по *2 см*^{3} раствора ISA на *100 см*^{3} стандартного раствора. Добавляют *1 см*^{3} буферного раствора в каждый стандартный раствор.

17.5.3 Переливают стандартные растворы в мензурки вместимостью 150 см^3. Помещают стандартный раствор концентрацией 1 мг/дм^3 в магнитную мешалку и перемешивают раствор при умеренной скорости вращения. Погружают электроды в раствор.

17.5.4 Ждут устойчивых показаний (необходимо от 1 до 2 мин.), затем регулируют средства управления для отображения концентрации кальция в стандартном растворе согласно процедуре, описанной в инструкции прибора.

17.5.5 Извлекают электроды, промывают дистиллированной водой, вытирают насухо и погружают в стандартный раствор концентрацией *10 мг/дм*^{3}. Перемешивают при умеренной скорости вращения.

17.5.6 Ждут устойчивых показаний, затем регулируют средства управления для отображения концентрации кальция в стандартном растворе. Прибор и электродная система теперь откалиброваны.

17.5.7 Готовят отфильтрованную пробу бурового раствора, разбавленную в пропорции 1:1000.

17.5.8 Переливают *100 см*^{3} разбавленной пробы в мензурку вместимостью *150 см*^{3}, добавляют *1 см*^{3} буферного раствора, *2 см*^{3} раствора ISA и перемешивают при умеренной скорости вращения.

17.5.9 Промывают электроды дистиллированной водой, вытирают насухо, погружают в пробу и ждут устойчивых показаний. Значение показания на дисплее прибора является концентрацией кальция в разбавленной пробе. Данное значение, умноженное на коэффициент растворения (1000 в данном случае), дает концентрацию кальция в первичной пробе.

Примечание — Значения концентрации выше или ниже концентраций стандартных растворов для калибровки являются верными, так как отклик электрода из кальция является линейным в диапазоне от 0,*2 мг/дм*^{2} до *1 г/дм*^{3} и более.

17.6 Измерения с помощью приборов с цифровым или аналоговым показанием в милливольтах

17.6.1 Готовят стандартные растворы кальция концентрацией 100, 10 и *1 мг/дм*^{3} последовательным разбавлением стандартного раствора кальция концентрацией *1 г/дм*^{3} (см. 17.2.1).

17.6.2 Добавляют раствор ISA [5 моль/л хлорида калия (см. 17.2.2)] в каждый стандартный раствор по *2 см*^{3} раствора ISA на *100 см*^{3} стандартного раствора. Добавляют *1 см*^{3} буферного раствора в каждый стандартный раствор.

17.6.3 Переливают стандартные растворы в мензурки вместимостью *150 см*^{3}. Помещают стандартный раствор концентрацией *1 мг/дм*^{3} в магнитную мешалку и перемешивают раствор при умеренной скорости вращения. Погружают электроды в стандартный раствор.

17.6.4 Регулируют средства управления прибора для отображения показаний в милливольтах; ждут устойчивых показаний и записывают показания.

17.6.5 Извлекают электроды, промывают дистиллированной водой, вытирают насухо и погружают в стандартный раствор концентрацией *10 мг/дм*^{3}. Записывают установившиеся показания.

17.6.6 Повторяют процедуру по 17.6.5 со стандартным раствором концентрацией *100 мг/дм*^{3}.

17.6.7 Отображают показания в милливольтах на прямой оси и концентрацию кальция в миллиграммах на литр на логарифмической оси стандартной полулогарифмической бумаги с 3 или 4 циклами.

17.6.8 Переливают *100 см*^{3} разбавленной пробы (в пропорции 1:100) в мензурку вместимостью *150 см*^{3}, добавляют *2 см*^{3} раствора ISA, *1 см*^{3} буферного раствора и перемешивают при умеренной скорости вращения. Погружают электроды в раствор.

17.6.9 Записывают установившиеся показания и определяют концентрацию разбавленной пробы при помощи калибровочной кривой. Данное значение, умноженное на коэффициент разбавления, дает концентрацию кальция в первичной пробе.

Для точных измерений все стандартные растворы и пробы следует брать при комнатной температуре. Некоторые магнитные мешалки вырабатывают тепло, и может потребоваться поместить слой изоляционного материала (пластмасса или картон) между мешалкой и мензуркой. Между измерениями электроды следует промывать и вытирать насухо тканью. После погружения в растворы пробы или стандартных растворов проверяют конец электрода на наличие воздушных пузырей и удаляют их в

случае обнаружения. Всегда изучают и тщательно следуют инструкциям изготовителя относительно обращения и технического обслуживания инструментов и электродов.

18 Содержание ионов натрия. Метод ион-селективного электрода

18.1 Принцип

18.1.1 Данная процедура предоставляет точный количественный метод для определения содержания натрия в буровых растворах на водной основе. В настоящее время не существует другого утвержденного полевого метода для выполнения данного анализа.

18.1.2 Натрий присутствует во всех буровых растворах на водной основе. Концентрации могут колебаться от менее 100 до 100 *г/дм*^{3} и более в насыщенных солевых системах. Данный метод применим ко всем концентрациям. При условиях данного метода испытания ни один из материалов, обычно встречающихся в буровых растворах, не является помехой. Комбинация разбавления и обработки раствором ISA эффективно устраняет помехи.

18.1.3 Вследствие конструкции со стеклянной мембраной электрод из натрия не является столь же крепким, как электроды с жидкими мембранами, такие как для анализа калия и кальция. Строгое соблюдение определенных методов, описанных в инструкции, необходимо для получения точных результатов.

18.1.4 Электрод следует хранить только в определенном растворе для хранения. Никогда не соприкасаться стеклянной мембраной электрода с пресной водой. Всегда промывать раствором для промывки, определенным в применимой инструкции к электроду. Никогда не вытирать электроды сухой тканью. Позволять раствору для промывки стечь, затем аккуратно встряхивать.

18.1.5 Проверяют калибровку во время использования через интервалы не менее 2 ч с помощью приготовленного стандартного раствора для каждой повторной калибровки.

18.1.6 Сокращают использование стеклянной посуды и оборудования. Если стеклянную посуду используют, следует убедиться в химической стойкости стеклянной посуды. По возможности хранят стандартные растворы и реактивы в пластмассовых емкостях.

18.1.7 Восстанавливают электрод, когда обнаруживают несоответствие показаний или значимые отклонения в показаниях. При восстановлении электрода следуют процедурам в применимой инструкции к электродам.

18.2 Реактивы и оборудование

18.2.1 Хлорид натрия, стандартные растворы: 1 *г/дм*^{3} натрия, 100 *мг/дм*^{3} натрия, 10 *мг/дм*^{3} натрия и 1 *мг/дм*^{3} натрия, приготовленные непосредственно перед использованием последовательным растворением стандартных растворов концентрациями 10 или 100 *мг/дм*^{3}.

Данные стандартные растворы приготавливают растворением хлорида натрия (NaCl) в дистиллированной воде.

18.2.2 Раствор ISA натрия, c = 4 моль/л хлорида аммония NH_4Cl, c = 4 моль/л гидроксида аммония NH_4OH.

18.2.3 Раствор для промывки электрода, добавляют 10 *см*^{3} раствора ISA и разбавляют до 1000 *см*^{3}.

18.2.4 Гидродифторид аммония (NH_4HF_2) для раствора для восстановления электрода из натрия, 0,1 моль/л.

18.2.5 Раствор для хранения электрода из натрия, c = 5 моль/л хлорида натрия NaCl, 0,08 моль/л хлорида аммония NH_4Cl и 0,08 моль/л гидроксида аммония NH_4OH.

18.2.6 Раствор для заполнения электрода сравнения, c = 2 моль/л хлорида аммония NH_4Cl, используемый для заполнения электрода сравнения.

Не используют растворы для заполнения из хлорида калия, поставляемые с электродом сравнения.

18.2.7 pH-метр, предоставляющий показания по милливольтной шкале с ценой деления не более 0,1 мВ, или комбинированный прибор для измерения pH/ISE с прямым показанием концентрации.

Рекомендуется использование комбинированного прибора.

18.2.8 Ион-селективный электрод натрия.

18.2.9 Электрод сравнения.

18.2.10 Магнитная мешалка с вертушками, покрытыми пластмассой.

18.2.11 Мензурки вместимостью 150 *см*^{3}, изготовленные из HDPE- или LDPE-пластмассы или химически стойкого стекла (пластмассовые мензурки являются предпочтительными).

18.2.12 Пипетки градуированные различных размеров, требующиеся для приготовления растворов стандартов и проб.

Использование микролитровых пипеток с одноразовыми пластмассовыми кончиками является удобным для количественного добавления объемов 1 $см^3$ и менее.

18.2.13 Колбы градуированные различных размеров.

18.2.14 Миллиметровая бумага с 3 или 4 полулогарифмическими циклами для построения калибровочных кривых при использовании прибора с показаниями в милливольтах.

18.3 Подготовка и эксплуатационная проверка электродной системы

18.3.1 Извлекают электрод из натрия из транспортной упаковки и тщательно промывают раствором для промывки электрода.

18.3.2 Погружают электрод на время не менее 2 ч, предпочтительно 16 ч, в раствор для хранения электрода из натрия.

18.3.3 Заполняют электрод сравнения раствором хлорида аммония концентрацией 2 моль/л.

18.3.4 Соединяют электроды с прибором и промывают раствором для промывки электрода.

18.3.5 Переливают 100 $см^3$ стандартного раствора натрия концентрацией 10 мг/$дм^3$ в мензурку вместимостью 150 $см^3$, перемешивают раствор на магнитной мешалке при умеренной скорости вращения при добавлении 10 $см^3$ раствора ISA и затем погружают электроды.

18.3.6 Настраивают прибор для отображения показаний в милливольтах. При установлении стабильного показания записывают электродный потенциал в милливольтах.

18.3.7 Извлекают электроды и промывают раствором для промывки электрода. Не вытирают электроды сухой тканью. Переливают 100 $см^3$ стандартного раствора натрия концентрацией 100 $мг/дм^3$ в мензурку вместимостью 150 $см^3$, добавляют вертушку и перемешивают при умеренной скорости вращения. Добавляют 10 $см^3$ раствора ISA в стандартный раствор натрия во время перемешивания.

18.3.8 Погружают электроды и записывают потенциал в милливольтах при установлении стабильного показания.

18.3.9 Разность между двумя показаниями является наклоном электрода. Данная разность должна быть в диапазоне от 54 до 59 мВ. Если разность менее 54 мВ, восстанавливают электрод из натрия согласно процедуре, указанной в применимой инструкции к электроду.

18.4 Измерения с помощью прибора с прямым показанием концентрации

18.4.1 Переливают 100 $см^3$ стандартных растворов натрия концентрацией 100 $мг/дм^3$ (см. 18.2.1) и 10 $мг/дм^3$ (см. 18.2.1) в мензурки вместимостью 150 $см^3$.

18.4.2 Добавляют 10 $см^3$ раствора ISA (см. 18.2.2) в каждый стандартный раствор.

18.4.3 Переливают стандартный раствор концентрацией 10 $мг/дм^3$ в магнитную мешалку и перемешивают при умеренной скорости вращения. Погружают электроды. Ждут устойчивых показаний (необходимо от 1 до 2 мин.), затем регулируют средства управления для отображения концентрации натрия.

18.4.4 Извлекают электроды, промывают, погружают в стандартный раствор концентрацией 100 $мг/дм^3$. Ждут устойчивых показаний, затем регулируют средства управления для отображения концентрации натрия.

18.4.5 Разбавляют каждую отфильтрованную пробу в пропорции 1:100 или 1:1000 деионизированной или дистиллированной водой, в зависимости от ожидаемой концентрации натрия. Измеряемая концентрация натрия в разбавленной пробе должна быть в диапазоне от 10 до 100 $мг/дм^3$.

18.4.6 Переливают 100 $см^3$ разбавленной пробы в мензурку вместимостью 150 $см^3$, добавляют 10 $см^3$ раствора ISA. Погружают электроды в раствор и ждут устойчивых показаний. Отображаемое значение является концентрацией натрия в разбавленной пробе. Данное значение, умноженное на коэффициент разбавления, дает концентрацию натрия в первичной пробе.

Если концентрация натрия в разбавленной пробе более 100 $мг/дм^3$, дополнительно разбавляют пробу для получения концентрации в диапазоне от 10 $мг/дм^3$ до 100 $мг/дм^3$. Если концентрация натрия в диапазоне от 1 до 10 $мг/дм^3$, то полученное значение является надежным, так как отклик электродов является линейным к концентрациям натрия менее 1 $мг/дм^3$.

18.5 Измерения с помощью приборов с показанием в милливольтах

18.5.1 Переливают 100 $см^3$ каждого стандартного раствора натрия концентрацией 100, 10 и 1 $мг/дм^3$ в отдельные мензурки вместимостью 150 $см^3$.

18.5.2 Добавляют 10 *см*^{3} раствора ISA в каждый стандартный раствор.

18.5.3 Помещают стандартный раствор концентрацией 1 *мг/дм*^{3} в магнитную мешалку и перемешивают при умеренной скорости вращения. Погружают электроды и записывают установившиеся показания в милливольтах.

18.5.4 Повторяют процедуру по 18.5.3 для стандартного раствора концентрацией 10 *мг/дм*^{3}, затем для стандартного раствора концентрацией 100 *мг/дм*^{3}. Тщательно промывают электроды перед погружением в стандартные растворы.

18.5.5 Отображают показания в милливольтах на прямой оси и концентрацию натрия в миллиграммах на литр на логарифмической оси стандартной полулогарифмической бумаги с 3 или 4 циклами.

18.5.6 Переливают 100 *см*^{3} пробы, разбавленной в пропорции 1:100 или 1:1000, в отдельную мензурку вместимостью 150 *см*^{3} и добавляют 10 *см*^{3} раствора ISA.

18.5.7 Перемешивают при умеренной скорости вращения, погружают электроды и записывают установившиеся показания. Определяют концентрацию натрия в разбавленной пробе при помощи калибровочной кривой, построенной по 18.5.5. Данное значение, умноженное на коэффициент разбавления, дает концентрацию натрия в первичной пробе.

18.5.8 Если вычисленная концентрация натрия в разбавленной пробе не попадает в диапазон от 1 до 100 *мг/дм*^{3}, готовят другую пробу, разбавив до концентрации в пределах данного диапазона.

19 Плотность твердых частиц. Стереопикнометрический метод

19.1 Принцип

19.1.1 Данный метод позволяет определить истинный объем сухих порошков и гранулированных твердых частиц. При использовании точно взвешенной пробы твердых частиц можно вычислить ее плотность (масса на единицу объема, обычно выраженная в граммах на миллилитр).

19.1.2 В данном методе применен закон Архимеда о вытеснении жидкости для измерения объема. Вместо жидкости в данном случае выступает газ, предпочтительно гелий высокой степени чистоты. Метод используют для определения плотности утяжеляющих материалов, таких как барит, а также для определения плотности выбуренных твердых частиц и товарных глин.

19.2 Оборудование

19.2.1 Сушильный шкаф с регулируемой температурой (105 ± 3) °С [(220 ± 5)°F].

19.2.2 Влагопоглотитель.

19.2.3 Весы с точностью взвешивания ± 0,05 г.

19.2.4 Баллон с гелием.

19.2.5 Стереопикнометр, калиброванный и управляемый согласно инструкциям изготовителя.

19.3 Процедура. Стереопикнометрический метод

19.3.1 Стереопикнометрический метод может использоваться в качестве альтернативного метода для определения удельной массы барита и гематита. В случае разногласий необходимо руководствоваться результатами испытаний по методу с колбой Ле-Шателье (*см. ГОСТ 4682*).

19.3.2 Включают инструмент и ждут в течение времени 10—15 мин. для нагрева и стабилизации датчика давления.

19.3.3 Извлекают ячейку для пробы путем вращения пластмассовой крышки на держателе ячейки для пробы по часовой стрелке и вставляя подковообразный байонетный соединитель в пазы около вершины ячейки для подъема ячейки для пробы.

19.3.4 В тарированную ячейку для пробы добавляют(150 ± 0,05) г твердых частиц, высушенных в сушильном шкафу в течение 2 ч при температуре (105 ± 3) °С [(220 ± 5) °F] и охлажденных до комнатной температуры во влагопоглотителе. Записывают массу пробы, как m_s в граммах.

19.3.5 Вставляют ячейку для пробы в отсек. Снова помещают крышку держателя ячейки для пробы и вращают по часовой стрелке до установления контакта «металл — металл» с держателем ячейки.

19.3.6 Продувают систему и пробу гелием, закрыв вентиль с рычажным приводом «ПОТОК» и открыв вентиль с рычажным приводом «ПРОДУВКА ЯЧЕЙКИ». Поворачивают распределитель в положение «V_AIN».

19.3.7 Открывают полностью «КОНТРОЛЬ ПРОДУВКИ ЯЧЕЙКИ» в направлении против часовой стрелки.

19.3.8 Закрывают полностью игольчатый вентиль «КОНТРОЛЬ ПОТОКА» в направлении по часовой стрелке. Открывают вентиль с рычажным приводом «ПОТОК». Игольчатый вентиль «КОНТРОЛЬ ПОТОКА» следует отрегулировать для подачи с низкой скоростью пузырьков газа через воду в мензурке. Извлекают трубку из воды.

19.3.9 После 20 мин. потока закрывают вентиль с рычажным приводом «ПОТОК» и игольчатый вентиль «КОНТРОЛЬ ПОТОКА». При открытых «ПРОДУВКА ЯЧЕЙКИ» и «КОНТРОЛЬ ПРОДУВКИ ЯЧЕЙКИ» обнуляют цифровой дисплей. Ждут устойчивого нулевого показания.

19.3.10 Устанавливают распределитель в положение «V_AOUT» и медленно закрывают вентиль «ПРОДУВКА ЯЧЕЙКИ»; иначе показания на цифровом дисплее могут отклониться от ноля.

19.3.11 Открывают вентиль с рычажным приводом «ПОТОК» и повышают давление до уровня немного менее 134,4 кПа (19,5 фунта/кв. дюйм). Используют игольчатый вентиль «КОНТРОЛЬ ПОТОКА» для управления скорости подачи давления. Останавливают поток вентилем с рычажным приводом «ПОТОК».

Не превышают давление 137,9 кПа (20,0 фунтов/кв. дюйм). Если давление превышается, на цифровом дисплее высветится «20». Необходимо повторить измерение.

19.3.12 Записывают установившиеся показания дисплея.

19.3.13 Устанавливают распределитель в положение «V_AIN».

19.3.14 Записывают установившиеся показания дисплея.

19.3.15 Медленно стравливают давление для предотвращения выдувания порошка из ячейки, открыв «ПРОДУВКА ЯЧЕЙКИ» при резком открытии «КОНТРОЛЬ ПРОДУВКИ ЯЧЕЙКИ».

19.4 Расчет. Стереопикнометрический метод

19.4.1 Вычисляют объем твердых частиц V_s, используя формулу, предоставляемую с инструментом. V_s является вычисленным объемом твердых частиц, выраженным в кубических сантиметрах.

19.4.2 Вычисляют плотность твердых частиц ρ, *г/см*^{3}, по следующей формуле:

$$\rho = \frac{m_s}{V_s}, \quad (26)$$

где m_s — масса пробы, г.

20 Плотность твердых частиц. Метод воздушного пикнометра сравнения

20.1 Принцип

20.1.1 Плотность утяжеляющих материалов для бурового раствора определяется по методу с колбой Ле-Шателье, при необходимости устанавливают соответствие техническим требованиям ГОСТ 4682.

20.1.2 Воздушный пикнометр сравнения может быть использован в качестве дополнительного метода для определения плотности.

20.1.3 Воздушный пикнометр сравнивает плотность относительно плотности воздуха, выраженную в граммах на кубический сантиметр.

20.1.4 В случае разногласий необходимо руководствоваться результатами испытаний по методу с колбой Ле-Шателье.

20.2 Оборудование

20.2.1 Сушильный шкаф с регулируемой температурой (105 ± 3) °С [(220 ± 5) °F].

20.2.2 Влагопоглотитель.

20.2.3 Весы с точностью взвешивания ± 0,01 г.

20.2.4 Пикнометр воздушного сравнения, калиброванный и управляемый в соответствии с инструкциями производителя.

20.3 Процедура. Метод воздушного пикнометра сравнения

20.3.1 Открывают соединяющий клапан и извлекают чашку для пробы. Вращают эталонное и измерительное колесики против часовой стрелки до упора.

20.3.2 Поворачивают измерительное колесико по часовой стрелке до установки начального числа инструмента на счетчике.

20.3.3 В чашку для пробы добавляют (80 ± 0,05) г барита, высушенного в сушильном шкафу в течение 2 ч при температуре (105 ± 3) °С [(220 ± 5) °F] и охлажденного до комнатной температуры во влагопоглотителе. Записывают массу пробы как m_s, выраженную в граммах.

20.3.4 Вставляют чашку в отсек. Фиксируют чашку для пробы в надлежащем месте, надавив на ручку.

20.3.5 Ждут 15 с. Закрывают соединяющий клапан.

20.3.6 Поворачивают оба колесика одновременно или поочередно до упора эталонного колесика. Держат указатель на шкале во время данной процедуры.

20.3.7 Ждут 10 с. Переключают указатель на «0» с помощью измерительного колесика.

20.3.8 Открывают соединяющий клапан. Записывают показания счетчика для получения объема пробы V_s. Вводят поправку при необходимости.

20.4 Расчет. Метод воздушного пикнометра сравнения

Вычисляют плотность ρ, *г/см*^{3}, по следующей формуле:

$$\rho = \frac{m_s}{V_s}, \tag{27}$$

где m_s — масса пробы, г;

V_s — объем пробы, *см*^{3}.

21 Выдерживание буровых растворов на водной основе

21.1 Принцип

Выдерживание буровых растворов представляет собой процесс настаивания пробы бурового раствора, содержащей все необходимые компоненты и подвергнутой периодическому усилию сдвига для полного отображения реологических свойств и свойств фильтрации в течение дополнительного времени для гидратации и т. д. ее компонентов. Период времени, необходимый для более точного отображения свойств, изменяется от нескольких часов (чаще 16 ч) до нескольких суток. Выдерживание может быть выполнено при окружающих или при повышенных температурах в зависимости от исследуемой системы.

Настоятельно рекомендуется тщательно изучить настоящий раздел перед выдерживанием проб буровых растворов при повышенной температуре.

Целями настоящего раздела являются:

a) проинформировать лаборантов, незнакомых с составами буровых растворов, испытательным оборудованием и методами испытаний, о используемых лабораторных процедурах для перемешивания и выдерживания систем буровых растворов;

b) напомнить лаборантам, знакомым с составами и испытаниями буровых растворов, основные руководящие принципы и технику безопасности.

Пользователям настоящего раздела следует ознакомиться как с типами испытаний, методами испытаний и измеряемыми свойствами, указанными в ГОСТ 33213, так и с методами, указанными в настоящем стандарте.

Настоящий раздел не распространяется на методику выдерживания, подходящую для буровых растворов на нефтяной основе или солевых растворов, используемых в качестве жидкостей для глушения и ремонта скважин.

21.2 Общие методы приготовления, обращения и испытаний по всем диапазонам температуры

21.2.1 Буровые растворы на водной основе и компоненты

Составы большинства буровых растворов содержат основную жидкость и материалы для буровых растворов, которые растворены или механически диспергированы в жидкости для образования гомогенной жидкости. Получающаяся жидкость может содержать один или более из следующего: диспергируемые в воде («растворимые») полимеры или смолы, глины или другие нерастворимые, но диспергируемые малые твердые частицы и растворимые соли. Жидкости перемешивают в течение

достаточного времени для получения гомогенной смеси и затем оставляют для выдерживания. Выдерживание выполняют при условиях, изменяющихся от статических до динамических, при температурах от окружающей до повышенной.

21.2.2 Устройства для смешивания и/или перемешивания

21.2.2.1 Составы большинства буровых растворов обычно смешивают с помощью различных перемешивающих устройств, которые могут иметь постоянную или переменную скорость. Двигатель вращает вал мешалки с круглыми «пропеллерами», острыми лопастями с волновой или прочей формой. Применяют мешалки с одним валом или с множеством валов. Мешалки с форсунками также используют для приготовления некоторых составов.

21.2.2.2 Данные мешалки значительно различаются в значении передаваемого усилия сдвига. Это означает, что для мешалки с низким усилием сдвига для получения полного растворения/гидратации компонентов жидкости может потребоваться большее время перемешивания. С помощью мешалок с высоким усилием сдвига можно получить полностью однородные и гидратированные смеси буровых растворов в течение нескольких минут. Выдерживание проб буровых растворов снижает различия в свойствах, которые могут быть результатом перемешивания.

21.2.3 Отличительные диапазоны буровых растворов или основных жидкостей, подчеркивающие значения pH

21.2.3.1 pH составов буровых растворов, содержащих бентонитовые глины, обычно не менее 8,5, если в основные жидкости не добавляются кислотные материалы. За исключением некоторых систем буровых растворов с повышенной вязкостью за счет добавления определенных растворимых в воде полимеров, pH таких составов повышается более 8,5 с помощью щелочных реактивов, таких как гидроксид натрия или калия (едкий натр или едкое кали) или гидроксид кальция (известь).

Примечание — Настоятельно рекомендуется использовать средства защиты во время приготовления, обращения или испытания буровых растворов и химических веществ.

21.2.3.2 Щелочность жидкости понижается за счет реакции гидроксидной группы с алюмосиликатами (глинами) постепенно при окружающей температуре и быстро при повышенной температуре. Некоторые добавки для буровых растворов требуют поддержания уровня щелочности в пределах узкого повышенного диапазона для функционирования на оптимальных уровнях. Уровни pH поднимаются после выдерживания, если после данной процедуры обнаруживается понижение pH.

21.2.4 Хранение проб бурового раствора, методы испытаний и утилизации

21.2.4.1 Буровые растворы или основные жидкости (жидкие растворы бентонита) хранят до тех пор, пока не израсходуют или пока свойства не будут приемлемыми. Некоторые лаборатории не хранят неиспользованные пробы буровых растворов при окружающих температурах более заданного произвольного времени, например, 1 неделя или 1 мес. Длительное хранение лучше всего выполнять в холодильном оборудовании с максимальным временем хранения до 1 года при температуре 4 °C (40 °F).

21.2.4.2 В пробы буровых растворов, содержащие некоторые органические материалы или продукты полимеризации, подвергающиеся брожению (то есть крахмалы, биополимеры и т. д.), следует добавлять консервант или пробы следует утилизировать после истечения времени, предшествующего ожидаемому началу биологического разложения.

21.2.4.3 Утилизируют неиспользованные пробы подходящим методом, безопасным для окружающей среды, на основе известных компонентов. Например, глины, большинство полимеров, полученных из целлюлозы и крахмалов, и лигнитов не представляют угрозы живым организмам и могут быть утилизированы в места вывоза мусора.

21.2.4.4 Утилизация буровых растворов, содержащих ядовитые материалы, должна отвечать требованиям утилизации химических отходов. Рекомендуемое испытательное оборудование и методы испытаний буровых растворов на водной основе приведены в настоящем стандарте и ГОСТ 33213.

21.3 Приготовление и выдерживание при окружающей температуре проб буровых растворов

21.3.1 Приготовление пробы

Буровые растворы могут смешиваться при окружающих температурах в различных открытых емкостях, изготовленных из металла, пластмассы или стекла. Несовместимость между нормальным буровым раствором на водной основе и материалами, из которых изготовлены данные емкости, несущественна или мала при окружающих температурных условиях.

21.3.2 Оборудование

21.3.2.1 Стеклянные емкости из:

a) трещиностойкого стекла, такие как банки для домашнего консервирования или эквивалентные банки или бутылки;

b) термостойкого стекла или эквивалентного материала.

21.3.2.2 Крышки или пробки для стеклянных сосудов, обычно пластмассовые или металлические, покрываемые пластмассой, резиной, эмалью или другим «относительно инертным» материалом.

Пластмассовые емкости и пробки могут изготовляться из полиэтилена, полипропилена или других, соответственно, инертных, механически прочных и надежных материалов. Большое разнообразие металлических емкостей может использоваться при окружающих температурах. Используемые металлические емкости изготовляют в основном из нержавеющей или мягкой углеродистой стали различных классов. Могут использоваться более инертные металлические составы, но они считаются затратными для испытания при окружающей температуре.

Металлические емкости/ячейки, изготовленные из алюминиевой бронзы, не рекомендуются для любых составов буровых растворов. Наблюдались химические реакции между бронзовыми ячейками для выдерживания и многочисленными буровыми растворами или материалами для буровых растворов.

21.3.2.3 Мешалка в соответствии с 21.2.2.

21.3.2.4 Весы с точностью взвешивания ± 0,01 г.

21.3.3 Процедура для выдерживания при окружающих температурах

21.3.3.1 После первоначальных этапов перемешивания/смешивания для приготовления основы бурового раствора или цельной пробы большинство процедур выдерживания при окружающих температурах проводится статическим методом.

21.3.3.2 Приготовленные пробы оставляют на 16 ч или в течение нескольких суток для получения устойчивых или желаемых свойств.

21.3.3.3 Вращение или переворачивание приготовленных проб может использоваться для предотвращения осаждения твердых компонентов или сегрегации слоев жидкости. Вращение или переворачивание приготовленных проб редко выполняют при окружающих температурах.

21.3.3.4 Буровые растворы выдерживают при окружающих температурах в закрытых металлических, пластмассовых или стеклянных емкостях для предотвращения потери влаги.

21.3.3.5 Свойства жидкости могут изменяться до тех пор, пока компоненты полностью не гидратируются. Некоторые компоненты реагируют далее в водной суспензии вследствие вторичных реакций между различными компонентами или вследствие бактериального воздействия на чувствительные материалы. Могут добавляться биоциды для продления срока годности данных чувствительных составов.

21.3.3.6 Составы буровых растворов, хранящиеся в течение длительных периодов времени, обычно хранятся охлажденными до 4 °C (40 °F). Буровые растворы, хранящиеся при окружающих температурах, часто утилизируются после нескольких дней и редко хранятся более 1 мес. Составы проверяют для гарантирования, что свойства остаются в пределах приемлемых диапазонов.

21.4 Выдерживание буровых растворов при умеренных температурах [до 65 °C (150 °F)]

21.4.1 Приготовление пробы

Пробы буровых растворов, выдерживаемых при повышенных температурах, смешивают при окружающих температурах в соответствии с 21.2.2 и 21.3.1. Дополнительные материалы могут быть добавлены в жидкие растворы, которые уже выдержаны при окружающих или повышенных температурах.

21.4.2 Оборудование

21.4.2.1 Емкости стеклянные, пластмассовые или металлические.

Большинство приемлемых емкостей, используемых для выдерживания при окружающих температурах (см. 21.3.1), являются приемлемыми для статического или динамического выдерживания при температурах до 65 °C (150 °F) включительно.

21.4.2.2 Крышки для запечатывания емкостей.

21.4.2.3 Сушильный шкаф с регулируемой температурой до 65 °C (150 °F) или другой подходящей температурой.

21.4.2.4 Мешалка в соответствии с 21.2.2.

21.4.3 Процедура для выдерживания при умеренных температурах

21.4.3.1 Выдерживание при повышенной температуре обычно выполняют по одной из следующих причин:

a) ускорение равновесия уровня гидратации глин и/или полимеров в системе жидкости;

b) подвергание жидкости тепловым условиям, аналогичным полевым условиям.

21.4.3.2 Для подвергания повышенной температуре пробы буровых растворов помещаются в один из большинства коммерчески доступных или изготовленных на заказ сушильных шкафов. Данные сушильные шкафы варьируются от настольных, переносных моделей, способных вместить только несколько малых проб, до больших напольных приборов, имеющих очень большие емкости. Данные сушильные шкафы также варьируются от статических приборов до приборов, оборудованных роликами или системами шкивов для вращения или переворачивания зафиксированной ячейки.

21.4.3.3 Предварительные исследования указывают, что методы нагревания и охлаждения проб буровых растворов (то есть с предварительным нагревом сушильного шкафа по отношению к шкафам без предварительного нагрева, охлаждением проб в открытых или закрытых сушильных шкафах или в воде), однородность температуры внутри шкафа (вследствие степени соответствующей конвекции воздуха) и точное время нагрева влияют на измеренные значения. Для повышения воспроизводимости данных между испытаниями используют аналогичные методы нагревания и охлаждения и время нагрева для всех проб во время сравнительных испытаний.

21.4.3.4 Во время выдерживания при температурах до 65 °С (150 °F) некоторые стеклянные и пластмассовые сосуды, содержащие буровые растворы, особенно с повышенной соленостью (например, морская вода с соленостью приблизительно 19 г хлоридов на литр), развивают умеренные давления в воздухе над буровым раствором. После нагревания в течение от 15 до 30 мин. данные сосуды извлекают из сушильного шкафа и пробки осторожно ослабляют для стравливания излишнего давления. Затем пробки плотно навинчивают, и емкости снова помещают в сушильный шкаф для нагревания до заданной температуры. Иногда рекомендуется вторая проверка на повышение давления.

21.4.4 Поддержание свойств жидкости при умеренных температурах

Как указано в 21.2.3.2, уровни щелочности понижаются со временем при добавлении глины (или других добавок для буровых растворов, которые имеют слабокислую среду). Реакция между глинами и гидроксильными ионами ускоряется при повышении температуры. Поэтому для буровых растворов, подвергающихся повышенной температуре, необходима тщательная проверка щелочности, а также более частая регулировка pH по сравнению с выдерживанием при более низких температурах. Обработка и покрытие проб азотом уменьшают кислородное разложение проб, обработанных полимерами. Использование азота приводит к лучшей воспроизводимости испытаний полимерных буровых растворов.

21.4.5 Хранение и испытание проб, выдержанных при умеренной температуре

Пробы, выдержанные при повышенной температуре в течение периодов времени от нескольких часов до нескольких суток, при необходимости дальнейшего хранения обычно хранятся при окружающих или пониженных температурах в зависимости от срока хранения.

В дополнение к приборам для измерения реологических свойств и фильтрации, упомянутым в настоящем стандарте, стандарте [7] и ГОСТ 33213, приборы для измерения динамической фильтрации при окружающих и повышенных температурах и реометры для повышенных температур являются коммерчески доступными для использования.

21.5 Выдерживание буровых растворов при значительно повышенных температурах [свыше 65 °С (150 °F)]

21.5.1 Приготовление пробы

Пробы буровых растворов, выдерживаемых при значительно повышенных температурах, также смешивают при окружающих температурах в соответствии с 21.2.2 и 21.3.1. Дополнительное количество добавленных ранее компонентов или новых материалов для повышения стабильности при повышенных температурах могут быть добавлены в жидкие растворы, которые уже выдержаны при окружающих или повышенных температурах.

21.5.2 Оборудование

21.5.2.1 Сушильный шкаф с регулируемой температурой до (175 ± 3) °С [(350 ± 5) °F] или более.

21.5.2.2 Ячейки для выдерживания, изготовленные из металлов, подходящих для хранения буровых растворах при повышенных температурах.

Ячейки из алюминиевой бронзы не рекомендуются для выдерживания буровых растворов при любой температуре.

21.5.3 Характеристики металлических ячеек для выдерживания

21.5.3.1 Так как температуры для выдерживания выбирают около предполагаемых или ожидаемых температур на забое скважины, выбранные ячейки для выдерживания должны быть сконструированы так, чтобы отвечать требованиям давления и температуры для процедуры выдерживания.

21.5.3.2 Помимо способности отвечать требованиям температуры и давления определенных условий выдерживания, существует множество различных пунктов, необходимых для выбора подходящего металла ячейки. Выбор зависит одновременно от окончательной температуры, которой будет подвергаться проба и ячейка, и от солености пробы.

21.5.3.3 Большинство процедур для выдерживания проб при температурах от 65 до 205 °С (от 150 до 400 °F) проводятся в ячейках, изготовленных из нержавеющей стали различных классов. Иногда используют ячейки из высокоуглеродистой стали, если моделируют полевые условия, при которых используется труба из мягкой стали. Такие ячейки из нержавеющей или мягкой стали при правильном использовании никогда не приводили к аварийному сбою процедуры, то есть они никогда не взрывались. Причиной выхода из строя таких ячеек являются признаки утечки.

21.5.3.4 Для длительного подвергания повышенной солености при высоких температурах [например, 20 *г/дм*^{3} хлоридов при 205 °С (400 °F)] могут потребоваться ячейки, изготовленные из металлов высшего класса.

21.5.3.5 Ключевое соображение в использовании металлических ячеек для выдерживания при повышенных температурах состоит в принятии мер для гарантирования, что ячейки не переполняются. Когда закрытые жидкости расширяются при повышении температуры, несоответствующее верхнее газовое (воздушное) пространство может привести к поршневому эффекту, поскольку жидкость гидравлически нагружает крышку ячейки. Оставление промежутков от 40 до 50 мм (от 1 и 9/16 до 1 и 15/16 дюйма) между поверхностью жидкости и крышкой ячейки или незаполнение ячейки более объема от 85 до 90 % являются соответствующими мерами предосторожности для безопасности процедуры для выдерживания при температурах от 65 до 205 °С (от 150 до 400 °F).

21.5.4 Дополнительные соображения безопасности для металлических ячеек для выдерживания

21.5.4.1 Необходимо подчеркнуть, что металлические ячейки для выдерживания должны использоваться только для выдерживания буровых растворов, содержащих обычные типы или классы добавок для буровых растворов. Исследуемый материал, совместимость которого при высокой температуре с химическими веществами/минералами в буровом растворе вызывает сомнение, не должен выдерживаться при повышенных температурах в металлических ячейках. Такую совместимость следует проверять на оборудовании, таком как автоклав, разработанный для работы под высоким давлением.

21.5.4.2 Единственные известные аварийные сбои (взрывы) ячеек для выдерживания из нержавеющей стали происходили в результате неуместного использования ячеек в качестве автоклавов химической реакции (взамен выдерживания бурового раствора) или в результате переполнения ячеек.

21.5.4.3 Зарегистрированные типы сбоев металлических ячеек для выдерживания вследствие несоответствующего осмотра и технического обслуживания или длительного использования для выдерживания буровых растворов являются простыми утечками из ячеек. Буровой раствор вытекал в шкафы для выдерживания, но не вызвал опасности для лабораторного персонала.

21.5.4.4 Предохранительные элементы могут быть помещены в крышки ячеек, если существует вероятность сбоя ячейки. Так как использование предохранительных элементов понижает характеристики давления металлической ячейки для выдерживания, следует проводить испытания при температурах, которые дают меньшие давления.

21.5.5 Техническое обслуживание металлических ячеек для выдерживания

21.5.5.1 Корпусы ячеек и крышки ячеек должны иметь надписи порядкового номера и содержимого. В дальнейшем предполагается использование отдельных наборов металлических ячеек для испытаний пресноводных буровых растворов, солевых буровых растворов и буровых растворов на нефтяной основе. Ячейки для выдерживания пресноводных буровых растворов будут иметь самый долгий срок службы.

21.5.5.2 Ячейки для выдерживания из нержавеющей стали подвержены коррозионному растрескиванию под напряжением или точечной коррозии в средах с длительным пребыванием при температурах более 60 °С (140 °F) и жидкостями со значительными концентрациями хлорида (более нескольких тысяч миллиграммов на литр). Такая коррозия допустима, но существует много способов для уменьшения растрескивания, существующих в технологии выдерживания буровых растворов. Технологии имеют тенденцию к снижению жесткости изучаемых эффектов.

21.5.5.3 Один метод выдерживания буровых растворов, уменьшающий коррозию, представляет собой промывку и визуальный осмотр металлических ячеек для выдерживания после каждого использования на наличие дефектов. Таким способом можно обнаружить начало точечной коррозии и корро-

зионного растрескивания. Затронутые коррозией ячейки из нержавеющей стали подвергаются пескоструйной обработке для удаления пятен коррозии. Затем ячейки могут повторно применяться.

21.5.5.4 Если очевидная коррозия на металлической ячейке для выдерживания не обнаруживается, полученный опыт доказывает, что периодическая пескоструйная обработка ячеек исключает развивающиеся дефекты на стенках, сохраняет поверхность пассивной и значительно увеличивает срок службы ячейки.

21.5.5.5 Другие обстоятельства, уменьшающие коррозию, включают следующее:

a) ячейки используются периодически, очищаются и не используются в непрерывных процессах выдерживания;

b) ячейки, используемые в испытаниях буровых растворов, изготовляются из металлического цельного бруса и не свариваются. Отсутствие точек напряжения, которые присутствуют в сварных или литых корпусах ячеек, уменьшает вероятность или серьезность коррозии, которая может возникнуть при определенных агрессивных условиях;

c) составы буровых растворов имеют высокий pH и, как правило, низкое содержание кислорода.

21.5.6 Процедура для выдерживания при повышенных температурах

21.5.6.1 Если ячейка из подходящего металла и буровой раствор выбраны для данного температурного режима, то пробы могут быть статически или динамически выдержаны в подходящем сушильном шкафу в соответствии с 21.4.3.

21.5.6.2 Динамическое выдерживание следует выполнять в сушильных шкафах с кручением или вращением, с регулируемой температурой в диапазоне от 65 до 205 °C (от 150 до 400 °F). Рекомендуемое минимальное время выдерживания для таких условий — 16 ч. В зависимости от температурной стабильности оцениваемого продукта время и температура могут потребовать регулировки.

21.5.6.3 Для статического выдерживания может использоваться соответствующий статический сушильный шкаф или динамический сушильный шкаф с выключенными механизмами кручения/вращения. Статическое выдерживание при повышенных температурах моделирует условия бурового раствора, который остается неподвижным в стволе скважины во время регулярных работ на буровой.

21.5.6.4 Для скважин с температурами более 150 °C (302 °F) обычный 16 ч интервал времени для выдерживания является подходящим моделированием интервала времени, в течение которого буровой раствор остается неподвижным в скважине во время спуско-подъемных операций для замены бурового долота. Для более продолжительных работ, таких как спуско-подъемные работы электрического каротажа скважины, время выдерживания от 48 до 72 ч является подходящим.

21.5.6.5 При выборе испытательной температуры следует отметить, что жидкости, оставленной в стволе скважины, может потребоваться большой период времени для уравновешивания с фактической забойной температурой, так как циркулирующий буровой раствор охлаждает ствол скважины. Поэтому испытательная температура ниже забойной температуры может быть более реалистическим моделированием условий в стволе скважины в течение спуско-подъемных операций для замены бурового долота.

Примечание — Важным испытанием для оценки долгосрочного застывания буровых растворов, выдержанных при высоких температурах, является определение предела прочности при сдвиге, приведенное в ГОСТ 33213.

21.6 Инертность и химическая совместимость высокотемпературных ячеек для выдерживания

21.6.1 Химическая совместимость материалов с металлическими ячейками для выдерживания

21.6.1.1 Как указано в 21.5.4, не следует подвергать материалы с неизвестной или подозрительной химической активностью высокотемпературному выдерживанию в ячейках, содержащих буровые растворы.

21.6.1.2 Не следует добавлять материалы, которые производят или являются катализаторами экзотермических реакций, в составы буровых растворов, выдерживаемых при высокой температуре.

21.6.1.3 Следует исключить материалы, которые известны или, возможно, являются сильными окислительно-восстановительными реактивами, из составов буровых растворов, выдерживаемых при высокой температуре.

21.6.2 Инертность металлических ячеек для выдерживания к химическим веществам

21.6.2.1 Металлические ячейки для выдерживания из сплава на основе никеля обеспечивают самую большую степень инертности к потенциально коррозийным условиям.

21.6.2.2 Железо может выщелачиваться из различных нержавеющих сталей буровыми растворами с высокой концентрацией хлорида при высоких температурах. Данное удаление железа вызывает точечную коррозию и растрескивание после подвергания ячеек из нержавеющей стали жестким условиям температуры/хлорида.

21.6.2.3 Различные материалы могут использоваться в качестве более «инертных» облицовочных материалов в пределах стандартных ячеек из нержавеющей стали. Такие материалы перечислены в 21.6.3.

21.6.3 Использование облицовочных материалов в металлических ячейках для выдерживания

21.6.3.1 Некоторые исследователи обнаружили, что результаты испытаний буровых растворов с высокой концентрацией хлорида, содержащих растворимые в воде полимеры, могут быть невоспроизводимыми, когда используются сосуды из нержавеющей стали. Железо выщелачивается из корпуса ячейки и вызывает данные различия.

21.6.3.2 Для использования более экономичных ячеек из нержавеющей стали при агрессивных условиях выдерживания жидкости может использоваться облицовочный материал ячейки. Материалы, получившие широкое применение в качестве облицовки, включают PTFE, стекло и керамику.

21.6.3.3 Считается, что облицовка из PTFE может применяться до температур 205 °C (400 °F) и предлагает наивысшую степень инертности к большому разнообразию составов буровых растворов.

21.6.3.4 Стеклянная облицовка может подвергаться воздействию высоких уровней pH, используемых во многих составах буровых растворов. Стеклянная облицовка также чувствительна к воздействию определенных высоких солевых условий при повышенных температурах.

21.6.4 Соображения относительно плакирования металлов для увеличения стойкости к загрязнению ячеек для выдерживания

21.6.4.1 Плакирование ячеек из нержавеющей стали инертными или благородными металлами, такими как золото, предложено для того, чтобы избежать более затратного изготовления новых ячеек из высококлассных металлических сплавов.

21.6.4.2 Привлекательное соображение в 21.6.4.1 имеет один серьезный недостаток: если плакированная ячейка поцарапана, оголенная сталь испытывает сильную локальную коррозию со скоростью выше скорости коррозии неплакированной стали. Поэтому царапина плакированной ячейки приводит к вероятности более ранних утечек и отказов ячеек.

21.6.4.3 Так как пробы буровых растворов, выдерживаемые при повышенных температурах, часто становятся очень вязкими или даже твердыми, иногда необходимо очистить материал затвердевшей пробы от ячейки. Даже при большой осторожности существует риск нанесения царапин при удалении затвердевшего бурового раствора. Поэтому плакированные золотом ячейки не рекомендуются для выдерживания буровых растворов при повышенных температурах.

21.6.5 Разница между характеристиками материалов для буровых растворов в инертной среде и реальной рабочей среде

21.6.5.1 Следует быть осторожным при интерпретации результатов выдерживания в лабораторных условиях с использованием ячеек, изготовленных из инертных металлов или плакированных инертными материалами. Буровые растворы в полевых условиях взаимодействуют с буровой колонной, обычно изготовленной из мягкой углеродистой стали.

21.6.5.2 Площадь взаимодействия бурового раствора со стальной поверхностью в стальных ячейках для выдерживания меньше, чем в буровой колонне, но больше, чем в пределах инертных ячеек для выдерживания.

21.6.5.3 Поэтому полевые результаты могут противоречить результатам, полученным по испытаниям выдерживания, проводимым при более идеальных, инертных условиях в лабораторной среде.

21.7 Поставки и услуги по выдерживанию проб буровых растворов

21.7.1 Поставщики оборудования

21.7.1.1 Стеклянные и пластмассовые банки и бутылки являются общедоступными от организаций, занимающихся поставками лабораторного оборудования, поставщиков емкостей и большинства розничных и оптовых магазинов или складов.

21.7.1.2 Металлические ячейки для выдерживания, сушильные шкафы, подходящие для выдерживания буровых растворов при повышенных температурах и/или оборудование для испытания буровых растворов и вспомогательное оборудование могут быть получены из признанных организаций, занимающихся поставками полевого испытательного оборудования.

21.7.2 Консультанты по металлургии

Для лучшей консультации относительно приобретения надлежащих металлических ячеек для выдерживания, требуемых для жестких условий (повышенные концентрации хлоридов при высоких температурах), следует обратиться к признанным консультантам по металлургии или организациям, специализирующихся на консультации по металлургии.

21.7.3 Консультанты по сосудам под давлением

Для консультации относительно конструкции сосуда под давлением для ситуации, не соответствующей коммерчески доступным конструкциям, или специальных металлических ячеек для выдерживания следует обратиться в организации или к лицу с опытом в проектировании сосудов под давлением.

22 Выдерживание буровых растворов на нефтяной основе

22.1 Принцип

Настоящий раздел подготовлен для ознакомления лиц, незнакомых с составом и испытаниями буровых растворов, с методами и оборудованием, используемыми в лабораториях для смешивания и выдерживания систем буровых растворов на нефтяной основе. Настоящий раздел также предоставляет основные руководящие принципы и технику безопасности при выполнении процедуры выдерживания. Настоятельно рекомендуется тщательно изучить настоящий раздел перед выдерживанием проб буровых растворов при повышенных температурах.

Выдерживание буровых растворов представляет собой процесс настаивания пробы бурового раствора, подвергнутой периодическому усилию сдвига, для полного отображения реологических свойств и свойств фильтрации. Период времени, необходимый для более точного отображения свойств, изменяется от 16 ч до нескольких суток. Выдерживание может быть выполнено при окружающих или при повышенных температурах.

Пользователям настоящего раздела следует ознакомиться как с типами испытаний, методами испытаний и измеряемыми свойствами, указанными в ГОСТ 33213, так и с методами, указанными в настоящем стандарте.

Настоящий раздел не распространяется на методику выдерживания, подходящую для буровых растворов на водной основе или солевых растворов, используемых в качестве жидкостей для глушения и ремонта скважин.

22.2 Оборудование

22.2.1 Перемешивающее устройство, используемое для смешивания составов буровых растворов

Перемешивающие устройства могут иметь постоянную или переменную скорость. Двигатель вращает вал мешалки с круглыми «пропеллерами», рифлеными рабочими колесами, острыми лопастями с волновой или прочей формой. Применяются мешалки с одним валом или с множеством валов. Мешалки с форсунками также используются для приготовления некоторых составов.

Перемешивающие устройства могут значительно различаться в значении передаваемого усилия сдвига. Выдерживание проб буровых растворов снижает различия в свойствах, которые могут быть результатом приготовления с помощью различных перемешивающих устройств.

22.2.2 Стеклянные банки и бутылки, используемые для приготовления партии объемом 4 дм^3

Стеклянные емкости из трещиностойкого стекла, такие как банки для домашнего консервирования или эквивалентные типы банок/бутылок, оснащенные металлическими навинчиваемыми крышками. Коммерчески доступные круглые банки с прямой стенкой и круглые банки с широким горлышком являются подходящими. Последний тип обычно используется в крутящихся сушильных шкафах с температурами до 65 °C (150 °F). Все типы могут надежно закрепляться в переворачивающих сушильных шкафах, работающих при температуре менее 65 °C (150 °F).

Термостойкие емкости, изготовленные из пирекса или эквивалентных материалов, также применимы для температур до 65 °C (150 °F).

Крышки/пробки для стеклянных сосудов изготавливаются из пластмассы или металла. Инертные прокладки или облицовка (например, из PTFE) рекомендуются для большего срока службы, независимо от состава крышки/пробки.

22.2.3 Пластмассовые банки и емкости

Приемлемые пластмассовые материалы для емкостей и крышек включают полиэтилен, полипропилен или другие, соответственно, инертные, механически прочные и надежные материалы. Данные

материалы могут быть несовместимыми с некоторыми буровыми растворами на нефтяной основе. Большинство буровых растворов на нефтяной основе может смешиваться и храниться в полиэтиленовых толстостенных коммерческих ведрах.

Тонкостенные пластмассовые емкости, такие как бутылки для молока, безалкогольных напитков или соков, не рекомендуются.

22.2.4 Металлические емкости

Большое разнообразие металлических емкостей может использоваться при окружающих температурах. Используемые металлические емкости изготовляют в основном из нержавеющей или мягкой углеродистой стали различных классов. Могут использоваться более инертные металлические составы, но они считаются затратными для испытания при окружающей температуре.

Ячейки, изготовленные из алюминиевой бронзы, не рекомендуются для любых составов буровых растворов. Наблюдались электрохимические реакции между бронзовыми ячейками для выдерживания и многочисленными буровыми растворами или материалами для буровых растворов.

Корпусы ячеек для выдерживания и крышки ячеек должны иметь надписи порядкового номера и содержимого.

Ячейки для выдерживания из нержавеющей стали подвержены коррозионному растрескиванию под напряжением или точечной коррозии в средах с длительным пребыванием при температурах более 60 °С (140 °F) и жидкостями со значительными концентрациями хлорида (более нескольких тысяч миллиграммов на литр). Такая коррозия не является проблемой при испытании буровых растворов на нефтяной основе, в которой эмульсия «вода в нефти» поддерживается в течение всей процедуры выдерживания. Такие проблемы допустимы, но существует много способов для уменьшения коррозии, существующих в технологии выдерживания буровых растворов, таких как следующие:

a) Один метод выдерживания буровых растворов, уменьшающий коррозию, представляет собой промывку и визуальный осмотр металлических ячеек для выдерживания после каждого использования на наличие дефектов. Таким способом можно обнаружить начало точечной коррозии и коррозионного растрескивания. Затронутые коррозией ячейки из нержавеющей стали подвергаются пескоструйной обработке для удаления пятен коррозии. Таким образом, ячейки могут повторно и многократно применяться в течение 25 лет.

b) Если очевидная коррозия на металлической ячейке для выдерживания не обнаруживается, полученный опыт доказывает, что периодическая пескоструйная обработка ячеек исключает развивающиеся дефекты на стенках, сохраняет поверхность пассивной и значительно увеличивает срок службы ячейки.

c) Металлические ячейки для выдерживания, используемые в испытаниях буровых растворов, изготовляют из металлического цельного бруса и не сваривают. Отсутствие точек сварных напряжений уменьшает вероятность коррозии, которая может возникнуть при определенных агрессивных условиях.

d) Большинство буровых растворов на нефтяной основе имеют высокий pH в растворенной водной фазе и низкое содержание кислорода вследствие нефтяной фазы; данные факторы снижают коррозию.

22.2.5 Обшивка для металлических ячеек

Когда существует проблема реакции при повышенных температурах между конкретным типом металла ячейки для выдерживания и содержащимся в ячейке буровым раствором, может применяться облицовка из материала, более инертного к данной жидкости.

Подходящие материалы для обшивки включают стекло, керамику и PTFE или эквивалент. Обшивка каждого типа является коммерчески доступной.

22.2.6 Сушильные шкафы

Сушильные шкафы могут быть статичными или динамичными [оборудованными роликами или системами шкивов для вращения или переворачивания зафиксированной ячейки]. Статические сушильные шкафы варьируются от настольных, переносных моделей, способных вместить только несколько малых проб, до больших напольных моделей с множеством полок, которые способны вместить десятки проб.

Ожидается, что сушильные шкафы имеют параметры для работы при температурах от 65 до 260 °С (от 150 до 500 °F).

Соответствующая конвекция воздуха в пределах сушильных шкафов обеспечивает однородное температурное распределение, являющееся необходимым для правильности выдерживания.

Примечание — Сушильные шкафы, используемые для буровых растворов на нефтяной основе, не должны иметь оголенные нагревательные элементы, которые могут вызвать воспламенение горючих материалов в случае утечки пробы.

22.3 Общие методы приготовления, обращения и испытаний по всем диапазонам температуры

22.3.1 Буровые растворы на нефтяной основе и их компоненты

22.3.1.1 Буровые растворы на нефтяной основе содержат одну или более основных жидкостей и материалы для бурового раствора, растворенные или механически диспергированные в жидкости, для образования однородной жидкости. Получающаяся жидкость может содержать диспергируемые в нефти, растворимые полимеры или смолы, а также органофильные глины или другие нерастворимые, но диспергируемые мелкие твердые частицы.

22.3.1.2 Буровые растворы на нефтяной основе могут быть чисто нефтяными, то есть без водной фазы, или «инвертной» эмульсией на нефтяной основе, в которой нефть является дисперсионной средой, а эмульгированная водная фаза является дисперсной фазой. Водная фаза содержит хлорид натрия (NaCl) или хлорид кальция ($CaCl_2$).

22.3.1.3 Жидкости смешивают для получения однородной смеси компонентов и затем выдерживают. Выдерживание выполняют при условиях, изменяющихся от статических до динамических, при температурах от окружающей до повышенной.

22.3.2 Устройства для смешивания/перемешивания

Перемешивающие устройства значительно различаются в значении передаваемого усилия сдвига. Для мешалки с низким усилием сдвига для получения полного растворения/гидратации компонентов жидкости может потребоваться большее время перемешивания. С помощью мешалок с высоким усилием сдвига можно получить полностью однородные и гидратированные смеси буровых растворов в течение нескольких минут.

Выдерживание проб буровых растворов снижает различия в свойствах, которые могут быть результатом приготовления с помощью различных перемешивающих устройств.

22.3.3 Отличительные диапазоны буровых растворов на нефтяной основе или основных жидкостей для буровых растворов

22.3.3.1 Базовые масла значительно различаются по вязкостным свойствам. Данные вязкостные свойства также различаются при различных температурах для различных основных жидкостей. Поэтому свойства бурового раствора значительно различаются.

22.3.3.2 На свойства бурового раствора также может повлиять присутствие различных эмульгаторов (или их нехватка для чисто нефтяных буровых растворов), и/или органофильной глины, и/или растворимых в нефти вязких полимеров, используемых для обеспечения способности удерживания во взвешенном состоянии.

22.3.3.3 Некоторые эмульгаторы или смачиватели требуют присутствия извести для образования кальциевого мыла. Известь также добавляется для регулирования кислотных газов, таких как сероводород или углекислый газ, с которым можно столкнуться во время бурения, или для защиты от теплового пробоя некоторых материалов для бурового раствора.

22.3.4 Хранение и утилизация

22.3.4.1 Пробы буровых растворов на нефтяной основе не подвергаются ухудшению со временем. Однако считается хорошей практикой ограничение испытания проб, которые хранились более 1 мес., если образец не хранился при температуре 4 °C (40 °F).

22.3.4.2 Утилизировать неиспользованные пробы следует подходящим методом, безопасным для окружающей среды, на основе известных компонентов.

22.4 Выдерживание буровых растворов при окружающих температурах

22.4.1 Емкости для приготовления и хранения

Буровые растворы могут смешиваться при окружающей температуре в различных открытых емкостях, изготовленных из металла, пластмассы или стекла, в соответствии с 22.2.2, 22.2.3 и 22.2.4. Несовместимость может существовать между буровыми растворами на нефтяной основе и некоторыми пластмассовыми материалами. Проблемы с металлическими или стеклянными емкостями маловероятны.

22.4.2 Процедура для выдерживания при окружающих температурах

22.4.2.1 После первоначальных этапов перемешивания/смешивания для приготовления основы бурового раствора или цельной пробы большинство процедур выдерживания при окружающих температурах проводится статическим методом.

22.4.2.2 Приготовленные пробы оставляют на 16 ч или в течение нескольких суток для получения устойчивых или желаемых свойств.

22.4.2.3 Вращение или переворачивание приготовленных проб может использоваться для предотвращения осаждения твердых компонентов или сегрегации слоев жидкости. Вращение или переворачивание приготовленных проб редко выполняется при окружающих температурах.

22.4.2.4 Буровые растворы на нефтяной основе выдерживают при окружающих температурах в закрытых металлических или стеклянных емкостях для предотвращения потери паров органических веществ. Ожидается, что свойства жидкости могут лишь мало отклониться от результатов, полученных согласно данному пункту.

22.4.3 Хранение

22.4.3.1 Буровые растворы, хранящиеся в течение длительных периодов времени, обычно хранятся охлажденными до 4 °C (40 °F).

22.4.3.2 Буровые растворы, хранящиеся при окружающих температурах, часто утилизируются после нескольких дней и редко хранятся более 1 мес.

22.4.3.3 Пробы буровых растворов проверяют для гарантирования, что свойства остаются в пределах приемлемых диапазонов.

22.5 Выдерживание буровых растворов при умеренных температурах [до 65 °C (150 °F)]

22.5.1 Приготовление пробы

22.5.1.1 Пробы буровых растворов на нефтяной основе, выдерживаемых при повышенных температурах, смешивают при окружающих температурах в соответствии с 22.3.2 и 22.4.

22.5.1.2 Дополнительные материалы могут быть добавлены в жидкие растворы, которые уже выдержаны при окружающих или повышенных температурах.

22.5.1.3 Большинство приемлемых стеклянных и металлических емкостей, используемых для выдерживания при окружающей температуре (см. 22.3.2 и 22.4), являются приемлемыми для статического или динамического выдерживания при температурах до 65 °C (150 °F).

22.5.2 Процедура для выдерживания при умеренных температурах

22.5.2.1 Выдерживание при повышенной температуре обычно выполняется по одной из следующих причин:

a) ускорение достижения химического равновесия в системе жидкости;

b) подвергание жидкости тепловым условиям, аналогичным полевым условиям.

22.5.2.2 Для воздействия повышенной температурой пробы буровых растворов помещают в один из большинства коммерчески доступных или изготовленных на заказ сушильных шкафов в соответствии с 22.2.6.

22.5.2.3 Методы нагревания и охлаждения проб буровых растворов (то есть с предварительным нагревом сушильного шкафа по отношению к шкафам без предварительного нагрева, охлаждение проб в открытых или закрытых сушильных шкафах или в воде), однородность температуры внутри шкафа (вследствие степени соответствующей конвекции воздуха) и точное время нагрева влияют на измеренные значения.

22.5.2.4 Для повышения воспроизводимости данных между испытаниями используют аналогичные методы нагревания и охлаждения и время нагрева для всех проб во время сравнительных испытаний.

22.5.3 Поддержание свойств жидкости при умеренных температурах

Обработка и покрытие проб азотом уменьшает кислородное разложение проб, обработанных полимерами. Использование азота приводит к лучшей воспроизводимости испытаний полимерных буровых растворов.

22.5.4 Хранение и испытание проб, выдержанных при умеренной температуре

Пробы, выдержанные при повышенной температуре в течение периодов времени от нескольких часов до нескольких суток, при необходимости дальнейшего хранения обычно хранятся при окружающих или пониженных температурах в зависимости от срока хранения.

В дополнение к приборам для измерения реологических свойств и фильтрации, упомянутым в настоящем стандарте, стандарте [7] и ГОСТ 33213, приборы для измерения динамической фильтрации при окружающих и повышенных температурах и реометры для повышенных температур являются коммерчески доступными для использования.

22.6 Выдерживание буровых растворов при значительно повышенных температурах [свыше 65 °C (150 °F)]

22.6.1 Приготовление пробы

22.6.1.1 Пробы буровых растворов, выдерживаемых при значительно повышенных температурах, смешивают при окружающих температурах в соответствии с 22.3.2 и 24.4.

22.6.1.2 Дополнительное количество добавленных ранее компонентов или новых материалов для повышения стабильности при повышенных температурах может быть добавлено в жидкие растворы, которые уже выдержаны при окружающих или повышенных температурах.

22.6.1.3 Только ячейки для выдерживания, изготовленные из подходящих материалов, должны использоваться при температурах свыше 65 °С (150 °F) согласно 22.6.2.

22.6.2 Выбор металлических ячеек для выдерживания

22.6.2.1 Температуры для выдерживания выбираются около ожидаемых температур на забое скважины и для применений, в которых используются определенные системы или материалы для буровых растворов. Ячейки для выдерживания должны быть сконструированы так, чтобы отвечать требованиям давления и температуры для процедуры выдерживания. В дополнение выбор соответствующего металла зависит одновременно от окончательной температуры, которой будет подвергаться проба и ячейка, и от концентрации хлоридов в водной фазе пробы бурового раствора на нефтяной основе.

22.6.2.2 Большинство процедур для выдерживания проб бурового раствора на нефтяной основе при температурах от 65 до 205 °С (от 150 до 400 °F) проводятся в ячейках, изготовленных из нержавеющей стали различных классов. Иногда используются ячейки из высокоуглеродистой стали, если моделируются полевые условия, при которых используется труба из мягкой стали. Такие ячейки из нержавеющей или мягкой стали при правильном использовании никогда не приводили к аварийному сбою процедуры, то есть они никогда не взрывались. Причиной выхода из строя таких ячеек являются признаки утечки.

22.6.2.3 Для длительного подвергания повышенной солености при высоких температурах могут потребоваться ячейки, изготовленные из металлов высшего класса.

22.6.2.4 Ключевое соображение в использовании металлических ячеек для выдерживания при повышенных температурах состоит в принятии мер для гарантирования, что ячейки не переполняются. Когда закрытые жидкости расширяются при повышении температуры, несоответствующее верхнее газовое (воздушное) пространство может привести к поршневому эффекту, поскольку жидкость гидравлически нагружает крышку ячейки. Оставление промежутков от 40 до 50 мм (от 1 и 9/16 дюйма до 1 и 15/16 дюйма) между поверхностью жидкости и крышкой ячейки или незаполнение ячейки более объема от 85 до 90 %, является соответствующей мерой предосторожности для безопасности процедуры для выдерживания при температурах от 65 до 205 °С (от 150 до 400 °F).

22.6.3 Процедура для выдерживания при повышенных температурах

22.6.3.1 Если ячейка из подходящего металла и буровой раствор выбраны для данного температурного режима, то пробы могут быть статически или динамически выдержаны в подходящем сушильном шкафу в соответствии с 22.5.2.

22.6.3.2 Динамическое выдерживание следует выполнять в сушильных шкафах с кручением или вращением с регулируемой температурой в диапазоне от 65 до 205 °С (от 150 до 400 °F). Рекомендуемое минимальное время выдерживания для таких условий — 16 ч. В зависимости от температурной стабильности оцениваемого продукта время и температура могут потребовать регулировки.

22.6.3.3 Для статического выдерживания может использоваться соответствующий статический сушильный шкаф или динамический сушильный шкаф с выключенными механизмами кручения/вращения. Статическое выдерживание при повышенных температурах моделирует условия бурового раствора, который остается неподвижным в стволе скважины во время регулярных работ на буровой.

22.6.3.4 Для скважин с температурами более 150 °С (302 °F) обычный 16 ч интервал времени для выдерживания является подходящим моделированием интервала времени, в течение которого буровой раствор остается неподвижным в скважине во время спуско-подъемных операций для замены бурового долота. Для более продолжительных работ, таких как спуско-подъемные работы электрического каротажа скважины, время выдерживания от 48 до 72 ч является подходящим.

22.6.3.5 При выборе испытательной температуры следует отметить, что жидкости, оставленной в стволе скважины, может потребоваться большой период времени для уравновешивания с фактической забойной температурой, так как циркулирующий буровой раствор охлаждает ствол скважины. Поэтому испытательная температура ниже забойной температуры может быть более реалистическим моделированием условий в стволе скважины в течение спуско-подъемных операций для замены бурового долота.

Примечание — Важным испытанием для оценки долгосрочного застывания буровых растворов, выдержанных при высоких температурах, является определение предела прочности при сдвиге, приведенное в ГОСТ 33213, приложение В. Данное испытание является особенно полезным при использовании буровых растворов на нефтяной основе в качестве пакерных жидкостей.

22.6.4 Соображения безопасности для металлических ячеек для выдерживания

22.6.4.1 Металлические ячейки для выдерживания должны использоваться только для выдерживания буровых растворов, содержащих обычные типы или классы добавок для буровых растворов.

22.6.4.2 Исследуемый материал, совместимость которого при высокой температуре с химическими веществами/минералами в буровом растворе вызывает сомнение, не должен выдерживаться при повышенных температурах в металлических ячейках. Такую совместимость следует проверять на оборудовании, таком как автоклав, разработанный для работы под высоким давлением.

22.6.4.3 Единственные известные аварийные сбои (взрывы) ячеек для выдерживания из нержавеющей стали происходили в результате неуместного использования ячеек в качестве автоклавов химической реакции (взамен выдерживания бурового раствора) или в результате переполнения ячеек.

22.6.4.4 Типы сбоев металлических ячеек для выдерживания вследствие несоответствующего осмотра и технического обслуживания являются простыми утечками из ячеек.

22.6.4.5 Предохранительные элементы могут быть помещены в крышки ячеек, если существует вероятность сбоя ячейки. Так как использование предохранительных элементов понижает характеристики давления металлической ячейки для выдерживания, проводят испытания при температурах, которые дают меньшие давления.

Примечание — Сушильные шкафы, используемые для буровых растворов на нефтяной основе, не должны иметь оголенные нагревательные элементы, которые могут вызвать воспламенение горючих материалов в случае утечки пробы. Это особенно важно для ячеек с предохранительными элементами.

22.7 Инертность и химическая совместимость высокотемпературных ячеек для выдерживания

22.7.1 Химическая совместимость материалов с металлическими ячейками для выдерживания

Не следует добавлять материалы, которые производят или являются катализаторами экзотермических реакций, в составы буровых растворов, выдерживаемых при высокой температуре.

22.7.2 Инертность металлических ячеек для выдерживания к химическим веществам

22.7.2.1 Металлические ячейки для выдерживания из сплава на основе никеля обеспечивают самую большую степень инертности к потенциально коррозийным условиям.

22.7.2.2 Железо может выщелачиваться из различных нержавеющих сталей буровыми растворами с высокой концентрацией хлорида при высоких температурах. Данное удаление железа вызывает точечную коррозию и растрескивание после подвергания ячеек из нержавеющей стали жестким условиям температуры/хлорида.

22.7.2.3 Различные материалы могут использоваться в качестве более «инертных» облицовочных материалов в пределах стандартных ячеек из нержавеющей стали. Такие материалы перечислены в 22.7.3.

22.7.3 Соображения относительно плакирования металлов для увеличения стойкости к загрязнению ячеек для выдерживания

22.7.3.1 Плакированные золотом ячейки не рекомендуются для выдерживания буровых растворов при повышенных температурах. Плакирование ячеек из нержавеющей стали инертными или благородными металлами, такими как золото, предложено для того, чтобы избежать более затратного изготовления новых ячеек из высококлассных металлических сплавов. Данное соображение имеет один серьезный недостаток: если плакированная ячейка поцарапана, оголенная сталь испытывает сильную локальную коррозию со скоростью выше скорости коррозии неплакированной стали. Поэтому царапина плакированной ячейки приводит к вероятности более ранних утечек и отказов ячеек.

22.7.3.2 Так как пробы буровых растворов, выдерживаемые при повышенных температурах, часто становятся очень вязкими или даже твердыми, иногда необходимо очистить материал затвердевшей пробы от ячейки. Даже при большой осторожности существует риск нанесения царапин при удалении затвердевшего бурового раствора.

22.7.4 Разница между характеристиками материалов для буровых растворов в инертной среде и реальной рабочей среде

22.7.4.1 Следует быть осторожным при интерпретации результатов выдерживания в лабораторных условиях с использованием ячеек, изготовленных из инертных металлов, или плакированы инертными материалами. Буровые растворы в полевых условиях взаимодействуют с буровой колонной, обычно изготовленной из мягкой углеродистой стали.

22.7.4.2 Полевые результаты могут отличаться от результатов, полученных при более идеальных условиях. Площадь взаимодействия бурового раствора со стальной поверхностью в стальных ячейках

для выдерживания меньше, чем в буровой колонне, но больше, чем в пределах инертных ячеек для выдерживания.

22.8 Поставки и услуги по выдерживанию проб буровых растворов

22.8.1 Поставщики оборудования

22.8.1.1 Стеклянные и пластмассовые банки и бутылки можно получить от организаций, занимающихся поставками лабораторного оборудования, поставщиков емкостей и большинства розничных и оптовых магазинов или складов.

22.8.1.2 Металлические ячейки для выдерживания, сушильные шкафы, подходящие для выдерживания буровых растворов при повышенных температурах, и/или оборудование для испытания буровых растворов и вспомогательное оборудование могут быть получены из признанных организаций, занимающихся поставками полевого испытательного оборудования.

22.8.2 Консультанты по металлургии

Для лучшей консультации относительно приобретения надлежащих металлических ячеек для выдерживания, требуемых для жестких условий (повышенные концентрации хлоридов при высоких температурах), следует обратиться к признанным консультантам по металлургии или организациям, специализирующимся на консультации по металлургии.

22.8.3 Консультанты по сосудам под давлением

Для консультации относительно конструкции сосуда под давлением для ситуации, не соответствующей коммерчески доступным конструкциям, или специальных металлических ячеек для выдерживания следует обратиться в организации или лицу с опытом в проектировании сосудов под давлением.

23 Испытание на отделяемость частиц сланца при горячем вращении

23.1 Принцип

23.1.1 Данная процедура включает измельчение, просеивание и добавление известной массы частиц сланца в буровой раствор и выдерживание, статическое или динамическое при горячем вращении, жидкости с частицами сланца. Восстановление, очистка и повторное взвешивание частиц для определения потери массы указывает на способность жидкости к предотвращению дисперсии сланца в жидкости. Данное испытание является только относительным измерением и должно включаться как часть общей программы испытаний.

23.1.2 Способность бурового раствора препятствовать разделению сланцевого шлама является важным параметром. Лабораторная методика, приведенная в настоящем разделе, может использоваться для оценки свойств буровых растворов относительно препятствования разделению частиц сланца. Данное испытание предназначается для сравнения различных цельных составов буровых растворов.

23.1.3 Существует множество лабораторных методик, используемых для оценки степени, до которой состав бурового раствора может являться причиной ослабления и разделения сланца при погружении в жидкость. Настоящий метод испытания не является единственным испытанием, показывающим способность буровых растворов препятствовать разделению сланца. Данное испытание может дать изменчивые результаты. Необходимы строгий контроль и запись условий испытательного сланца, реологии испытательной жидкости и промывки сланца.

23.1.4 Выбор и условия сланца (например, содержание воды), несмотря на чрезвычайную важность, не определяются и не ограничиваются процедурой. Сохраненные пробы сланца должны использоваться должным образом. Настоятельно рекомендуется, чтобы сланец имел влажность, близкую к полевым условиям, и не был предварительно высушен на открытом воздухе или в сушильном шкафу. Способ сохранения сланца перед его использованием в испытании следует записать с результатами.

23.1.5 Реологические свойства буровых растворов представляют собой одну переменную, которая является трудной в регулировании между испытаниями. Поскольку реологические свойства могут оказывать независимое влияние на восстановление сланца из бурового раствора, рекомендуется, чтобы реологические свойства измерялись при испытательной температуре и записывались с результатами. Это позволяет рассмотрение реологических свойств наряду с другими переменными. Небольшие изменения реологических свойств различных жидкостей могут сильно влиять на окончательные результаты дисперсии сланца.

23.1.6 Следует отметить, что результаты не обязательно подразумевают устойчивость стенок скважины. Данное испытание может быть неподходящим для оценки свойств некоторых материалов для бурового раствора, препятствующих разделению.

23.2 Реактивы и оборудование

23.2.1 Промывочная вода, ингибирующая, которая является также:

a) синтетическим основным солевым раствором для бурового раствора или

b) известной жидкостью, препятствующей разделению используемого сланца (например, хлорид калия концентрацией 42,75 кг/м^3).

Примечание — Промывочная вода с соленостью намного большей, чем соленость основного солевого раствора для бурового раствора, может вызвать закупоривание сита вследствие коагуляции бурового раствора.

23.2.2 Подача ингибирующей промывочной воды с расходом (2 ± 0,2) *дм^3/мин* с диаметром выходного отверстия 7,5 мм (1/3 дюйма).

23.2.3 Весы с точностью взвешивания ± 0,01 г.

23.2.4 Сушильный шкаф с вращением, со скоростью вращения от 17 до 35 об/мин.

Для лучших результатов все испытания следует проводить с одним сушильным шкафом с вращением для гарантирования постоянных испытательных условий.

23.2.5 Ячейки для выдерживания, изготовленные не из алюминиевой бронзы.

23.2.6 Часы или счетчик времени с точностью ± 0,1 мин в течение времени испытания.

23.2.7 Лодочка для взвешивания.

23.2.8 Шпатель.

23.2.9 Промывочная ванна или раковина размером не менее 2 *дм^3*.

23.2.10 Сита диаметром 10 см (4 дюйма) с размерами ячеек 0,5 мм (0,02 дюйма) (сито № 35), 4 мм (0,16 дюйма) (сито № 5) и 2 мм (0,08 дюйма) (сито № 10).

23.2.11 Рамка для сита диаметром 10 см (4 дюйма).

23.2.12 Сушильный шкаф с регулируемой температурой до (105 ± 3) °C [(220 ± 5) °F].

23.2.13 Влагопоглотитель.

23.3 Процедура

23.3.1 Получают частицы сланца влажностью, близкой к влажности сланца в полевых условиях. Просеивают частицы сланца непосредственно перед использованием до фракции менее 4 мм (0,16 дюйма) и более 2 мм (0,08 дюйма). Влажность поставки насыпного сланца должна быть определена во время отбора пробы методом для бентонита в соответствии со стандартом [7] (раздел 9) и записана.

23.3.2 Предварительно пропускают буровой раствор через сито 0,5 мм (0,02 дюйма) для удаления любых частиц с большим размером, которые могут быть неправильно зарегистрированы как восстановленный сланец.

23.3.3 Переливают 350 *см^3* бурового раствора в каждую ячейку для выдерживания, измерив по объему или по массе.

23.3.4 Добавляют 20,0 г сланца (просеянного перед использованием) в жидкость в каждую ячейку для выдерживания, закрывают и осторожно перемешивают для смачивания и разделения частиц.

Примечание — В случае буровых растворов с высокой вязкостью может быть благоприятным добавление бурового раствора и сланца одновременно для получения отдельного смачивания частиц или перемешивание бурового раствора шпателем во время добавления сланца.

23.3.5 Помещают ячейки для выдерживания в сушильный шкаф с вращением, предварительно нагретый до заданной температуры и вращающийся в течение заданного интервала времени.

Время вращения следует выбирать одинаковым для всех оцениваемых жидкостей для заданного сланца. Время вращения зависит от сланца, и некоторые сланцы требуют большего времени вращения, чем другие, для появления достаточного разделения слоев жидкости.

23.3.6 После завершения периода вращения и охлаждения ячеек их перемещают в статическое положение для дальнейшего охлаждения до температуры, постоянной для всего последующего процесса восстановления (например, от температуры водяной бани до комнатной температуры).

23.3.7 Переливают содержимое каждой ячейки для выдерживания на пронумерованные предварительно взвешенные сита с размером ячейки 0,5 мм (0,02 дюйма), направив струю ингибирующей промывочной воды (см. 23.2.1) на сетку для предотвращения закупоривания. С помощью промывочной воды перемещают остатки содержимого из ячейки для выдерживания на сито (удобно использовать промывную склянку).

Примечание — Возникающее закупоривание может быть снижено за счет направления небольшой струи промывочной воды на поверхность сита.

23.3.8 Промывают буровой раствор от оставшихся частиц сланца промывочной водой при расходе (2 ± 0,2) *дм³/мин* через шланг с круглым выходным отверстием диаметром 7,5 мм (0,3 дюйма), систематически проходя по всей площади сетки много раз в течение времени не менее 1 мин. или пока сланец и сетка не очистятся от остатков бурового раствора.

23.3.9 Перемещают сито в ванночку вместимостью 2 дм³. В ванночку, содержащую водопроводную воду, быстро, но мягко погружают сито (под углом для того, чтобы избежать захвата воздуха), и извлекают его так, чтобы сито и сланец ополоснулись в промывочной воде.

23.3.10 Помещают сито на предварительно взвешенную рамку для сита и высушивают в сушильном шкафу до постоянной массы. Охлаждают во влагопоглотителе и повторно взвешивают с точностью ± 0,01 г. Данное значение является окончательной массой высушенного остатка.

23.4 Расчет

23.4.1 Массовую долю восстановленного сланца (массовый остаток) ω_r, %, вычисляют по следующей формуле:

$$\omega_r = 100\frac{m_d}{m_0}, \quad (28)$$

где m_d — масса высушенного восстановленного сланца, г;

m_0 — масса первичной пробы сланца с поправкой на влажность, г.

В данном примере, использующем первичную пробу сланца массой 20,0 г, массу высушенного восстановленного сланца вычисляют по следующей формуле:

$$m_d = 20(100 - \omega_h)/100, \quad (29)$$

где ω_h — влажность первоначального сланца, выраженная как массовая фракция, %.

23.4.2 Записывают используемые условия (методика хранения сланца, история перед испытаниями, начальная влажность, реологические свойства бурового раствора, испытательная температура и время вращения) и массу восстановленного сланца. Рекомендуется продублировать испытание. Различие между испытательными значениями обычно менее 4 %.

24 Материалы для приготовления буровых растворов. Высоковязкая полианионная целлюлоза (ПАЦ-В) (обычная)

24.1 Принцип

24.1.1 ПАЦ-В представляет собой водорастворимый полимер, получаемый только из химической реакции целлюлозы с карбоксиметиловыми (анионными) группами, и не должна содержать другие полисахариды, такие как крахмал, гуар или прочие полимеры, встречающиеся в природе, или их производные. Материал является сыпучим или гранулированным порошком.

24.1.2 ПАЦ-В широко применяется в буровых растворах на водной основе для различных применений, таких как контроль фильтрации, вязкости и ингибирования. Хотя полевое применение может изменяться, данная процедура рассматривает контроль фильтрации и вязкость.

24.1.3 Целью данной процедуры является представление простого и воспроизводимого метода для оценки свойств ПАЦ-В. Для данного материала еще не разработаны специфические параметры.

24.1.4 Буровой раствор на синтетической морской воде используется для определения вязкости и контроля фильтрации ПАЦ-В.

24.2 Определение влажности

24.2.1 Оборудование

24.2.1.1 Сушильный шкаф с регулируемой температурой до (105 ± 3) °С [(220 ± 5)°F].

24.2.1.2 Весы с точностью взвешивания ± 0,01 г.

24.2.1.3 Чашка выпарная.

24.2.1.4 Шпатель.

24.2.1.5 Влагопоглотитель с осушителем из сульфата кальция или эквивалентного вещества.

24.2.2 Процедура

24.2.2.1 Взвешивают (10,00 ± 0,01) г пробы ПАЦ-В в тарированной выпарной чашке.

24.2.2.2 Высушивают пробу в сушильном шкафу в течение 4 ч (см. 24.2.1.1). Охлаждают до комнатной температуры во влагопоглотителе.

24.2.2.3 Повторно взвешивают выпарную чашку, содержащую высушенную пробу. Записывают массу высушенной пробы m_d.

24.2.3 Расчет влажности ПАЦ-В

Вычисляют массовую долю влаги ω_h, %, по следующей формуле:

$$\omega_h = 100\frac{m_0 - m_d}{m_0}, \quad (30)$$

где m_0 — масса первичной пробы, г;

m_d — масса высушенной пробы, г.

24.3 Процедуры с испытательной жидкостью, содержащей ПАЦ-В

24.3.1 Реактивы и оборудование

24.3.1.1 Основной раствор соли № 1: 555,6 г гексагидрата хлорида магния, 57,9 г безводного хлорида кальция и 2,1 г гексагидрата хлорида стронция, разбавленных дистиллированной или деионизированной водой до 1000 *см*^{3}.

24.3.1.2 Основной раствор соли № 2: 69,5 г хлорида калия, 20,1 г бикарбоната натрия, 10,0 г бромида калия, 2,7 г борной кислоты и 0,3 г фторида натрия, разбавленных дистиллированной или деионизированной водой до 1000 *см*^{3}.

24.3.1.3 Хлорид натрия, х.ч.

24.3.1.4 Сульфат натрия безводный, х.ч.

24.3.1.5 Стандартная оценочная базовая глина в соответствии с API или эквивалентная.

24.3.1.6 Хлорид калия.

24.3.1.7 Бикарбонат натрия.

24.3.1.8 Деионизированная или дистиллированная (*по ГОСТ 6709*) вода.

24.3.1.9 ПАЦ-В для испытания с известной влажностью (см. 24.2).

24.3.1.10 Термометр диапазоном измерения от 0 до 60 °С с точностью ± 1 °С (диапазоном измерения от 32 до 150 °F с точностью ± 2 °F).

24.3.1.11 Весы с точностью взвешивания ± 0,01 г.

24.3.1.12 Мешалка со скоростью вращения (11500 ± 300) об/мин с одинарным ребристым рабочим колесом диаметром 25,4 мм (1 дюйм).

Рабочее колесо должно заменяться, когда потеря массы составит 10 %. Первоначальная масса лопасти составляет приблизительно 5,5 г. Каждый шпиндель с посаженным на него одинарным синусоидным рабочим колесом должен быть установлен на стороне осаждения.

24.3.1.13 Емкость для смешивания глубиной 180 мм (7 и 1/8 дюйма), *d* = 97 мм (3 и 3/4 дюйма) верхней части, 70 мм (2 и 3/4 дюйма) основания.

24.3.1.14 Шпатель.

24.3.1.15 Емкость стеклянная или пластмассовая с пробкой или крышкой для солевого раствора.

24.3.1.16 Вискозиметр прямого показания с приводом от двигателя по ГОСТ 33213.

24.3.1.17 Счетчики времени, два — механический или электрический, с точностью ± 0,1 мин в течение времени испытания.

24.3.1.18 Фильтр-пресс в соответствии с ГОСТ 33213.

24.3.1.19 Цилиндры градуированные: один — (10 ± 0,1) *см*^{3} и другой — (500 ± 5) *см*^{3}.

24.3.2 Измерение объема фильтрата испытательной жидкости

24.3.2.1 Готовят искусственную морскую воду, добавив 24,53 г хлорида натрия и 4,09 г безводного сульфата натрия в колбу объемом 1 *дм*^{3}. Разводят дистиллированной или деионизированной водой до 800 *см*^{3}. Переливают 20,0 *см*^{3} основного раствора № 1 и 10,0 *см*^{3} основного раствора № 2 в колбу и разводят водой до 1000 *см*^{3}. Регулируют pH до 8,2 с помощью раствора гидроксида натрия концентрацией 0,1 моль/л.

24.3.2.2 Добавляют (35,0 ± 0,01) г хлорида калия (KCl) в 358 г раствора морской соли.

24.3.2.3 После перемешивания в течение (3 ± 0,1) мин добавляют (1,0 ± 0,01) г бикарбоната натрия.

24.3.2.4 После перемешивания в течение (3 ± 0,1) мин добавляют (28,0 ± 0,01) г стандартной оценочной базовой глины.

24.3.2.5 После перемешивания в течение (5 ± 0,1) мин извлекают емкость из мешалки и очищают ее стенки шпателем от материала, прилипшего к стенкам. Убеждаются, что весь материал, прилипший к шпателю, перемещен в суспензию.

24.3.2.6 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание в течение дополнительных (5 ± 0,1) мин.

24.3.2.7 Взвешивают (1,0 ± 0,01) г ПАЦ-В (см. 24.3.1.9). Равномерно добавляют ПАЦ-В в суспензию в течение 60 с при перемешивании в мешалке. ПАЦ-В следует добавлять в воронку на расстоянии от шпинделя рабочего колеса для уменьшения распыления.

24.3.2.8 После перемешивания в течение (5 ± 0,1) мин извлекают емкость из мешалки и очищают ее стенки шпателем от ПАЦ-В, прилипшего к стенкам. Убеждаются, что весь материал, прилипший к шпателю, перемещен в суспензию.

24.3.2.9 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание. При необходимости емкость может быть извлечена из мешалки и стенки очищены для удаления ПАЦ-В, прилипшей к стенкам, через 5 или 10 мин. Общее время перемешивания после добавления ПАЦ-В — (20 ± 1) мин.

24.3.2.10 Выдерживают суспензию в течение (16 ± 0,5) ч в запечатанной или закрытой емкости при температуре (25 ± 1) °С [(77 ± 3) °F]. Записывают температуру и продолжительность хранения.

24.3.2.11 После выдерживания перемешивают суспензию в мешалке в течение (5 ± 0,1) мин.

24.3.2.12 Переливают суспензию ПАЦ-В в ячейку фильтра-пресса. Перед добавлением суспензии убеждаются, что каждая часть фильтрующего элемента является сухой и что ни одна из прокладок не повреждена или изношена. Температура суспензии должна быть (25 ± 1) °С [(77 ± 3 °F]. Наливают суспензию в ячейку до уровня ниже 13 мм (1/2 дюйма) от верха. Собирают сборку фильтра-пресса. Помещают фильтрующий элемент в рамку и закрывают перепускной клапан. Ставят емкость под сливной трубкой.

24.3.2.13 Устанавливают один счетчик времени на (7,5 ± 0,1) мин, а второй счетчик времени на (30 ± 0,1) мин. Запускают оба счетчика времени и устанавливают давление в ячейке (690 ± 35) кПа [(100 ± 5) фунт/кв. дюйм]. Давление должно подаваться с помощью сжатого воздуха, азота или гелия и должно быть подано в течение 15 с после запуска счетчиков времени.

24.3.2.14 При показании первого счетчика времени (7,5 ± 0,1) мин удаляют емкость и любую жидкость со сливной трубки и опустошают. Помещают сухой мерный цилиндр объемом 10 *см*^{3} под сливной трубкой и продолжают сбор фильтрата до показания второго счетчика времени с периодом 30 мин. Извлекают мерный цилиндр и записывают объем собранного фильтрата. Объем фильтрата представляет объем, собранный в течение интервала времени от 7,5 до 30 мин.

24.3.3 Расчет объема фильтрата испытательной жидкости с учетом поправок

Вычисляют объем фильтрата V_f, см^3, по следующей формуле:

$$V_f = 2V_c, \tag{31}$$

где V_c — объем фильтрата, собранный в интервале времени между 7,5 и 30 мин., *см*^{3}.

Записывают вычисленное значение.

24.3.4 Измерение вязкости испытательной жидкости

24.3.4.1 Добавляют (42 ± 0,01) г морской соли в (1000 ± 2) см^3 дистиллированной воды.

24.3.4.2 Добавляют (35,0 ± 0,01) г хлорида калия (KCl) в 358 г раствора морской соли.

24.3.4.3 Взвешивают (3,0 ± 0,01) г ПАЦ-В. Равномерно добавляют ПАЦ-В в суспензию в течение 60 с во время перемешивания в мешалке. ПАЦ-В следует добавлять в воронку на расстоянии от шпинделя рабочего колеса для уменьшения распыления.

24.3.4.4 После перемешивания в течение (5 ± 0,1) мин извлекают емкость из мешалки и очищают ее стенки шпателем от материала, прилипшего к стенкам. Убеждаются, что весь материал, прилипший к шпателю, перемещен в суспензию.

24.3.4.5 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание. При необходимости емкость может быть извлечена из мешалки и стенки очищены от ПАЦ-В, прилипшей к стенкам, через 5 или 10 мин. Общее время перемешивания после добавления ПАЦ-В должно равняться (20 ± 1) мин.

24.3.4.6 Выдерживают суспензию в течение (16 ± 0,5) ч в запечатанной или закрытой емкости при температуре (25 ± 1) °С [(77 ± 3) °F]. Записывают температуру и продолжительность хранения.

24.3.4.7 После выдержки перемешивают суспензию в мешалке в течение (5 ± 0,1) мин.

24.3.4.8 Переливают суспензию в чашку вискозиметра, поставляемую с вискозиметром прямого чтения. Показания по шкале при скорости вращения ротора вискозиметра 600 об/мин должны регистрироваться при испытательной температуре суспензии (25 ± 1) °С [(77 ± 2) °F]. Записывают показания по шкале при скорости 600 об/мин.

24.3.5 Расчет кажущейся вязкости испытательной жидкости

Вычисляют кажущуюся вязкость η_A по следующей формуле:

$$\eta_A = \frac{\eta_{600}}{2}, \quad (32)$$

где η_{600} — показание вязкости при 600 об/мин, *мПа·с*.

Записывают вычисленное значение.

25 Материалы для приготовления буровых растворов. Низковязкая полианионная целлюлоза (ПАЦ-Н)

25.1 Принцип

25.1.1 ПАЦ-Н представляет собой водорастворимый полимер, получаемый только из химической реакции целлюлозы с анионными группами, и не должен содержать другие полисахариды, такие как крахмал, гуар или прочие полимеры, встречающиеся в природе, или их производные. Материал является сыпучим или гранулированным порошком.

25.1.2 ПАЦ-Н широко применяется в буровых растворах на водной основе для различных целей, таких как контроль фильтрации, вязкости и ингибирования сланцев. Хотя полевое применение может изменяться, данная процедура рассматривает контроль фильтрации и вязкости.

25.1.3 Целью данной процедуры является представление простого и воспроизводимого метода для оценки свойств ПАЦ-Н. Для данного материала еще не разработаны специфические параметры.

25.1.4 Буровой раствор на синтетической морской воде используют для определения вязкости и контроля фильтрации ПАЦ-Н.

25.2 Определение влажности

25.2.1 Оборудование

25.2.1.1 Сушильный шкаф с регулируемой температурой до (25 ± 1) °С [(77 ± 3)°F].

25.2.1.2 Весы с точностью взвешивания ± 0,01 г.

25.2.1.3 Чашка выпарная.

25.2.1.4 Шпатель.

25.2.1.5 Влагопоглотитель с осушителем из сульфата кальция или эквивалентного вещества.

25.2.2 Процедура

25.2.2.1 Взвешивают (10 ± 0,01) г пробы ПАЦ-Н в тарированной выпарной чашке.

25.2.2.2 Высушивают пробу в сушильном шкафу в течение 4 ч (см. 25.2.1.1).Охлаждают до комнатной температуры во влагопоглотителе.

25.2.2.3 Повторно взвешивают выпарную чашку, содержащую высушенную пробу. Записывают массу высушенной пробы m_d.

25.2.3 Расчет влажности ПАЦ-Н

Вычисляют массовую долю влаги ω_h, %, по следующей формуле:

$$\omega_h = 100\frac{m_0 - m_d}{m_0}, \quad (33)$$

где m_0 — масса первичной пробы, г;

m_d — масса высушенной пробы, г.

25.3 Процедуры с испытательной жидкостью, содержащей ПАЦ-Н

25.3.1 Реактивы и оборудование

25.3.1.1 Основной раствор соли № 1: 555,6 г гексагидрата хлорида магния, 57,9 г безводного хлорида кальция и 2,1 г гексагидрата хлорида стронция, разбавленных дистиллированной или деионизированной водой до 1000 *см*^{3}.

25.3.1.2 Основной раствор соли № 2: 69,5 г хлорида калия, 20,1 г бикарбоната натрия, 10,0 г бромида калия, 2,7 г борной кислоты и 0,3 г фторида натрия, разбавленных дистиллированной или деионизированной водой до 1000 *см*^{3}.

25.3.1.3 Хлорид натрия, х.ч.

25.3.1.4 Сульфат натрия безводный, х.ч.

25.3.1.5 Стандартная оценочная базовая глина в соответствии с API или эквивалент.

25.3.1.6 Хлорид калия.

25.3.1.7 Бикарбонат натрия.

25.3.1.8 Деионизированная или дистиллированная (*по ГОСТ 6709*) вода.

25.3.1.9 ПАЦ-Н для испытания с известной влажностью (см. 25.2).

25.3.1.10 Термометр диапазоном измерения от 0 до 60 °С с точностью ± 3 °С (диапазоном измерения от 32 до 150 °F с точностью ± 5 °F).

25.3.1.11 Весы с точностью взвешивания ± 0,01 г.

25.3.1.12 Мешалка со скоростью вращения (11500 ± 300) об/мин с одинарным ребристым рабочим колесом диаметром 25,4 мм (1 дюйм).

Рабочее колесо должно заменяться, когда потеря массы составит 10 %. Первоначальная масса лопасти составляет приблизительно 5,5 г. Каждый шпиндель с посаженным на него одинарным синусоидным рабочим колесом должен быть установлен на стороне осаждения.

25.3.1.13 Емкость для смешивания глубиной — 180 мм (7 и 1/8 дюйма), диаметром верхней части — *d* = 97 мм (3 и 3/4 дюйма), диаметром основания — 70 мм (2 и 3/4 дюйма).

25.3.1.14 Шпатель.

25.3.1.15 Емкость стеклянная или пластмассовая с пробкой или крышкой для солевого раствора.

25.3.1.16 Вискозиметр прямого показания с приводом от двигателя в соответствии с ГОСТ 33213.

25.3.1.17 Счетчики времени, два — механический или электрический, с точностью ± 0,1 мин в течение времени испытания.

25.3.1.18 Фильтр-пресс в соответствии с ГОСТ 33213.

25.3.1.19 Цилиндры градуированные: один — (10 ± 0,1) *см*^{3} и другой — (500 ± 5) *см*^{3}.

25.3.2 Измерение объема фильтрата испытательной жидкости

25.3.2.1 Готовят искусственную морскую воду, добавив 24,53 г хлорида натрия и 4,09 г безводного сульфата натрия в колбу вместимостью 1000 *см*^{3}. Разводят дистиллированной или деионизированной водой до 800 см^3. Переливают 20,0 *см*^{3} основного раствора № 1 и 10,0 *см*^{3} основного раствора № 2 в колбу и разводят водой до 1000 *см*^{3}. Регулируют pH до 8,2 с помощью раствора гидроксида натрия концентрацией 0,1 моль/л.

25.3.2.2 Добавляют (35,0 ± 0,01) г хлорида калия (KCl) в 358 г раствора морской соли.

25.3.2.3 После перемешивания в течение (3 ± 0,1) мин добавляют (1,0 ± 0,01) г бикарбоната натрия.

25.3.2.4 После перемешивания в течение (3 ± 0,1) мин добавляют (28,0 ± 0,01) г стандартной оценочной базовой глины.

25.3.2.5 После перемешивания в течение (5 ± 0,1) мин извлекают емкость из мешалки и очищают ее стенки шпателем от материала, прилипшего к стенкам. Убеждаются, что весь материал, прилипший к шпателю, перемещен в суспензию.

25.3.2.6 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание в течение еще (5 ± 0,1) мин.

25.3.2.7 Взвешивают (1,0 ± 0,01) г ПАЦ-Н (см. 25.3.1.9). Равномерно добавляют ПАЦ-Н в суспензию в течение 60 с при перемешивании в мешалке. ПАЦ-Н следует добавлять в воронку на расстоянии от шпинделя рабочего колеса для уменьшения распыления.

25.3.2.8 После перемешивания в течение (5 ± 0,1) мин извлекают емкость из мешалки и очищают ее стенки шпателем от ПАЦ-Н, прилипшего к стенкам. Убеждаются, что весь материал, прилипший к шпателю, перемещен в суспензию.

25.3.2.9 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание. При необходимости емкость может быть извлечена из мешалки и стенки очищены от ПАЦ-Н, прилипшей к стенкам, через 5 или 10 мин. Общее время перемешивания после добавления ПАЦ-Н должно равняться (20 ± 1) мин.

25.3.2.10 Выдерживают суспензию в течение (16 ± 0,5) ч в запечатанной или закрытой емкости при температуре (25 ± 1) °С [(77 ± 3)°F]. Записывают температуру и продолжительность хранения.

25.3.2.11 После выдерживания перемешивают суспензию в мешалке в течение (5 ± 0,1) мин.

25.3.2.12 Переливают суспензию ПАЦ-Н в ячейку фильтра-пресса. Перед добавлением суспензии убеждаются, что каждая часть фильтрующего элемента является сухой и что ни одна из прокладок не повреждена или изношена. Температура суспензии должна быть (25 ± 1) °С [(77 ± 3)°F]. Наливают суспензию в ячейку до уровня ниже 13 мм (1/2 дюйма) от верха. Собирают сборку фильтра-пресса. Помещают фильтрующий элемент в рамку и закрывают перепускной клапан. Ставят емкость под сливной трубкой.

25.3.2.13 Устанавливают один счетчик времени на (7,5 ± 0,1) мин, а второй счетчик времени — на (30 ± 0,1) мин. Запускают оба счетчика времени и устанавливают давление в ячейке (690 ± 35) кПа [(100 ± 5) фунт/кв. дюйм]. Давление должно подаваться с помощью сжатого воздуха, азота или гелия и должно быть подано в течение 15 с после запуска счетчиков времени.

25.3.2.14 При показании первого счетчика времени (7,5 ± 0,1) мин удаляют емкость и любую жидкость со сливной трубки и опустошают. Помещают сухой мерный цилиндр объемом 10 см^3 под сливной трубкой и продолжают сбор фильтрата до показания второго счетчика времени с периодом 30 мин. Извлекают мерный цилиндр и записывают объем собранного фильтрата. Объем фильтрата представляет объем, собранный в течение интервала времени от 7,5 до 30 мин.

25.3.3 Расчет объема фильтрата испытательной жидкости с учетом поправок

Вычисляют объем фильтрата V_f, см^3, по следующей формуле:

$$V_f = 2V_c, \tag{34}$$

где V_c — объем фильтрата, собранный в интервале времени между 7,5 и 30 мин, см^3.

Записывают вычисленное значение.

25.3.4 Измерение вязкости испытательной жидкости

25.3.4.1 Добавляют (42 ± 0,01) г морской соли в (1000 ± 2) *см*^{3} дистиллированной воды.

25.3.4.2 Добавляют (35,0 ± 0,01) г хлорида калия (KCl) в 358 г раствора морской соли.

25.3.4.3 Взвешивают (3,0 ± 0,01) г ПАЦ-Н (25.3.4.3). Равномерно добавляют ПАЦ-Н в суспензию в течение 60 с во время перемешивания в мешалке. ПАЦ-Н следует добавлять в воронку на расстоянии от шпинделя рабочего колеса для уменьшения распыления.

25.3.4.4 После перемешивания в течение (5 ± 0,1) мин извлекают емкость из мешалки и очищают ее стенки шпателем от материала, прилипшего к стенкам. Убеждаются, что весь материал, прилипший к шпателю, перемещен в суспензию.

25.3.4.5 Снова помещают емкость в мешалку и продолжают перемешивание. При необходимости емкость может быть извлечена из мешалки и стенки очищены от ПАЦ-Н, прилипшей к стенкам, через 5 или 10 мин. Общее время перемешивания после добавления ПАЦ-Н должно равняться (20 ± 1) мин.

25.3.4.6 Выдерживают суспензию в течение (16 ± 0,5) ч в запечатанной или закрытой емкости при температуре (25 ± 1) °С [(77 ± 3) °F]. Записывают температуру и продолжительность хранения.

25.3.4.7 После выдержки перемешивают суспензию в мешалке в течение (5 ± 0,1) мин.

25.3.4.8 Переливают суспензию в чашку вискозиметра, поставляемую с вискозиметром прямого чтения. Показания по шкале при скорости вращения ротора вискозиметра 600 об/мин должны регистрироваться при испытательной температуре суспензии (25 ± 1) °С [(77 ± 3) °F]. Записывают показания по шкале при скорости 600 об/мин.

25.3.5 Расчет кажущейся вязкости испытательной жидкости

Вычисляют кажущуюся вязкость η_A по следующей формуле:

$$\eta_A = \frac{\eta_{600}}{2}, \tag{35}$$

где η_{600} — показание вязкости при 600 об/мин, *мПа·с*.

Записывают вычисленное значение.

26 Приготовление и оценка инвертно-эмульсионных буровых растворов

26.1 Принцип

26.1.1 Периодически требуются приготовление и оценка инвертно-эмульсионных буровых растворов. Приведенные испытания разработаны для предоставления стандартизированного метода

приготовления и оценки жидких растворов при одинаковых условиях. Существенные изменения в реологических свойствах, электрической стабильности или фильтрации при HTHP могут указывать на неустойчивость испытательных буровых растворов. Рекомендуется, чтобы испытательное оборудование и процедуры были согласованы между продавцом и клиентом перед началом испытания.

26.1.2 Методы испытаний обеспечивают процедуры специфического перемешивания и выдерживание при температуре для уменьшения межлабораторных изменений.

26.1.3 Где применимо, используемые методы испытаний и оборудование по ГОСТ 33213.

26.1.4 Протокол испытаний является простым, разработанным только для предоставления средств сравнения реакций жидкостей на выдерживание при температуре и объединение приемлемых уровней различного загрязнения, ожидаемого во время бурения, такого как выбуренная порода, морская вода и пластовые солевые растворы.

26.1.5 Другие методы существуют для оценки инвертно-эмульсионных буровых растворов.

26.2 Реактивы и оборудование

26.2.1 Морская соль, полученная от организаций, занимающихся поставкой лабораторного оборудования, и перемешанная согласно инструкциям изготовителя.

26.2.2 Оценочная базовая глина.

26.2.3 Термометр с металлическим контактом, диапазоном измерения от 0 до 105 °C (от 32 до 220 °F).

26.2.4 Весы с точностью взвешивания ± 0,01 г.

26.2.5 Мешалка с высоким усилием сдвига, сверхпрочная лабораторная модель, оснащенная сеткой с квадратными отверстиями, окружающей рабочее колесо.

Сетка должна заменяться при потере массы вследствие износа 10 %. Втулка должна заменяться при заметном люфте между ней и шпинделем. Аналогично шпиндель должен заменяться, когда диаметр на втулке уменьшается на 1 %.

26.2.6 Мешалка со скоростью вращения (10000 ± 100) об/мин с одинарным синусоидным ребристым рабочим колесом диаметром 25,4 мм (1 дюйм) (например, мешалка Воронеж при соответствующей настройке передачи/скорости).

Рабочее колесо должно заменяться при потере массы вследствие износа от 11 до 13 %.

26.2.7 Емкость коническая из нержавеющей стали объемом 2 $дм^3$, нижним внутренним диаметром 76 мм (3,0 дюйма) и верхним внутренним диаметром 152 мм (6,0 дюймов).

26.2.8 Емкость для перемешивания глубиной 180 мм (7 и 1/8 дюйма), диаметром верхней части d = 97 мм (3 и 3/4 дюйма) и диаметром основания 70 мм (2 и 3/4 дюйма).

26.2.9 Шпатель.

26.2.10 Тахометр оптический с магнитной индукцией или эквивалентный.

26.2.11 Рычажные весы для определения плотности бурового раствора по ГОСТ 33213.

26.2.12 Вискозиметр прямого показания в соответствии с ГОСТ 33213.

26.2.13 Чашка для вискозиметра с регулируемой температурой в соответствии с ГОСТ 33213.

26.2.14 Фильтр-пресс с высокой температурой/высоким давлением в соответствии с ГОСТ 33213.

26.2.15 Измеритель электрической устойчивости в соответствии ГОСТ 33213.

26.2.16 Сушильный шкаф для выдерживания при температуре, способный поддерживать устойчивую температуру и оборудованный системой вращения для выдерживания ячеек в движении.

26.2.17 Ячейка для выдерживания при температуре, предпочтительно из нержавеющей стали, объемом от 350 до 500 $см^3$, способная к поддержанию повышенного давления с помощью системы клапанов при необходимости.

26.2.18 Водяная баня.

26.3 Перемешивание первоначального бурового раствора

26.3.1 Готовят четыре лабораторных барреля (один лабораторный баррель равен приблизительно 350 $см^3$) жидкости требуемого состава со следующими определенными параметрами:

a) масса бурового раствора;

b) водонефтяной фактор;

c) массовая доля солевого раствора, выраженная в процентах;

d) объем фильтрата HTHP (диапазон определен);

e) температура испытания фильтрата HTHP;

f) реологические требования (диапазон определен).

26.3.2 Перемешивают жидкость в течение 60 мин. в мешалке с высоким усилием сдвига, оснащенной сеткой с квадратными отверстиями, окружающей рабочее колесо.

26.3.3 Начав при окружающей температуре, перемешивают пробу в коническом сосуде для перемешивания вместимостью 2 $дм^3$ и регулируют скорость вращения вала во время перемешивания до (6000 ± 300) об/мин. Используют оптический тахометр или тахометр с магнитной индукцией для контроля скорости вращения. Измеряют скорость вращения при фактической нагрузке перемешивания и контролируют во время периода перемешивания. При необходимости проводят регулировку, особенно в течение и после добавления утяжеляющего материала.

26.3.4 Температура жидкости может повыситься вследствие усилия сдвига, но не должна превышать 65 °С (150 °F) согласно показаниям термометра с металлическим контактом. При необходимости держат температуру с помощью водяной бани в диапазоне от 60 до 65 °С (от 140 до 150 °F).

26.3.5 Если программа испытания требует более четырех лабораторных баррелей, то смешивают дополнительный объем бурового раствора в партиях по четыре лабораторных барреля, используя процедуру, указанную выше.

26.3.6 Смешивают все партии вместе для гарантирования однородности перед началом испытательного режима. Смешивание следует выполнять с помощью большого шпателя или переливанием несколько раз из одной емкости в другую.

Смешивание не следует проводить с помощью механической мешалки. Переливание или техника легкого перемешивания необходимы для гарантирования того, что каждый лабораторный баррель подвержен одинаковому усилию сдвига за единицу времени на единицу объема.

26.4 Испытания свойств первоначального бурового раствора

26.4.1 Жидкость должна быть испытана после смешивания методами в соответствии с ГОСТ 33213. Испытания первоначальной жидкости должны охватывать все нижеперечисленные свойства:

a) плотность при температуре 20 °С (68 °F);

b) реологические свойства при скоростях вращения вискозиметра 600, 300, 200, 100, 6 и 3 об/мин, студенистый осадок после 10 с и студенистый осадок после 10 мин. при поддерживаемой температуре 50 °С (300 °F);

c) электрическая устойчивость при 50 °С (300 °F);

d) объем фильтрата HTHP при температуре 120 °С (250 °F) и перепаде давления 3450 кПа (500 фунтов/кв. дюйм) или при других указанных температуре и давлении. См. ГОСТ 33213 для рекомендуемых значений температуры/давления.

Если требуется испытание объема фильтрата при HTHP, особенно при температуре свыше 120 °С (250 °F), может наблюдаться изменчивость в результатах с различным испытательным оборудованием и процедурами испытаний. Рекомендуется, чтобы испытательное оборудование и процедуры были согласованы между продавцом и клиентом перед началом испытания.

26.4.2 Одна проба объемом 350 $см^3$ (один лабораторный баррель) первоначального бурового раствора должна быть подвергнута горячему вращению и использована в качестве холостой пробы во всех дальнейших испытаниях.

26.5 Приготовление пробы, загрязненной морской водой

26.5.1 В один лабораторный баррель бурового раствора добавляют 10 % по объему стандартной смеси синтетической морской воды.

26.5.2 Перемешивают буровой раствор и синтетическую морскую воду в мешалке при окружающих условиях. Добавляют морскую воду в течение 1 мин. и продолжают перемешивание дополнительно 4 мин. до суммарного времени перемешивания 5 мин.

26.5.3 Вращают пробу при нагреве до температуры, согласованной между заинтересованными сторонами.

26.6 Приготовление пробы, загрязненной оценочной базовой глиной

26.6.1 В один лабораторный баррель бурового раствора добавляют оценочную базовую глину во время перемешивания в мешалке при низкой скорости.

Добавление оценочной базовой глины следует проводить на основе ожидаемой плотности жидкости следующим образом:

- для плотности ниже 1800 кг/м^3 — добавляют 35 г оценочной базовой глины;
- для плотности выше 1800 кг/м^3 — добавляют 20 г оценочной базовой глины.

26.6.2 Перемешивают буровой раствор и оценочную базовую глину при окружающих условиях в мешалке. Добавляют глину в течение 1 мин. и продолжают перемешивание дополнительно 4 мин. до суммарного времени перемешивания 5 мин.

26.6.3 Вращают пробу при нагреве до температуры, согласованной между заинтересованными сторонами.

26.7 Приготовление пробы, загрязненной раствором смешанных солей

26.7.1 Раствор смешанных солей является дополнительным загрязнением проб, рекомендуемым для скважин, где это считается уместным (например, соль пермского периода). Тип раствора смешанных солей, используемого при испытаниях, определяется по согласованию заинтересованных сторон.

26.7.2 Типичным раствором смешанных солей является раствор карналлита, но может использоваться любой другой синтетический раствор. Для приготовления раствора карналлита в 100 г воды добавляют 125,0 г гексагидрата хлорида магния, 14,5 г хлорида калия и 5,0 г хлорида натрия.

26.7.3 Тщательно перемешивают солевой раствор в мешалке и извлекают объем, используемый в качестве загрязнителя шприцом во время перемешивания. Это гарантирует, что нерастворенные соли входят в состав загрязнителя.

26.7.4 В один лабораторный баррель бурового раствора добавляют 10 % по объему раствора смешанных солей во время перемешивания в мешалке при низкой скорости. Добавляют солевой раствор в буровой раствор в течение 1 мин., с дополнительными 4 мин. на перемешивание. Выполняют процедуру при окружающей температуре.

26.7.5 Вращают пробу при нагреве до температуры, согласованной между заинтересованными сторонами.

26.8 Процедура для горячего вращения

26.8.1 Пробы первоначального состава и загрязненного бурового раствора должны вращаться при нагреве в течение 16 ч при температуре 120 °С (250 °F) или другой указанной температуре в предварительно нагретом шкафу для горячего вращения.

Поддержание давления в ячейке для горячего вращения с помощью азота следует выбирать на усмотрение компании, составляющей рецептуру бурового раствора.

26.8.2 После 16 ч горячего вращения выключают шкаф и открывают его дверь.

26.8.3 Во время охлаждения необходимо вращать пробы в течение 30 мин. перед извлечением.

26.8.4 Постепенно охлаждают пробы в окружающем воздухе в течение дополнительных 30 мин. Затем охлаждают ячейку до температуры окружающего воздуха, частично погружая ячейку в воду.

26.9 Процедура для статистического выдерживания

26.9.1 Пробы первоначального состава и загрязненного бурового раствора должны статически выдерживают в течение 16 ч при температуре 120 °С (250 °F) или другой указанной температуре в предварительно нагретом шкафу для выдерживания.

Поддержание давления в ячейке для выдерживания с помощью азота следует выбирать на усмотрение компании, составляющей рецептуру бурового раствора.

26.9.2 После 16 ч статического выдерживания выключают шкаф и открывают его дверь.

26.9.3 Охлаждают пробы в течение 30 мин. перед извлечением.

26.9.4 Постепенно охлаждают пробы в окружающем воздухе в течение дополнительных 30 мин. Затем охлаждают ячейку до температуры окружающего воздуха, частично погружая ячейку в воду.

26.9.5 Перемешивают все выдержанные пробы в мешалке в течение 5 мин. непосредственно перед испытанием.

26.10 Процедура для испытания после выдерживания при температуре

Жидкость должна быть испытана после перемешивания методами в соответствии с ГОСТ 33213. Процедуры испытания первоначальной жидкости должны охватывать все нижеперечисленные свойства:

a) плотность при температуре 20 °С (68 °F);

b) реологические свойства при скоростях вращения вискозиметра 600, 300, 200, 100, 6 и 3 об/мин, студенистый осадок после 10 с и студенистый осадок после 10 мин. при поддерживаемой температуре 50 °С (300 °F);

c) электрическая устойчивость при 50 °C (300 °F);

d) объем фильтрата HTHP при температуре 120 °C (250 °F) и перепаде давления 3450 кПа (500 фунтов/кв. дюйм) или при других указанных температуре и давлении. См. ГОСТ 33213 для рекомендуемых значений температуры/давления.

Если требуется испытание объема фильтрата при HTHP, особенно при температуре свыше 120 °C (250 °F), может наблюдаться изменчивость в результатах с различным испытательным оборудованием и процедурами испытаний. Рекомендуется, чтобы испытательное оборудование и процедуры были согласованы между продавцом и клиентом перед началом испытания.

27 Испытание буровых растворов на фильтрацию при высокой температуре/высоком давлении с помощью прибора для определения проницаемости и ячеек с заглушками, закрепляемыми стопорными винтами

27.1 Принцип

27.1.1 Измерения поведения фильтрации и характеристик формирования глинистой корки на стенках скважины являются фундаментальными для контроля и обработки буровых растворов, также как характеристики фильтрации самого бурового раствора, такие как концентрация нефти, воды или эмульсии.

27.1.2 Данные характеристики зависят от типа и количества твердых частиц в жидкости и их физико-химического взаимодействия. Прибор для определения проницаемости (PPA) представляет собой измененный фильтр-пресс с высокой температурой и высоким давлением, применяющийся для оценки данного взаимодействия в различных типах фильтрующих сред при давлениях до 13 800 кПа (2000 фунтов/кв. дюйм) и температурах от окружающей до 260 °C (500 °F). В качестве стандартного фильтра-пресса HTHP PPA является подходящим для использования в полевых и лабораторных условиях.

27.2 Соображения безопасности

27.2.1 Ограничение давления при использовании PPA зависит от применяемой ячейки для пробы. Существует два типа приемлемых ячеек: ячейки с резьбовыми заглушками и ячейки с заглушками, закрепляемыми стопорными винтами. Для данных ячеек существует пять различных номинальных параметров давления. Для безопасности является обязательным, чтобы лаборант точно знал максимальное рабочее давление испытательного оборудования и чтобы данное давление не превышалось. Если максимальное рабочее давлении неизвестно, следует проконсультироваться с изготовителем или использовать наименьший из возможных пределов.

27.2.2 Безопасная работа PPA требует, чтобы лаборант понимал и применял правильную сборку и работу оборудования. Несоответствующая сборка, неправильная работа или использование дефектных частей создает возможность утечки ячейки или отказа, который может привести к серьезным повреждениям или поломке оборудования.

27.2.3 Ячейка для пробы нагревается во время процедуры. Лаборанту следует знать о горячих поверхностях и избегать контакта с ними. В результате прикосновения к горячим частям оборудования во время нормального функционирования могут произойти ожоги.

27.2.4 Данные инструменты нагреваются за счет электрического тока. Как и в случае любого электрического устройства, если проводка повреждена или имеет дефекты, может возникнуть электрическое короткое замыкание, создающее риск пожара, травмы и повреждения оборудования. Данные инструменты следует использовать только при наличии заземления.

27.2.5 Для безопасной работы гидравлической системы установления избыточного давления необходимо следовать инструкциям по 27.2.5.1—27.2.5.3.

27.2.5.1 Следует убедиться, что гидравлическое давление стравлено и что манометр на насосе показывает ноль перед:

a) отсоединением нагнетательного шланга от ячейки в случае быстродействующих сцепных соединений;

b) извлечением ячейки из нагревательной рубашки;

c) перемещением PPA;

d) повторным заполнением гидравлического насоса;

е) выполнением любого технического обслуживания, включая затягивание протекающих фитингов на гидравлическом насосе, фитингов гидравлической системы или сборки ячейки.

27.2.5.2 После повторного заполнения или ремонта гидравлической системы следует очистить любые остатки разлитого масла. Разлитое на полу масло представляет опасность. Кроме того, скопление разлитого масла около РРА является пожароопасным.

27.2.5.3 При сборке ячейки следует убедиться, что стопорные винты заглушек должным образом отцентрированы и затянуты.

27.2.6 Для безопасного пневматического поддержания повышенного давления приемника противодавления необходимо следовать инструкциям по 27.2.6.1—27.2.6.4.

27.2.6.1 Следует всегда использовать азот или углекислый газ для поддержания давления приемника. Для силикатных жидкостей следует использовать только азот. Никогда не использовать сжатый воздух, кислород или другой нерекомендуемый газ. Если используется азот, то азот должен поставляться в одобренном для азота газовом баллоне или система подачи азота должна быть встроена в лабораторию. Баллоны для азота следует хранить согласно требованиям безопасности. CO_2 обычно поставляется в малых баллончиках с давлением до 6200 кПа (900 фунтов/кв. дюйм). Прежде всего такие баллончики используют для полевых испытаний.

Примечания

1 Не следует допускать нагревание баллончиков с CO_2 или подвергать их действию огня. При перегреве они могут взорваться.

2 Не следует использовать баллончики с закисью азота в качестве источников давления для фильтрации HTHP. Под действием температуры и давления закись азота может взорваться в присутствии смазки, нефтяных или каменноугольных материалов. Баллончики с закисью азота должны использоваться только для карбонатного анализа на газоанализаторе Гарретта.

27.2.6.2 Следует поддерживать регуляторы и датчики давления в хорошем состоянии и никогда не использовать масло для регуляторов давления.

27.2.6.3 При утечках гидравлические или пневматические системы поддержания повышенного давления следует ремонтировать или заменять. Приборы, фитинги и шланги следует поддерживать в рабочем состоянии, утечки следует идентифицировать и исправлять. Периодически испытывать предохранительный клапан на гидравлическом насосе для проверки надлежащего функционирования при превышении давления. Никогда не заглушать или не перепускать данный предохранительный клапан.

27.2.6.4 При подаче давления на сборку противодавления следует всегда сначала открывать нагнетающее давление, затем настраивать регулятор. Не следует пытаться управлять оборудованием при давлениях свыше номинальных параметров оборудования или уставки предохранительного клапана. При стравливании противодавления следует закрыть нагнетающее давление, стравить давление из системы и затем отвинтить Т-образный винт регулятора.

27.2.7 Для безопасного нагревания необходимо следовать инструкциям по 27.2.7.1 и 27.2.7.2.

27.2.7.1 Следует принять меры предосторожности, чтобы избежать ранения при работе с РРА, который становится достаточно горячим для причинения серьезных ожогов. Никогда не оставлять горячий или нагревающийся РРА без присмотра.

27.2.7.2 Практика извлечения и охлаждения ячейки водой является опасной, и ее следует избегать. Серьезные травмы могут быть получены вследствие действия пара, образованного при контакте горячей ячейки с водой, при прямом контакте с ячейкой или случайном падении ячейки.

27.2.8 Для безопасной электрической работы необходимо следовать инструкциям по 27.2.8.1 и 27.2.8.2.

27.2.8.1 Следует убедиться, что источник электрического тока имеет плавкие предохранители и заземление. Необходимо проверить, что шнур питания на нагревательной рубашке в хорошем состоянии и заземлен.

27.2.8.2 Электрические неисправности в проводке или нагревателях могут не всегда обнаруживаться при визуальном осмотре. Первым признаком проблемы часто является перегорание предохранителей, размыкание прерывателей, удлиненное время нагрева или неустойчивые характеристики термостата. Никогда не начинать электрический ремонт без первоначального разъединения прибора от источника тока.

27.2.9 Для обслуживания испытательной ячейки пользователь должен знать, что фильтровальная ячейка является сосудом высокого давления и считается источником потенциальной опасности. Меры безопасности, перечисленные в 27.2.9.1—27.2.9.4, должны выполняться для гарантирования безопасной работы.

27.2.9.1 Материал ячейки должен быть совместимым с испытательными пробами.

27.2.9.2 Не следует использовать ячейки, показывающие признаки серьезной точечной коррозии или растрескивания под напряжением.

27.2.9.3 Не следует использовать ячейки, крышки ячеек или удерживающие кольца, показывающие признаки деформации или повреждения. Тщательно осмотреть резьбу на наличие признаков повреждения.

27.2.9.4 Следует использовать только неповрежденные стопорные винты из закаленной стали.

27.3 Оборудование. Прибор для определения проницаемости (PPA) с заглушками, закрепляемыми стопорными винтами

27.3.1 Ячейка PPA

27.3.1.1 Доступны три различных типа ячейки, использующие заглушки, закрепляемые стопорными винтами. Ячейки настоящего и недавнего изготовления имеют номинальные параметры давления 13 800 кПа (2000 фунтов/кв. дюйм) или 12 420 кПа (1800 фунтов/кв. дюйм).

Существует множество давнишних ячеек, которые имеют номинальные параметры давления 2500 фунтов/кв. дюйм. В 1996 г. номинальные параметры данных ячеек были уменьшены до 1800 фунтов/кв. дюйм (12 420 кПа). Если пользователь не может проверить, что используемая ячейка имеет номинальные параметры давления 13 800 кПа (2000 фунтов/кв. дюйм), следует соблюдать предел давления 12 420 кПа (1800 фунтов/кв. дюйм).

Инструкцию по эксплуатации или настоящий стандарт следует приложить к оборудованию. Лицам, незнакомым с оборудованием, следует ознакомиться с приложенной инструкцией перед использованием данного оборудования.

Примечание — Необходимо следовать рекомендациям изготовителя относительно максимальной температуры, давления и объема пробы. Отказ от следования рекомендациям может привести к серьезным травмам.

27.3.1.2 PPA разработан для получения улучшенных статических измерений фильтрации. PPA может работать при давлениях и температурах, преобладающих в стволе скважины, и позволяет использование фильтрующей среды для моделирования нефтеносных песчаных пластов. Ячейка для жидкости переворачивается давлением, подаваемым из основания ячейки, фильтрующая среда располагается сверху, и фильтрат собирается сверху. Малый ручной гидронасос подает давление в ячейку. Давление передается в пробу бурового раствора через плавающий поршень в пределах ячейки. Избыточное кольцевое уплотнение на поршне предотвращает смешивание гидравлического масла с пробой.

27.3.1.3 PPA может использовать множество фильтрующих сред, включая пористые керамические или металлокерамические диски, керны и пласты покрытых или непокрытых песков. Проницаемость керамических дисков доступна в пределах от 100 мД до 100 Д. Использование сред, моделирующих вскрытые поверхности в песчаном пласте, совместно с использованием соответствующих испытательных давлений и температур предоставляет пользователю улучшенную картину того, что происходит в стволе скважины.

Для улучшения однородности испытательных условий и воспроизводимости результатов диски могут быть классифицированы, используя собственную процедуру пользователя для испытания потока или процедуру по 27.3.2.6.

27.3.1.4 Испытательные давления обычно ограничиваются пределами безопасности ячейки, как определено изготовителем: 12 420 кПа (1800 фунтов/кв. дюйм) или 13 800 кПа (2000 фунтов/кв. дюйм) при некоторой определенной температуре. Если в испытании используется противодавление, может быть необходимым уменьшение испытательного давления, чтобы избежать превышения предела давления ячейки и таким образом повреждения ячейки.

27.3.1.5 Повреждение ячейки вследствие избыточного давления может быть классифицировано следующим образом:

- изгибание заглушки, которое может быть обнаружено визуально или измерением;
- сжатие заглушки, которое может быть обнаружено по короблению отверстий или оснований для стопорного винта, которые становятся больше овальными, чем круглыми;
- скалывание цилиндра;
- напряженное состояние цилиндра.

Крышки с признаками повреждения не следует использовать, и их следует забраковать. Корпусы ячеек с признаками растрескивания под напряжением или серьезной точечной коррозии или имеющие поврежденные отверстия для стопорного винта не следует использовать.

27.3.1.6 Для температур свыше 93 °С (200 °F) приемник противодавления должен находиться под давлением для предотвращения кипения фильтрата. В стандартном приемнике противодавления используется в качестве источника давления CO_2 для обеспечения противодавления. Азотный источник давления и коллектор распределения азота может быть заменой для CO_2.

27.3.1.7 Ячейка РРА помещается в термостатическую регулируемую алюминиевую нагревательную камеру во время нагревания и фильтрации. Данная камера полностью вмещает фильтрующую площадь, позволяя фильтрацию при любой желаемой температуре от окружающей до 260 °С (500 °F). Температура ячейки может быть измерена с помощью металлического палочного термометра, вставленного в специальное отверстие в стенке ячейки. Температура регулируется посредством кнопки на термостате. Градуированный диск имеет шкалу отсчета от 1 до 10. После достижения заданной температуры однажды она может быть повторена при установлении кнопки термостата в то же самое положение. Стандартные ячейки для фильтра-пресса РРА изготовляют из нержавеющей стали. Расход энергии для нагревательной рубашки РРА равен 800 Вт.

27.3.2 Фильтрующая среда, диски из любого пористого материала, такого как керамика, металлокерамика или покрытый смолой песок, фракционированный песок или керн

27.3.2.1 Стандартная толщина дисков составляет 6,5 мм (0,25 дюйма), но более толстые диски могут использоваться при помощи адаптеров. Новый диск требуется для каждого испытания. Для проб буровых растворов на водной основе диски должны быть погружены в пресную воду или солевой раствор до состояния насыщения в течение от 5 до 30 мин. перед использованием. Для буровых растворов на нефтяной основе диск должен быть погружен в пробу базового масла в течение от 5 до 10 мин. перед использованием. Вакуумное насыщение должно использоваться для фильтрующих сред с низкой пористостью и проницаемостью.

Существует неизбежная изменчивость в размерах пор керамических дисков, обычно используемых в данных испытаниях. Следовательно, при выполнении сравнительных испытаний рекомендуется, чтобы диски испытывались и классифицировались для получения наилучшей однородности. Изготовители выполняют испытания контроля качества для классификации дисков и могут по запросу предоставить пользователю средний диаметр поровых каналов и среднюю пористость. Пользователь может использовать простое испытание потока с пресной водой для дальнейшей классификации диска.

27.3.2.2 Другие типы дисков являются доступными, включая керны песков Верии с различной пористостью и проницаемостью. Пользователю следует отметить, что данные керны могут иметь некоторую изменчивость в пористости и проницаемости и что это может повлиять на воспроизводимость результатов испытаний. Керны могут быть вырезаны для установки в цилиндр оборудования и иметь толщину 6,5 мм (0,25 дюйма). При модификации цилиндра могут использоваться керны 25,4 мм (1 дюйм).

27.3.2.3 Покрытый смолой песок может быть изготовлен в виде твердого диска, выбирая размер зерен песка для получения заданной проницаемости. Песок нагревают при 150 °С (300 °F) в течение от 1 до 3 ч в формах с диаметром немного большим, чем нормальный диаметр диска, и толщиной 6,5 мм (0,25 дюйма) или 25,4 мм (1 дюйм). Формы должны быть покрыты силиконовой смазкой перед нагреванием. Диски из покрытого смолой песка могут изготовляться для получения существенных различий в размерах поровых каналов и проницаемости, изменяя размеры зерен песка. Более грубые пески могут использоваться для получения фильтрующей среды для испытаний наполнителей для борьбы с поглощением, использования при регулировании потери воды на фильтрацию в средах с жесткими условиями потери фильтрации.

27.3.2.4 Металлокерамические диски или металлические диски с прорезями могут использоваться для моделирования трещины или пластов с высокой проницаемостью. При оценке наполнителей для борьбы с поглощением, необходимых для закупоривания определенного пласта, размер поровых каналов диска следует выбирать аналогичным размеру поровых каналов пласта.

27.3.2.5 Песчаные пласты могут использоваться в качестве фильтрующей среды, если ячейка РРА оснащается фильтром на дне ячейки. Для большей воспроизводимости высоты песчаного пласта сначала определяют желаемую высоту пласта, а затем взвешивают количество песка, необходимого для получения данной высоты. Песчаный пласт должен быть погружен в основную жидкость перед испытанием. Если пользователь желает провести испытания по стандартной методике с фильтрующей средой вверху ячейки, покрытый смолой песок может быть помещен в ячейку, нагрет в течение от 1 до 3 ч при температуре 150 °С (300 °F), охлажден и затем перевернут для испытания.

27.3.2.6 Процедура для сравнения керамических дисков: устанавливают диск в ячейку РРА и заполняют ячейку водой. Используя прибор для определения воздухопроницаемости при закрытом верхнем клапане ячейки, следует отрегулировать давление от 28 до 31 кПа на проверочном манометре с давле-

нием до 200 кПа (30 фунтов/кв. дюйм). Открывают верхний клапан ячейки и регулируют давление до (14 ± 0,7) кПа [(2 ± 0,1) фунта/кв. дюйм]. После открытия клапана на дне ячейки регулируют давление с помощью верхнего клапана до (14 ±0,7) кПа. Измеряют время для прохождения 300 см^3 воды с помощью мерного цилиндра объемом 500 см^3, измеряя время для вытекания жидкости от метки 100 до метки 400 см^3. Если PPT используется в целях сравнения, следует испытать несколько дисков, классифицировать диски и использовать таковые для аналогичных значений.

27.3.3 Счетчик времени с точностью ± 0,1 мин в течение времени испытания.

27.3.4 Термометр со шкалой до 260 °С (500 °F).

27.3.5 Мерный цилиндр вместимостью 25 или 50 см^3 (*по ГОСТ 1770*).

27.3.6 Мешалка с высокой скоростью вращения.

27.4 Процедура для фильтрации при высокой температуре/высоком давлении (HTHP)

27.4.1 Предварительный нагрев нагревательной рубашки

27.4.1.1 Соединяют шнур питания с соответствующим напряжением, указанным на табличке прибора.

27.4.1.2 Поворачивают термостат до середины шкалы и помещают термометр с круговой шкалой и металлическим стержнем в отверстие для термометра в стенке нагревательной рубашки. Контрольная лампа включения загорится, когда температура нагревательной рубашки достигнет установки термостата.

27.4.1.3 Устанавливают термостат на 6 °С (10 °F) выше заданной испытательной температуры.

27.4.2 Наполнение фильтровальной ячейки

27.4.2.1 Фильтровальная ячейка является сосудом высокого давления. Следующие меры безопасности должны выполняться для гарантирования безопасной работы.

a) Материал ячейки должен быть стойким к испытательной пробе.

b) Не используют ячейки, показывающие признаки растрескивания под напряжением или серьезной точечной коррозии.

c) Используют только неповрежденные стопорные винты из закаленной стали. Использование поврежденных или общих стопорных винтов из мягкой стали является опасным.

27.4.2.2 При получении от изготовителя PPA оборудуется клапанами, которые имеют номинальные параметры температуры до 260 °С (500 °F). Если становится необходимым изменение каких-либо клапанов во время эксплуатации данного оборудования, требуется, чтобы заменяющиеся части были сконструированы для использования при температурах до 260 °С (500 °F) или более.

27.4.2.3 Ослабляют стопорные винты, зажимающие заглушки, затем извлекают заглушки из ячейки, потянув их вверх, используя ниппели и соединенное оборудование в качестве ручек. Если заглушка застревает и не может быть освобождена мягким вращением, навинчивают съемник для заглушки ячейки в основание ниппеля и нажимают вниз на ручку для снятия. Затем вывинчивают ниппели из заглушек и извлекают поршень из ячейки.

27.4.2.4 Проверяют уплотнительные кольца на ниппелях, плавающем поршне, корпусе ячейки и заглушках. Заменяют любые поврежденные или хрупкие уплотнительные кольца [все уплотнительные кольца следует заменять после испытаний при температурах свыше 150 °С (300 °F). Наносят тонкий слой смазки полностью вокруг всех уплотнительных колец, приняв необходимые меры для надлежащей смазки уплотнительных колец на поршне.

27.4.2.5 Навинчивают плавающий поршень на Т-образный ключ и устанавливают поршень в основание ячейки, проработав его вверх и вниз для гарантирования, что поршень перемещается свободно (основание ячейки, загрузочный конец имеют более меньшую проточку, чем вершина). Помещают поршень так, чтобы он располагался как можно ближе к основанию ячейки, затем отвинчивают ключ от поршня.

27.4.2.6 Заполняют пространство выше поршня гидравлическим маслом до торцевой поверхности.

27.4.2.7 Устанавливают гидравлическую заглушку на основание ячейки, нажав на шарик противодавления на ниппеле заглушки для нагнетательного патрубка ячейки для сброса давления, и позволяют крышке проскользнуть в ячейку более легко. Устанавливают и затягивают стопорные винты.

Немного масла вытечет из резьбового отверстия в заглушке, указывая на отсутствие воздуха между поршнем и заглушкой.

27.4.2.8 Соединяют сборку нижнего ниппеля со шлангом насоса и накачивают достаточно гидравлического масла для удаления воздуха из ниппеля. Затем, приняв меры предотвращения вытекания масла из ниппеля, соединяют сборку ниппеля с нижней крышкой ячейки и разъединяют шланг насоса.

Процедуры по 27.4.2.9—27.4.2.13 могут выполняться в предварительно нагреваемой рубашке или в ненагретой рубашке, если таковая является доступной, или в специально сконструированном стенде.

27.4.2.9 Поворачивают ячейку вертикально и заполняют ее 275 $см^3$ бурового раствора. Данный объем учитывает расширение во время нагрева. Не следует превышать данный объем.

Для лучшей воспроизводимости результатов испытаний перемешивают буровой раствор в течение 5 мин. непосредственно перед загрузкой в ячейку.

27.4.2.10 Повторно соединяют шланг насоса с быстро соединяемым соединением на ниппеле основания ячейки и закрывают клапан давления на насосе. Качают насос для поднятия уровня пробы бурового раствора до канавки уплотнительного кольца.

27.4.2.11 Устанавливают уплотнительное кольцо и ставят выбранный керамический диск или другую фильтрующую среду выше уплотнительного кольца.

27.4.2.12 Помещают верхнюю заглушку в ячейку, плотно затягивают стопорные винты и закрывают клапан на верхней заглушке.

Тепловое расширение содержимого ячейки и гидравлической жидкости является причиной быстрого повышения давления в ячейке, когда закрытая ячейка помещается в горячую нагревательную рубашку. Когда ячейка при комнатной температуре помещается в горячую нагревательную рубашку, насос следует быстро соединить для выпускания гидравлической жидкости для предотвращения избыточного давления. Во время нагревания давление в ячейке следует контролировать, периодически выпуская излишки жидкости.

27.4.2.13 Устанавливают ячейку в нагревательную рубашку. Убеждаются, что подставка для ячейки выставлена наружу с помощью ручки, затем ставят сборку ячейки и вращают ее так, чтобы штифт в основании нагревательной рубашки попал в отверстие в основании корпуса ячейки. Это предотвращает вращение ячейки.

27.4.3 Подача давления в ячейку

27.4.3.1 Обращаются к таблице 3 для получения давления, соответствующего испытательной температуре, и используют гидравлический насос для нагнетания данного давления в ячейку. Если используют ручной насос, его следует качать со скоростью один ход поршня в секунду.

Фильтрация при температурах свыше точки кипения пробы жидкости требует использования приемника противодавления для предотвращения испарения фильтрата. Также требуется, чтобы проба была под давлением для предотвращения закипания.

Необходимо изменить распределители азота, имеющие приборы с противодавлением 4100 кПа (600 фунтов/кв. дюйм) для получения давления 4850 кПа (700 фунтов/кв. дюйм). Однако испытания возможны в пределах ограничений для распределителей азота.

Таблица 3 — Начальные давления в ячейке и противодавления для различных испытательных температур

Диапазон температур θ		Давление или противодавление при нагревании p	
°C	°F	кПа	фунт/кв. дюйм
До 95	До 200	0	0
От 95 до 150 включ.	От 200 до 300 включ.	690	100
От 151 до 175 включ.	От 301 до 350 включ.	1050	150
От 176 до 190 включ.	От 351 до 375 включ.	1400	200
От 191 до 205 включ.	От 376 до 400 включ.	1725	250
От 206 до 218 включ.	От 401 до 425 включ.	2420	350
От 219 до 232 включ.	От 426 до 450 включ.	3100	560
От 233 до 246 включ.	От 451 до 475 включ.	3800	550
От 247 до 260 включ.	От 476 до 500 включ.	4850	700

27.4.3.2 Во время нагревания ячейки используют следующую процедуру для подготовки приемника противодавления.

a) Проверяют, что Т-образный винт регулятора вращается против часовой стрелки достаточно для сброса давления. Когда давление сброшено, винт вращается свободно.

b) Открывают предохранительный клапан для сброса любого остаточного давления и извлекают гильзу баллончика с CO_2 из датчика давления. Избавляются от пустого баллончика, заменяют его

новым и затягивают гильзу так, чтобы проколоть баллончик. Не настраивают регулятор во время данной процедуры (см. 27.4.3.6).

c) Проверяют, что предохранительный клапан на сборке CO_2 и клапан для вытекания фильтрата закрыты.

d) Откладывают сборку противодавления. Инструкции по ее установке приведены в 27.4.3.4.

27.4.3.3 Следят за температурой ячейки с помощью термометра в отверстии в стенке ячейки, отличном от отверстия в нагревательной рубашке. Когда ячейка достигает заданной температуры, понижают термостат для уменьшения температуры рубашки до испытательной температуры. Держат ячейку при заданной температуре до завершения теплового расширения и прекращения повышения давления в ячейке. Данная процедура может занять 1 ч.

27.4.3.4 При заданной температуре и стабилизированном давлении в ячейке монтируют приемник противодавления на адаптере верхнего клапана. Закрепляют приемник с помощью установочного штифта. Устанавливают сборку подачи давления CO_2 на вершине приемника. Закрепляют сборку подачи давления CO_2 на месте с помощью другого установочного штифта.

27.4.3.5 Если используется сливной шланг для фильтрата, соединяют им спускной клапан и мерный цилиндр, в который сливается фильтрат.

Для получения точных измерений пространство от фильтрующей среды до выхода приемника противодавления и клапана приемника следует заполнить основной жидкостью перед началом испытания. Это гарантирует, что жидкость, проходящая через фильтр, перемещает равный объем жидкости в приемник. Отказ от выполнения данной процедуры может привести к существенной погрешности.

27.4.3.6 По таблице 3 определяют соответствующее давление для приемника противодавления и подают его, отрегулировав Т-образный винт на регуляторе давления.

27.4.3.7 Приводят в действие насос для повышения давления в ячейке до заданного уровня, затем открывают клапан между ячейкой и приемником противодавления для начала испытания.

Перепад фильтрационного давления является разностью между давлением, подаваемым в ячейку, и давлением, поддерживаемым в приемнике противодавления.

27.4.4 Проведение испытания фильтрации

27.4.4.1 Следует использовать лабораторный счетчик времени. Фильтрат собирают и его объем записывают через 1; 7,5 и 30 мин. Отображение полученных данных по отношению к квадратному корню времени обеспечивает полезное описание мгновенной водоотдачи. При желании пробы можно брать чаще, но не следует брать пробы до истечения 1 мин. Точно записанные время испытания и объемы необходимы для точного вычисления параметров фильтрации.

Для лучшего определения мгновенной водоотдачи собирают фильтрат через 1; 5; 7,5; 15; 25 и 30 мин. и отображают суммарные объемы фильтрата по отношению к квадратному корню времени.

27.4.4.2 Начинают фильтрацию, открыв клапан между ячейкой и приемником противодавления. Проверяют, что давление в ячейке, указанное на манометре насоса, и противодавление находятся на заданных уровнях. Регулируют давление по мере необходимости в течение испытания.

27.4.4.3 Давление в ячейке может немного понизиться, поскольку фильтрация и любая утечка в насосе уменьшают содержимое ячейки. Насос следует использовать по мере необходимости для поддержания давления на заданном уровне. Если используют ручной насос, его следует качать со скоростью один ход поршня в секунду.

27.4.4.4 После каждого интервала фильтрат сливают из приемника противодавления в мерный цилиндр. Записывают время и суммарный объем.

Рекомендуется сливать фильтрат непосредственно из приемника противодавления без использования сливного шланга, соединенного с ним. Если используют шланг, его длина должна быть уменьшена для снижения погрешности, вызванной задержкой жидкости на его внутренней поверхности.

27.4.4.5 После 30 мин. закрывают фильтрующий клапан и сливают остатки фильтрата из приемника противодавления в мерный цилиндр. Записывают суммарный объем фильтрата в мерном цилиндре.

27.5 Заключение по испытанию и разборка

27.5.1 Отсоединяют нагревательную рубашку от источника энергии.

Температуру пробы в ячейке понижают до 38 °C (100 °F) для гарантии того, что ячейка может быть безопасно открыта.

27.5.2 Сборка ячейки, находящаяся под давлением, должна охладиться в нагревательной рубашке. При выполнении данных испытаний с достаточной частотой могут быть обеспечены охлаждающий

стенд, блок или баня для ускорения процесса охлаждения. Доступен инструмент для держания ячейки, которым следует пользоваться при обращении с горячей ячейкой.

Особое внимание уделяют при охлаждении горячих ячеек.

Если рекомендуется данная процедура, она создает трудности при выполнении более одного испытания в один 8-часовой рабочий день с одним РРА. В интересах повышенной производительности может быть полезным проектирование собственных процедур для охлаждения ячейки и оборудования. Следует учитывать соображения безопасности в данных конструкциях.

27.5.3 Закрывают клапан между ячейкой и приемником противодавления.

27.5.4 Сбрасывают давление на насосе и в ячейке, открыв клапан насоса, затем разъединяют быстродействующее сцепное соединение между насосом и адаптером ниппеля на основании ячейки.

27.5.5 Сбрасывают противодавление, повернув Т-образный винт на регуляторе против часовой стрелки до тех пор, пока винт не будет поворачиваться свободно.

27.5.6 Стравливают давление из приемника противодавления, открыв предохранительный клапан на сборке CO_2. Открывают спускной клапан на приемнике противодавления и переливают последние несколько капель фильтрата в мерный цилиндр. После удаления замыкающего штифта извлекают сборку CO_2 из адаптера верхнего ниппеля. Извлекают приемник противодавления после удаления его замыкающего штифта.

27.5.7 Ячейка может быть открыта после охлаждения ее содержимого. Ячейку следует открывать, только когда пользователь убедится, что содержимое не находится под давлением.

27.5.7.1 Если ожидается, что в ячейке остается давление и видимая заглушка не находится в самом нижнем положении, следующая процедура может использоваться для определения положения плавающего поршня.

Извлекают сборку быстрого соединения из заглушки в основании ячейки и ставят малое сверло или провод через заглушку для определения того, что плавающий поршень находится в основании.

Если поршень не находится в основании, то давление отсутствует. Если поршень находится в основании, то в ячейке может оставаться давление.

Повторно соединяют гидравлический насос и несколько раз прокачивают его для перемещения поршня. Если ячейка находится под давлением, то это будет очевидным по усилию, требуемому для перемещения поршня.

27.5.7.2 Если существуют признаки, что ячейка все еще находится под давлением, полностью извлекают сборку фильтрующих клапанов из ячейки и ставят малое сверло или провод в крышку ячейки для удаления преграды. Сверло или провод остановятся при достижении фильтрующего диска. Надевают перчатки и убеждаются, что отверстие направлено в сторону от лаборанта при вставке сверла или провода.

27.5.8 Ячейка может подниматься в нагревательной рубашке и помещаться на основание для ячейки или на скамью при открытии.

27.5.9 Ослабляют стопорные винты, зажимающие заглушку, и используя клапан и адаптер ниппеля в качестве ручки, вытягивают заглушку из ячейки. Если заглушка застревает, вращательные движения клапана и адаптера ниппеля могут освободить ее. Если заглушка не освобождается данным способом, отвинчивают клапан и адаптер ниппеля, устанавливают съемник и используют для удаления заглушки.

27.5.10 Заглушку удаляют при вертикальном положении ячейки и торцевой поверхностью фильтрации вверх.

27.5.11 Извлекают фильтрующий диск. Используют маленький нож, маленькую отвертку или подобные инструменты с тонким лезвием для поднятия края диска вверх, затем извлекают диск и фильтрационную корку. При необходимости осторожно промывают фильтрационную корку пресной водой или базовым маслом, если проба на нефтяной основе, затем измеряют и записывают ее толщину. Записывают информацию по составу и текстуре фильтрационной корки.

27.5.12 Переливают оставшуюся жидкость из ячейки. Промывают внутреннюю часть ячейки пресной водой или подходящим растворителем, если проба на нефтяной основе. Обычно нет необходимости извлекать плавающий поршень и заглушки в основании ячейки, если последнее испытание не проводилось при температуре 150 °С (300 °F) или более.

Когда испытания проводятся при температурах свыше 150 °С (300 °F), следует заменять уплотнительные кольца.

27.5.13 Выполняют следующую процедуру для замены уплотнительных колец на плавающем поршне и заглушке в основании ячейки.

a) Извлекают заглушку в основании ячейки согласно процедуре, приведенной в 27.5.9 и 27.5.10.

b) Извлекают плавающий поршень. Завинчивают Т-образный ключ в плавающий поршень и надавливают или тянут для скольжения поршня из любого конца ячейки. Следует отметить, что плавающий поршень может быть извлечен через верхний край без удаления заглушки в основании ячейки. Извлекают и избавляются от всех уплотнительных колец на поршне и заглушке.

c) Очищают части для повторного использования.

27.6 Отчет о полученных данных

27.6.1 Отчет о фильтрате

Представляют отчет о фактическом суммарном объеме фильтрата (мл), собранного во время каждого из выбранных интервалов времени.

27.6.2 Мгновенная водоотдача

Мгновенная водоотдача может быть выведена в виде отрезка, отсекаемого на оси *Y* прямой линией, представляющей уровень статической фильтрации, когда квадратный корень времени фильтрации отображается вдоль оси *X* и объем фильтрата [удвоенный для исправления площади фильтрации при использовании фильтрующей среды с площадью 22,6 см^2 (3,5 дюйма^2)] отображается вдоль оси *Y*. В качестве альтернативы приблизительное значение может быть вычислено по формуле (37).

Для более точного определения мгновенной водоотдачи собирают и записывают фильтрат более часто и отображают данные в соответствии с 27.4.4.1, второй абзац.

27.6.3 Расчет

Вычисляют объем испытания на проницаемость V_{PPT}, см^3, по следующей формуле:

$$V_{PPT} = 2V_{30}, \tag{36}$$

где V_{30} — объем фильтрата после 30 мин, *см*^{3}.

Вычисляют мгновенную водоотдачу V_1, *см*^{3}, по следующей формуле:

$$V_1 = 2\left[V_{7,5} - \left(V_{30} - V_{7,5}\right)\right] = 2\left(2V_{7,5} - V_{30}\right), \tag{37}$$

где $V_{7,5}$ — объем фильтрата после 7,5 мин, *см*^{3}.

Вычисляют статическую скорость фильтрации (скорость потока) V_f, см^3/мин, по следующей формуле:

$$V_f = \frac{2\left(V_{30} - V_{7,5}\right)}{\sqrt{t_2} - \sqrt{t_1}} = \frac{2\left(V_{30} - V_{7,5}\right)}{2{,}739}, \tag{38}$$

где t_1 — время начального показания, мин;

t_2 — время окончательного показания, мин.

Все три данных параметра вычисляют на основе объема фильтрата, исправленного для площади фильтрации. Фильтрующая среда, обычно используемая в данных испытаниях, имеет половину площади фильтрации сред, используемых в стандартном испытании фильтрации при низком давлении. Удвоение объема фильтрата компенсирует данную разницу в площади. При необходимости константа (в данном случае равна 2) может быть изменена для компенсации испытаний, использующих другие площади фильтрации.

27.6.4 Отчет о фильтрационной корке

Измеряют и записывают толщину фильтрационной корки с точностью до ± 1,0 мм (1/32 дюйма). Включают описание, такое как твердость, мягкость, жесткость, гибкость, эластичность, устойчивость и т. д. Такое описание может передать важную информацию, несмотря на субъективность данных суждений.

28 Испытание буровых растворов на фильтрацию при высокой температуре/высоком давлении с помощью прибора для опеределения проницаемости и ячеек с резьбовыми заглушками

28.1 Принцип

28.1.1 Измерения поведения фильтрации и характеристик формирования глинистой корки на стенках скважины являются фундаментальными для контроля и обработки буровых растворов, также

как характеристики фильтрации самого бурового раствора, такие как концентрация нефти, воды или эмульсии.

28.1.2 Данные характеристики зависят от типа и количества твердых частиц в жидкости и их физико-химического взаимодействия. Прибор для определения проницаемости (PPA) представляет собой измененный фильтр-пресс с высокой температурой и высоким давлением, применяющийся для оценки данного взаимодействия в различных типах фильтрующих сред при давлениях до 34 500 кПа (5000 фунтов/кв. дюйм) и температурах от окружающей до 260 °С (500 °F). В качестве стандартного фильтра-пресса HTHP PPA является подходящим для использования в полевых и лабораторных условиях.

28.2 Соображения безопасности

28.2.1 Ограничение давления при использовании PPA зависит от применяемой ячейки для пробы. Существует два типа приемлемых ячеек: ячейки с резьбовыми заглушками и ячейки с заглушками, закрепляемыми стопорными винтами. Для данных ячеек существует пять различных номинальных параметров давления. Для безопасности является обязательным, чтобы лаборант точно знал максимальное рабочее давление испытательного оборудования и чтобы данное давление не превышалось. Если максимальное рабочее давлении неизвестно, следует проконсультироваться с изготовителем или использовать наименьший из возможных пределов.

28.2.2 Безопасная работа PPA требует, чтобы лаборант понимал и применял правильную сборку и работу оборудования. Несоответствующая сборка, неправильная работа или использование дефектных частей создает возможность утечки ячейки или отказа, который может привести к серьезным повреждениям или поломке оборудования.

28.2.3 Ячейка для пробы нагревается во время процедуры. Лаборанту следует знать о горячих поверхностях и избегать контакта с ними. В результате прикосновения к горячим частям оборудования во время нормального функционирования могут произойти ожоги.

28.2.4 Данные инструменты нагреваются за счет электрического тока. Как и в случае любого электрического устройства, если проводка повреждена или имеет дефекты, может возникнуть электрическое короткое замыкание, создающее риск пожара, травмы и повреждения оборудования. Данные инструменты следует использовать только при наличии заземления.

28.2.5 Для безопасной работы гидравлической системы установления избыточного давления следуют инструкциям по 28.2.5.1—28.2.5.3.

28.2.5.1 Убеждаются, что гидравлическое давление стравлено и что манометр на насосе показывает ноль перед:

a) отсоединением нагнетательного шланга от ячейки в случае быстродействующих сцепных соединений;

b) извлечением ячейки из нагревательной рубашки;

c) перемещением PPA;

d) повторным заполнением гидравлического насоса;

e) выполнением любого технического обслуживания, включая затягивание протекающих фитингов на гидравлическом насосе, фитингов гидравлической системы или сборки ячейки.

28.2.5.2 После повторного заполнения или ремонта гидравлической системы следует убрать любые остатки разлитого масла. Разлитое на полу масло представляет опасность. Кроме того, скопление разлитого масла около PPA является пожароопасным.

28.2.5.3 При сборке ячейки убеждаются, что уплотнительные кольца в заглушках посажены должным образом.

28.2.6 Для безопасного пневматического поддержания повышенного давления приемника противодавления следуют инструкциям по 28.2.6.1—28.2.6.4.

28.2.6.1 Всегда используют азот или углекислый газ для поддержания давления приемника противодавления. Для силикатных жидкостей используют только азот. Никогда не используют сжатый воздух, кислород или другой нерекомендуемый газ. Если используют азот, то азот должен поставляться в одобренном для азота газовом баллоне или система подачи азота должна быть встроена в лабораторию. Баллоны для азота хранят согласно требованиям безопасности. CO_2 обычно поставляют в малых баллончиках с давлением до 6200 кПа (900 фунтов/кв. дюйм). Прежде всего такие баллончики используют для полевых испытаний.

Примечания

1 Не следует допускать нагрев баллончиков с CO_2 или подвергать их действию огня. При перегреве они могут взорваться.

2 Не следует использовать баллончики с закисью азота в качестве источников давления для фильтрации HTHP. Под действием температуры и давления закись азота может взорваться в присутствии смазки, нефтяных или каменноугольных материалов. Баллончики с закисью азота должны использоваться только для карбонатного анализа на газоанализаторе Гарретта.

28.2.6.2 Поддерживают регуляторы и датчики давления в хорошем состоянии. Никогда не используют масло для регуляторов давления.

28.2.6.3 При утечках гидравлические или пневматические системы поддержания повышенного давления ремонтируют или заменяют. Приборы, фитинги и шланги поддерживают в рабочем состоянии, утечки находят и исправляют. Периодически испытывают предохранительный клапан на гидравлическом насосе для проверки надлежащего функционирования при превышении давления. Никогда не заглушают или не перепускают данный предохранительный клапан.

28.2.6.4 При подаче давления на сборку противодавления всегда сначала открывают нагнетающее давление, затем настраивают регулятор. Не управляют оборудованием при давлении свыше номинальных параметров оборудования или установки предохранительного клапана. При стравливании противодавления закрывают нагнетающее давление, стравливают давление из системы и затем отвинчивают Т-образный винт регулятора.

28.2.7 Для безопасного нагревания следуют инструкциям по 28.2.7.1—28.2.7.2.

28.2.7.1 Принимают меры предосторожности, чтобы избежать ранения при работе с PPA, который становится достаточно горячим для причинения серьезных ожогов. Никогда не следует оставлять горячий или нагревающийся PPA без присмотра.

28.2.7.2 Практика извлечения и охлаждения ячейки водой является опасной и ее следует избегать. Серьезные травмы могут быть получены от пара, образующегося при контакте горячей ячейки с водой, при прямом контакте с ячейкой или случайном падении ячейки.

28.2.8 Для безопасной электрической работы следуют инструкциям по 28.2.8.1 и 28.2.8.2.

28.2.8.1 Убеждаются, что источник электрического тока имеет плавкие предохранителя и заземление. Проверяют, что шнур питания на нагревательной рубашке в хорошем состоянии и заземлен.

28.2.8.2 Электрические неисправности в проводке или нагревателях могут не всегда обнаруживаться при визуальном осмотре. Первым признаком проблемы часто является перегорание предохранителей, размыкание прерывателей, удлиненное время нагрева или неустойчивые характеристики термостата. Никогда не начинают электрический ремонт без первоначального разъединения прибора от источника тока.

28.2.9 Для безопасного обслуживания испытательной ячейки пользователь должен знать, что фильтровальная ячейка является сосудом высокого давления и считается источником потенциальной опасности. Меры безопасности, перечисленные в 28.2.9.1—28.2.9.3, выполняют для гарантирования безопасной работы.

28.2.9.1 Материал ячейки должен быть совместимым с испытательными пробами.

28.2.9.2 Не используют ячейки, показывающие признаки серьезной точечной коррозии или растрескивания под напряжением.

28.2.9.3 Не используют ячейки, крышки ячеек или удерживающие кольца, показывающие признаки деформации или повреждения. Тщательно осматривают резьбу на наличие признаков повреждения.

28.3 Оборудование. Прибор для определения проницаемости (PPA) с резьбовыми заглушками

28.3.1 Ячейка PPA

28.3.1.1 Существуют два изготовителя PPA. Каждые поставляемые резьбовые заглушки для ячеек используются для испытаний при давлениях свыше 13 800 кПа (2000 фунтов/кв. дюйм). Доступны резьбовые заглушки с тремя различными номинальными параметрами давления: 20 700 (3000), 27 600 (4000) или 34 500 кПа (5000 фунтов/кв. дюйм). Инструкцию по эксплуатации или настоящий стандарт следует приложить к оборудованию. Лицам, незнакомым с оборудованием, следует ознакомиться с приложенной инструкцией перед использованием данного оборудования.

Примечание — Следуют рекомендациям изготовителя относительно максимальной температуры, давления и объема пробы. Отказ от следования рекомендациям может привести к серьезным травмам.

28.3.1.2 При получении от изготовителя PPA оборудуется клапанами, которые имеют номинальные параметры температуры до 260 °C (500 °F). Если возникает необходимость замены каких-либо

клапанов во время эксплуатации данного оборудования, требуется, чтобы заменяющиеся части были сконструированы для использования при температурах до 260 °С (500 °F) или более.

28.3.1.3 PPA разработан для получения улучшенных статических измерений фильтрации. PPA может работать при давлениях и температурах, преобладающих в стволе скважины, и позволяет использование фильтрующей среды для моделирования нефтеносных песчаных пластов. Ячейка для жидкости переворачивается давлением, подаваемым из основания ячейки, фильтрующая среда располагается сверху, и фильтрат собирается сверху. Малый ручной гидронасос подает давление в ячейку. Давление передается в пробу бурового раствора через плавающий поршень в пределах ячейки. Кольцевое уплотнение на поршне предотвращает смешивание гидравлического масла с пробой.

28.3.1.4 PPA может использовать множество фильтрующих сред, включая пористые керамические или металлокерамические диски, керны и пласты покрытых или непокрытых песков. Проницаемость керамических дисков доступна в пределах от $9{,}87 \cdot 10^{-16}$ м^2 до $9{,}87 \cdot 10^{-11}$ м^2 (от 100 мД до 100 Д). Использование сред, моделирующих вскрытые поверхности в песчаном пласте, совместно с использованием соответствующих испытательных давлений и температур предоставляет пользователю улучшенную картину того, что происходит в стволе скважины.

Для улучшения однородности испытательных условий и воспроизводимости результатов диски могут быть классифицированы путем использования собственной процедуры пользователя для испытания потока или процедуры по 28.3.2.7.

28.3.1.5 Испытательные давления обычно ограничиваются пределами безопасности ячейки, как определено изготовителем: 20 700 (3000), 27 600 (4000) или 34 500 кПа (5000 фунтов/кв. дюйм) при температуре 260 °С (500 °F). Приемник противодавления может использоваться при давлениях свыше 5170 кПа (750 фунтов/кв. дюйм). Если при испытании используют противодавление, может потребоваться уменьшение максимального испытательного давления, чтобы избежать превышения предела давления ячейки.

Крышки, показывающие признаки повреждения, не следует использовать, и их следует отклонить. Корпуса ячеек, показывающие признаки растрескивания под напряжением или серьезной точечной коррозии, не следует использовать.

28.3.1.6 Для температур свыше 93 °С (200 °F) приемник противодавления должен находиться под давлением для предотвращения кипения фильтрата. Стандартный приемник противодавления использует в качестве источника давления CO_2 для обеспечения противодавления. Азотный источник давления и коллектор распределения азота может быть заменой для CO_2.

28.3.1.7 Ячейка PPA помещается в термостатическую регулируемую алюминиевую нагревательную камеру во время нагревания и фильтрации. Данная камера полностью вмещает фильтрующую площадь, позволяя фильтрацию при любой желаемой температуре от окружающей до 260 °С (500 °F). Температура ячейки может быть измерена с помощью металлического палочного термометра, вставленного в специальное отверстие в стенке ячейки. Температура регулируется посредством кнопки на термостате. Градуированный диск имеет шкалу отсчета от 1 до 10. После достижения заданной температуры однажды она может быть повторена при установлении кнопки термостата в то же самое положение. Стандартные ячейки для фильтра-пресса PPA изготовляют из нержавеющей стали. Расход энергии для нагревательной рубашки PPA равен 800 Вт.

28.3.1.8 PPA может использоваться в лаборатории или в полевых условиях. Контейнер для переноски из нержавеющей стали с откидной рабочей полкой хорошо использовать для полевых условий.

28.3.2 Фильтрующая среда, диски из любого пористого материала, такого как керамика, металлокерамика или покрытый смолой песок, фракционированный песок или керн

28.3.2.1 Стандартная толщина дисков составляет 6,5 мм (0,25 дюйма), но более толстые диски могут использоваться при помощи адаптеров. Новый диск требуется для каждого испытания. Для проб буровых растворов на водной основе диски должны быть погружены в пресную воду или солевой раствор до состояния насыщения в течение от 5 до 30 мин. перед использованием. Для буровых растворов на нефтяной основе диск должен быть погружен в пробу базового масла в течение от 5 до 10 мин. перед использованием. Вакуумное насыщение должно использоваться для фильтрующих сред с низкой пористостью и проницаемостью.

Существует неизбежная изменчивость в размерах пор керамических дисков, обычно используемых в данных испытаниях. Следовательно, при выполнении сравнительных испытаний рекомендуется, чтобы диски испытывались и классифицировались для получения наилучшей однородности. Изготовители выполняют испытания контроля качества для классификации дисков и могут по запросу

предоставить пользователю средний диаметр поровых каналов и среднюю пористость. Пользователь может использовать простое испытание потока с пресной водой для дальнейшей классификации диска.

28.3.2.2 Другие типы дисков являются доступными, включая керны песков Верии с различной пористостью и проницаемостью. Пользователю следует отметить, что данные керны могут иметь некоторую изменчивость в пористости и проницаемости и что это может повлиять на воспроизводимость результатов испытаний. Керны могут быть вырезаны для установки в цилиндр оборудования и иметь толщину 6,5 мм (0,25 дюйма). При модификации цилиндра могут использоваться керны 25,4 мм (1 дюйм).

28.3.2.3 Покрытый смолой песок может быть изготовлен в виде твердого диска при выборе размера зерен песка для получения заданной проницаемости. Песок нагревается при 150 °С (300 °F) в течение от 1 до 3 ч в формах диаметром немного большим, чем нормальный диаметр диска, и толщиной 6,5 мм (0,25 дюйма) или 25,4 мм (1 дюйм). Формы должны быть покрыты силиконовой смазкой перед нагреванием.

28.3.2.4 Диски из покрытого смолой песка могут изготовляться для получения существенных различий в размерах поровых каналов и проницаемости, изменяя размеры зерен песка. Более грубые пески могут использоваться для получения фильтрующей среды для испытаний наполнителей для борьбы с поглощением, для использования при регулировании потери воды на фильтрацию в средах с жесткими условиями потери фильтрации.

28.3.2.5 Металлокерамические диски или металлические диски с прорезями могут использоваться для моделирования трещины или пластов с высокой проницаемостью. При оценке наполнителей для борьбы с поглощением, необходимых для закупоривания определенного пласта, размер поровых каналов диска следует выбирать аналогичным размеру поровых каналов пласта.

28.3.2.6 Песчаные пласты могут использоваться в качестве фильтрующей среды, если ячейка PPA оснащается фильтром на дне ячейки. Для большей воспроизводимости высоты песчаного пласта сначала определяют желаемую высоту пласта, а затем взвешивают количество песка, необходимого для получения данной высоты. Песчаный пласт должен быть погружен в основную жидкость перед испытанием. Если пользователь желает провести испытания по стандартной методике с фильтрующей средой вверху ячейки, покрытый смолой песок может быть помещен в ячейку, нагрет в течение от 1 до 3 ч при температуре 150 °С (300 °F), охлажден и затем перевернут для испытания.

28.3.2.7 Процедура для сравнения керамических дисков: устанавливают диск в ячейку PPA и заполняют ячейку водой. Используют прибор для определения воздухопроницаемости при закрытом верхнем клапане ячейки, регулируют давление от 28 до 31 кПа на проверочном манометре давлением до 200 кПа (30 фунтов/кв. дюйм). Открывают верхний клапан ячейки и регулируют давление до (14 ± 0,7) кПа [(2 ± 0,1) фунта/кв. дюйм]. После открытия клапана на дне ячейки регулируют давление с помощью верхнего клапана до (14 ± 0,7) кПа. Измеряют время для прохождения 300 $см^3$ воды с помощью мерного цилиндра вместимостью 500 $см^3$, измеряя время для вытекания жидкости от метки 100 $см^3$ до метки 400 $см^3$. Если PPT используется в целях сравнения, следует испытать несколько дисков, классифицировать диски и использовать таковые для аналогичных значений.

28.3.3 Счетчик времени с точностью измерения ± 0,1 мин в течение времени испытания.

28.3.4 Термометр со шкалой до 260 °С (500 °F).

28.3.5 Мерный цилиндр вместимостью 25 или 50 $см^3$ (*по ГОСТ 1770*).

28.3.6 Мешалка с высокой скоростью вращения.

28.4 Процедура для фильтрации при высокой температуре/высоком давлении (HTHP)

28.4.1 Предварительный нагрев нагревательной рубашки

28.4.1.1 Подсоединяют шнур питания к соответствующему напряжению, указанному на табличке прибора.

28.4.1.2 Поворачивают термостат до середины шкалы и помещают термометр с круговой шкалой и металлическим стержнем в отверстие для термометра в стенке нагревательной рубашки. Контрольная лампа включения загорится, когда температура нагревательной рубашки достигнет уставки термостата.

28.4.1.3 Устанавливают термостат на 6 °С (10 °F) выше заданной испытательной температуры.

28.4.2 Наполнение фильтровальной ячейки

28.4.2.1 Фильтровальная ячейка является сосудом высокого давления. Корпусы ячеек, показывающие признаки растрескивания под напряжением или серьезной точечной коррозии, не следует использовать. Процедуры по 28.4.2.2—28.4.2.15 должны выполняться для гарантирования безопасной работы.

28.4.2.2 Используют гаечный ключ для снятия заглушек. Затем вывинчивают ниппели из заглушек и извлекают поршень из ячейки.

28.4.2.3 Проверяют уплотнительные кольца на ниппелях, плавающем поршне, корпусе ячейки и заглушках. Заменяют любые поврежденные или хрупкие уплотнительные кольца [все уплотнительные кольца заменяют после испытаний при температурах свыше 150 °С (300 °F)]. Наносят тонкий слой смазки полностью вокруг всех уплотнительных колец, приняв необходимые меры для надлежащей смазки уплотнительных колец на поршне. Навинчивают плавающий поршень на Т-образный ключ и устанавливают поршень в основание ячейки, проработав его вверх и вниз для гарантирования, что поршень перемещается свободно (основание ячейки, загрузочный конец имеют меньшую проточку, чем вершина). Помещают поршень так, чтобы он располагался как можно ближе к основанию ячейки, затем отвинчивают ключ от поршня.

28.4.2.4 Заполняют пространство выше поршня гидравлическим маслом до торцевой поверхности.

28.4.2.5 Смазывают торцевые края внутренней поверхности ячейки, горизонтальную поверхность на торцах внутренней поверхности противозадирной присадкой и заполняют пространство выше поршня гидравлическим маслом до торцевой поверхности.

28.4.2.6 Смазывают резьбы термостойкой смазкой и завинчивают заглушку, умеренно затягивая ее двухштырьковым гаечным ключом. Сильный затяг не улучшает герметизацию и усложняет снятие заглушки.

28.4.2.7 Устанавливают гидравлическую заглушку на основание ячейки, нажав на шарик противодавления на ниппеле заглушки для нагнетательного патрубка ячейки для сброса давления, и позволяют крышке ввинтиться в ячейку более легко.

Немного масла вытечет из резьбового отверстия в заглушке, указывая на отсутствие воздуха между поршнем и заглушкой.

28.4.2.8 Соединяют сборку нижнего ниппеля со шлангом насоса и накачивают достаточно гидравлического масла для удаления воздуха из ниппеля. Затем, приняв меры предотвращения вытекания масла из ниппеля, соединяют сборку ниппеля с нижней крышкой ячейки и разъединяют шланг насоса.

Процедуры по 28.4.2.9—28.4.2.14 могут выполняться в предварительно нагреваемой рубашке или в ненагретой рубашке, если таковая является доступной или в специально сконструированном стенде.

28.4.2.9 Поворачивают ячейку вертикально и заполняют ее 275 $см^3$ бурового раствора. Для лучшей воспроизводимости результатов испытаний перемешивают буровой раствор в течение 5 мин. непосредственно перед загрузкой в ячейку. Данный объем учитывает расширение во время нагрева. Не следует превышать данный объем.

28.4.2.10 Повторно соединяют шланг насоса с быстросоединяемым соединением на ниппеле основания ячейки и закрывают клапан давления на насосе. Качают насос для поднятия уровня пробы бурового раствора до канавки уплотнительного кольца.

28.4.2.11 Устанавливают уплотнительное кольцо и вставляют выбранный керамический диск или другую фильтрующую среду выше уплотнительного кольца.

28.4.2.12 Устанавливают верхнюю заглушку в ячейку.

28.4.2.13 Смазывают резьбу и основание удерживающего кольца и навинчивают кольцо на вершину ячейки. Затягивают, при необходимости используя одноштырьковый гаечный ключ, так, чтобы наружная кромка удерживающего кольца находилась вровень с вершиной корпуса ячейки. Дальнейшее затягивание не улучшает герметизацию и усложняет снятие заглушки.

Данная процедура применяется только к ячейкам, использующим удерживающие кольца для верхних заглушек.

28.4.2.14 Устанавливают ячейку в нагревательную рубашку. Убеждаются, что подставка для ячейки выставлена наружу с помощью ручки, затем вставляют сборку ячейки и вращают ее так, чтобы штифт в основании нагревательной рубашки попал в отверстие в основании корпуса ячейки. Это предотвращает вращение ячейки.

28.4.2.15 Тепловое расширение содержимого ячейки и гидравлической жидкости является причиной быстрого повышения давления в ячейке, когда закрытую ячейку помещают в горячую нагревательную рубашку. Когда ячейку при комнатной температуре помещают в горячую нагревательную рубашку, насос быстро отсоединяют для выпускания гидравлической жидкости для предотвращения избыточного давления. Во время нагревания давление в ячейке контролируют, периодически выпуская излишки жидкости.

28.4.3 Подача давления в ячейку

28.4.3.1 Фильтрация при температурах свыше точки кипения пробы жидкости требует использования приемника противодавления для предотвращения испарения фильтрата. Также требуется, чтобы проба была под давлением для предотвращения закипания. По таблице 3 определяют давление, соответствующее испытательной температуре, и используют гидравлический насос для нагнетания данного давления в ячейку. Если используют ручной насос, его следует качать со скоростью один ход поршня в секунду.

28.4.3.2 Во время нагревания ячейки используют следующую процедуру для подготовки приемника противодавления.

a) Проверяют, что Т-образный винт регулятора вращается против часовой стрелки достаточно для сброса давления. Когда давление сброшено, винт вращается свободно.

b) Открывают предохранительный клапан для сброса любого остаточного давления и извлекают гильзу баллончика с CO_2 из датчика давления. Избавляются от пустого баллончика, заменяют его новым и затягивают гильзу так, чтобы проколоть баллончик. Не настраивают регулятор во время данной процедуры (см. 28.4.3.6).

c) Проверяют, что предохранительный клапан на сборке CO_2 и клапан для вытекания фильтрата закрыты.

d) Откладывают сборку противодавления. Инструкции по ее установке приведены в 28.4.3.4.

28.4.3.3 Следят за температурой ячейки с помощью термометра в отверстии в стенке ячейки, отличном от отверстия в нагревательной рубашке. Когда ячейка достигает заданной температуры, понижают термостат для уменьшения температуры рубашки до испытательной температуры. Держат ячейку при заданной температуре до завершения теплового расширения и прекращения повышения давления в ячейке. Данная процедура может занять 1 ч.

28.4.3.4 При заданной температуре и стабилизированном давлении в ячейке монтируют приемник противодавления на адаптере верхнего клапана. Закрепляют приемник с помощью установочного штифта. Устанавливают сборку подачи давления CO_2 на вершине приемника. Закрепляют сборку подачи давления CO_2 на месте с помощью другого установочного штифта.

28.4.3.5 Если используют сливной шланг для фильтрата, соединяют им спускной клапан и мерный цилиндр, в который сливается фильтрат.

Для получения точных измерений пространство от фильтрующей среды до выхода приемника противодавления и клапана приемника заполняют основной жидкостью перед началом испытания. Это гарантирует, что жидкость, проходящая через фильтр, перемещает равный объем жидкости в приемник. Отказ от выполнения данной процедуры может привести к существенной погрешности.

28.4.3.6 Обращаются к таблице 3 для определения соответствующего давления для приемника противодавления и подают его, отрегулировав Т-образный винт на регуляторе давления.

28.4.3.7 Приводят в действие насос для повышения давления в ячейке до заданного уровня, затем открывают клапан между ячейкой и приемником противодавления для начала испытания.

Перепад фильтрационного давления является разностью между давлением, подаваемым в ячейку, и давлением, поддерживаемым в приемнике противодавления.

28.4.4 Проведение испытания фильтрации

28.4.4.1 Проверяют, что противодавление по показаниям манометра регулятора давления правильное. Регулируют при необходимости.

28.4.4.2 Устанавливают счетчик времени для заданного времени испытания фильтрации. Фильтрат собирают через 1; 7,5 и 30 мин., и его объем записывают. При желании данные собирают через дополнительные интервалы времени. Не следует брать пробы до истечения времени 1 мин. Точно записанные время испытания и измерения фильтрата необходимы для точного вычисления параметров фильтрации.

Для лучшего определения мгновенной водоотдачи собирают фильтрат через 1; 5; 7,5; 15; 25 и 30 мин. и отображают суммарные объемы фильтрата по отношению к квадратному корню времени.

28.4.4.3 Открывают клапан фильтрации для начала испытания. Давление в ячейке, указанное на манометре насоса, первоначально будет падать. Насос используют по мере необходимости для поддержания давления на заданном уровне. Если используют ручной насос, его качают со скоростью один ход поршня в секунду.

28.4.4.4 После заданного интервала времени используют сливной клапан для слива фильтрата из приемника противодавления в мерный цилиндр. Записывают время и суммарный объем.

28.4.4.5 Давление в ячейке может немного понизиться при продолжении испытания вследствие потери объема при фильтрации. Дополнительное давление нагнетают в ячейку для поддержания

постоянного давления. Поддерживают заданное давление в ячейке и приемнике противодавления во время испытания.

Рекомендуется сливать фильтрат непосредственно из приемника противодавления без использования сливного шланга, соединенного с ним. Если используют шланг, его длина должна быть уменьшена для снижения погрешности, вызванной задержкой жидкости на его внутренней поверхности.

28.4.4.6 После 30 мин. закрывают фильтрующий клапан и сливают остатки фильтрата из приемника противодавления в мерный цилиндр. Записывают суммарный объем фильтрата в мерном цилиндре.

28.5 Заключение по испытанию и разборка

28.5.1 Отсоединяют нагревательную рубашку от источника энергии.

Температуру пробы в ячейке понижают до 38 °С (100 °F) для безопасного открывания ячейки.

28.5.2 Сборка ячейки, находящаяся под давлением, охлаждается в нагревательной рубашке. При выполнении данных испытаний с достаточной частотой могут быть обеспечены охлаждающий стенд, блок или баня для ускорения процесса охлаждения. Доступен инструмент для держания ячейки, которым пользуются при обращении с горячей ячейкой.

Особое внимание уделяют при охлаждении горячих ячеек.

Если рекомендуется данная процедура, она создает трудности при выполнении более одного испытания в один 8-часовой рабочий день с одним РРА. Для повышения производительности может быть полезным проектирование собственных процедур для охлаждения ячейки и оборудования. Учитывают соображения безопасности в данных конструкциях.

28.5.3 Изолируют сборку противодавления от источника давления, повернув Т-образный винт на регуляторе против часовой стрелки до тех пор, пока винт не будет поворачиваться свободно.

28.5.4 Стравливают давление из приемника противодавления, открыв предохранительный клапан на сборке CO_2.

28.5.5 После удаления замыкающего штифта извлекают сборку CO_2 из адаптера верхнего ниппеля.

28.5.6 Извлекают приемник противодавления после удаления его замыкающего штифта.

28.5.7 Открывают клапан на гидравлическом насосе для сброса давления в ячейке, затем разъединяют быстродействующее сцепное соединение.

28.5.8 Открывают клапан фильтрации для сброса давления, оставшегося между фильтром ячейки и приемником противодавления.

28.5.9 Если существуют показания, что в ячейке остается давление и видимая заглушка не находится в самом нижнем положении, следующая процедура может использоваться для определения положения плавающего поршня.

Извлекают сборку быстрого соединения из заглушки в основании ячейки и вставляют малое сверло или провод через заглушку для определения того, что плавающий поршень находится в основании.

Если поршень не находится в основании, то давление отсутствует. Если поршень находится в основании, то в ячейке может оставаться давление.

Повторно соединяют гидравлический насос и несколько раз прокачивают его для перемещения поршня. Если ячейка находится под давлением, то это будет очевидным по усилию, требуемому для перемещения поршня.

28.5.10 Если существуют признаки, что ячейка все еще находится под давлением, полностью извлекают сборку фильтрующих клапанов из ячейки и вставляют малое сверло или провод в крышку ячейки для удаления преграды. Сверло или провод остановятся при достижении фильтрующего диска. Надевают перчатки и убеждаются, что отверстие направлено в сторону от лаборанта, когда вставляют сверло или провод.

Ячейку открывают, только когда лаборант полностью уверен, что содержимое ячейки больше не находится под давлением.

28.5.11 Поднимают или извлекают сборку ячейки. При желании ячейка может быть поднята в нагревательной рубашке, для этого необходимо взяться за сборку клапанов фильтрации или использовать дополнительный инструмент для захвата ячейки. Прикладывают данный инструмент к ниппелю входного отверстия противодавления выше клапана фильтрации, где обычно присоединяется приемник противодавления. Закрепляют его, используя замыкающий штифт стержня клапана. Ячейка может поддерживаться на основании для ячейки или поднята из нагревательного отверстия и положена на скамью при открытии.

28.5.12 Извлекают резьбовые заглушки, используя гаечный ключ. При затруднении необходимо осуществить это действие с помощью рывка. Трудность извлечения резьбовой заглушки появляется

при недостаточном смазывании, чрезмерном затягивании или недостаточной очистке. Может потребоваться стукнуть по ключу для начала отвинчивания. Трудности при открывании являются показателем недостаточной смазки, сильного затягивания или недостаточной очистки. Может потребоваться использование подходящего фиксирующего приспособления, такого как тиски с зажимными губками из мягкого металла, цепной ключ, ленточный ключ или аналогичное устройство, для фиксации ячейки во время отвинчивания.

28.5.13 Располагают ячейку фильтром вверх и отвинчивают верхнюю крышку.

28.5.14 Извлекают фильтрующий диск. Используют маленький нож, маленькую отвертку или подобные инструменты с тонким лезвием для поднятия края диска вверх, затем извлекают диск и фильтрационную корку. При необходимости осторожно промывают фильтрационную корку пресной водой или базовым маслом, если проба на нефтяной основе, затем измеряют и записывают ее толщину. Записывают примечания касательно состава и текстуры фильтрационной корки.

28.5.15 Переливают оставшуюся жидкость из ячейки. Промывают внутреннюю часть ячейки пресной водой или подходящим растворителем, если проба на нефтяной основе. Обычно не является необходимым извлечение плавающего поршня и заглушки в основании ячейки, если последнее испытание не проводилось при температуре 150 °C (300 °F) или более.

Когда испытания проводятся при температурах свыше 150 °C (300 °F), заменяют уплотнительные кольца.

28.5.16 Выполняют следующую процедуру для замены уплотнительных колец на плавающем поршне и заглушке в основании ячейки:

a) Извлекают заглушку в основании ячейки согласно процедуре, приведенной в 28.5.12 и 28.5.13, за исключением того, что положение ячейки перевернуто и используется двухштырьковый гаечный ключ.

b) Извлекают плавающий поршень. Завинчивают Т-образный ключ в плавающий поршень и надавливают или тянут для скольжения поршня из любого конца ячейки. Следует отметить, что плавающий поршень может быть извлечен через верхний край без удаления заглушки в основании ячейки. Извлекают и избавляются от всех уплотнительных колец на поршне и заглушке.

c) Очищают части для повторного использования.

28.6 Отчет о полученных данных

28.6.1 Отчет о фильтрате

Представляют отчет о фактическом суммарном объеме фильтрата ($см^3$), собранного во время каждого из выбранных интервалов времени

28.6.2 Мгновенная водоотдача

Мгновенная водоотдача (см. 3.6) может быть выведена в виде отрезка, отсекаемого на оси *Y* прямой линией, представляющей уровень статической фильтрации, когда квадратный корень времени фильтрации отображается вдоль оси *X*, и объем фильтрата [удвоенный для исправления площади фильтрации при использовании фильтрующей среды с площадью 22,6 $см^2$ (3,5 $дюйм^2$)] отображается вдоль оси *Y*. В качестве альтернативы приблизительное значение может быть вычислено по формуле (37).

Для более точного определения мгновенной водоотдачи собирают и записывают фильтрат более часто и отображают данные в соответствии с 27.4.4.1, второй абзац.

28.6.3 Расчет

Вычисляют объем испытания на проницаемость, мгновенную водоотдачу, статическую скорость фильтрации по формулам (36), (37) и (38) соответственно.

28.6.4 Отчет о фильтрационной корке

Измеряют и записывают толщину фильтрационной корки с точностью до ± 1,0 мм (1/32 дюйма). Включают описание, такое как твердость, мягкость, жесткость, гибкость, эластичность, устойчивость и т. д. Такое описание может передать важную информацию, несмотря на субъективность данных суждений.

Приложение ДА
(справочное)

Перечень технических отклонений

Таблица ДА.1 — Технические отклонения и разъяснения

Структурный элемент (раздел, подраздел, пункт, подпункт, таблица, приложение)	Модификация
Раздел 4	Заменить единицу измерения: «в миллилитрах (мл)», «в микрограммах на кубический сантиметр (мкг/см^3)» на «в кубических сантиметрах (см^3)» и «миллипаскаль-секундах (мПа·с)» соответственно по всему тексту
Пояснение — размерность обозначена в системе СИ.	
Пункт 5.2.1	Заменить единицу измерения: «мл» на «см^3» по всему тексту
Пояснение — размерность обозначена в системе СИ.	
Пункт 5.6.5 Таблица 2	Исключить сноску и примечание: «Неисправленное показание ареометра, см»[a], «Основываются на показаниях ареометра ASTM № 151H согласно ASTME100, градуированного для снятия показаний (относительной) плотности суспензии»
Пояснение — данный стандарт не применятся на территории РФ и СНГ, применяется собственная система классификации ареометров.	
Пункты 14.2.2, 14.2.3, 14.2.4	Исключить: «CAS № 7647-14-5, CAS № 7778-18-9, CAS № 1310-73-2, CAS № 7789-00-6, CAS № 7761-88-8»
Пояснение — данная система классификации реагентов и материалов не имеет широкого распространения на территории РФ и СНГ и тривиальных и химических названий с указанием степени чистоты (если необходимо) достаточно для идентификации.	
Подраздел 15.1	Заменить формулировку: «Настоящий раздел предоставляет краткое описание методов испытаний ASTM, которые были пересмотрены подкомитетом API 13 «Материалы для буровых растворов» и признаны приемлемыми для испытаний базовых масел, используемых в буровых растворах и жидкостях для глушения скважины на нефтяной основе. Если процедура также описывается в международном стандарте как более общий случай, то международный стандарт имеет преимущество по отношению к национальному стандарту, такому как ASTM или IP. Национальные стандарты (ASTM, IP) предоставляются в случае единственной процедуры» на «Настоящий раздел предоставляет краткое описание методов испытаний ГОСТ, признанных приемлемыми для испытаний базовых масел, используемых в буровых растворах и жидкостях для глушения скважины на нефтяной основе»
Пояснение — данные изменения обусловлены наличием собственной системы стандартизации в РФ и странах СНГ и обусловлены ее особенностями.	
Подразделы 15.3, 15.4, 15.5	Заменить: «15.3 Плотность, относительная плотность (удельный вес) или плотность в градусах API (см. ISO 3675) 15.3.1 Принцип Данный метод распространяется на лабораторное определение плотности, относительной плотности (удельного веса) или плотности в

Продолжение таблицы ДА.1

Структурный элемент (раздел, подраздел, пункт, подпункт, таблица, приложение)	Модификация
Подразделы 15.3, 15.4, 15.5	градусах API сырой нефти, нефтепродуктов или смесей нефтепродуктов с другими веществами, находящимися в жидкой фазе при нормальных условиях и имеющих давление паров по Рейду 180 кПа (1,8 бар; 26 фунтов/кв. дюйм) или менее (см. ISO 3007). Значения измеряются ареометром при удобных температурах, показания плотности, относительной плотности (удельного веса) и плотности в градусах API уменьшаются до температуры 16 °С (60 °F) в соответствии с переводными таблицами для нефтепродуктов, приведенными в ISO 91-1. Посредством данных таблиц значения, определенные в любой из трех систем измерения, могут быть преобразованы в эквивалентные значения любой из других двух систем. В промышленности буровых растворов наиболее широко применяются единицы относительной плотности (удельного веса). 15.3.2 Краткое описание метода Проба доводится до заданной температуры и перемещается в цилиндр, имеющий аналогичную температуру. Соответствующий ареометр погружается в пробу. После установления температурного равновесия считываются показания ареометра и записывается температура пробы. При необходимости цилиндр и его содержимое могут быть помещены в водяную баню с постоянной температурой для предотвращения колебаний температуры во время испытания. 15.4 Определение плотности и относительной плотности жидкостей с помощью цифрового денситометра (см. ASTMD 4052) 15.4.1 Принцип Данный метод распространяется на определение плотности или относительной плотности дистиллятов перегонки нефти и вязких масел, которые находятся в жидком состоянии при испытательных температурах от 16 до 35 °С (от 60 до 95 °F). Применение данного метода ограничивается жидкостями с давлениями паров менее 80 кПа (11 фунтов/кв. дюйм) и вязкостью менее 0,015 $м^2/с$ при температуре испытания. Данный метод не следует применять к пробам с темным цветом, в которых не может быть точно установлено отсутствие воздушных пузырей в ячейке для пробы. 15.4.2 Краткое описание метода Проба жидкости объемом 0,7 мл вводится в колеблющуюся трубку для пробы цифрового денситометра. Изменение в частоте колебания, вызванное изменением массы трубки, используется совместно с градуировочными данными для определения плотности пробы. 15.5 Кинематическая вязкость прозрачных и непрозрачных масел — метод калиброванной капиллярной трубки (см. ISO 3104) 15.5.1 Принцип Данный метод распространяется на определение кинематической вязкости (мера сопротивления потоку под действием силы тяжести) жидких нефтепродуктов, прозрачных и непрозрачных, с помощью измерения времени, необходимого для протекания данного объема жидкости через калиброванный стеклянный капиллярный вискозиметр. Динамическая вязкость может быть получена умножением измеренной кинематической вязкости на плотность жидкости. 15.5.2 Краткое описание метода Время в секундах измеряется для фиксированного объема пробы жидкости для протекания через капилляры калиброванного вискозиметра под действием воспроизводимого давления столба жидкости при регулируемой температуре. Кинематическая вязкость представляет собой произведение измеренного времени для вытекания и калибровочной константы вискозиметра. Испытательными температурами наиболее часто выбираются 40 и 70 °С (105 и 160 °F) для базовых масел, за исключением случаев, когда данные температуры могут вызвать опасность воспламенения или вспышки во время испытания» на

Продолжение таблицы ДА.1

Структурный элемент (раздел, подраздел, пункт, подпункт, таблица, приложение)	Модификация
Подразделы 15.3, 15.4, 15.5	«15.3 Определение плотности ареометром (см. ГОСТ 3900) 15.3.1 Принцип Сущность метода заключается в погружении ареометра в испытуемый продукт, снятии показания по шкале ареометра при температуре определения и пересчете результатов на плотность при температуре 20 °С. 15.3.2 Краткое описание метода Пробу доводят до заданной температуры и перемещают в цилиндр, имеющий аналогичную температуру. Соответствующий ареометр погружают в пробу. После установления температурного равновесия считывают показания ареометра и записывают температуру пробы. При необходимости цилиндр и его содержимое могут быть помещены в водяную баню с постоянной температурой для предотвращения колебаний температуры во время испытания. 15.4 Определение плотности и относительной плотности пикнометром (см. ГОСТ 3900) 15.4.1 Принцип Метод основан на определении относительной плотности — отношения массы испытуемого продукта к массе воды, взятой в том же объеме и при той же температуре. Так как за единицу массы принимают массу 1 $см^3$ воды при температуре 4 °С, то плотность, выраженная в граммах на кубический сантиметр, будет численно равна плотности по отношению к воде при температуре 4 °С. 15.4.2 Краткое описание метода Предварительно взвешивают пустой пикнометр и пикнометр с водой заданной температуры. Пробу доводят до заданной температуры и перемещают в пикнометр, имеющий аналогичную температуру. После этого считывают показания массы пикнометра с пробой и записывают температуру пробы. При необходимости пикнометр и его содержимое могут быть помещены в водяную баню с постоянной температурой для предотвращения колебаний температуры во время испытания. Определение плотности проводят путем вычисления плотности пробы и ее отношения к плотности воды при той же температуре по разности масс. 15.5 Определение плотности и относительной плотности пикнометром с капилляром в пробке и меткой (см. ГОСТ 3900) 15.5.1 Принцип Метод применяют для определения плотности нефти, жидких и твердых нефтепродуктов, а также гудронов, асфальтов, битумов, креозота и смеси этих продуктов с нефтепродуктами, кроме сжиженных и сухих газов, получаемых при переработке нефти и легколетучих жидкостей, давление насыщенных паров которых, определенное по ГОСТ 1756, превышает 50 кПа или начало кипения которых ниже 40 °С. Плотность продуктов определяют при температуре 20 °С. 15.5.2 Краткое описание метода Предварительно взвешивают пустой пикнометр и пикнометр с водой заданной температуры. Пробу доводят до заданной температуры и перемещают в пикнометр, имеющий аналогичную температуру. После этого считывают показания массы пикнометра с пробой и записывают температуру пробы. При необходимости пикнометр и его содержимое могут быть помещены в водяную баню с постоянной температурой для предотвращения колебаний температуры во время испытания. Определение плотности проводят путем вычисления плотности пробы и ее отношения к плотности воды при той же температуре по разности масс»
Примечание — Данные изменения обусловлены наличием собственной системы стандартизации в Российской Федерации и собственными стандартами по данным методам, заменяющими указанные в исходном стандарте.	

Окончание таблицы ДА.1

Структурный элемент (раздел, подраздел, пункт, подпункт, таблица, приложение)	Модификация
Подразделы 15.8, 15.9	Заменить: «15.8 Точка кристаллизации (см. ISO 3016) 15.8.1 Принцип Испытания для определения точки кристаллизации предназначаются для любых углеводородных масел. Процедура, подходящая для темных масел, цилиндровых масел и мазутов, приведена в ISO 3016. 15.8.2 Краткое описание метода После предварительного нагревания проба охлаждается при заданной скорости и исследуется в промежутках через 3 °C (5 °F) на характеристики текучести. Наименьшая температура, при которой наблюдается движение масла, записывается как точка кристаллизации. 15.9 Температура вспышки в закрытом тигле Пенски-Мартенса (см. ISO 2719) 15.9.1 Принцип Данный метод распространяется на определение температуры вспышки в закрытом тигле Пенски-Мартенса мазута, суспензий твердых частиц, жидкостей, которые формируют поверхностную пленку при испытательных условиях, и прочих жидкостей. Данный метод не рекомендуется для испытаний эмульсий воды и нефти, таких как буровые растворы. 15.9.2 Краткое описание метода Проба масла нагревается в тигле при медленной, постоянной скорости с непрерывным перемешиванием. Маленькое пламя направляется в тигель через определенные интервалы времени без прерывания перемешивания. Температурой вспышки является наименьшая температура, при которой применение испытательного пламени вызывает возгорание паров пробы» на «15.8 Определение анилиновой точки и ароматических углеводородов (см. ГОСТ 12329) 15.8.1 Принцип Метод определения анилиновой точки нефтепродуктов и углеводородных растворителей с началом кипения выше комнатной температуры, анилиновая точка которых ниже температуры начала кипения и выше температуры застывания смеси (анилин-проба), а также метод определения ароматических углеводородов. Определение ароматических углеводородов методом анилиновых точек основано на определении температур взаимного растворения равных объемов анилина и растворителя до и после удаления из растворителя ароматических углеводородов. 15.8.2 Краткое описание методов Заданные объемы анилина и пробы масла (или анилина) помещают в трубку и перемешивают механическим способом. Смесь нагревают при контролируемой скорости до тех пор, пока данные две фазы не станут смешивающимися. Затем смесь охлаждают при контролируемой скорости и температуре, при которой две фазы начинают отделяться и проявляется помутнение, записывают этот момент как анилиновая точка. 15.9 Температура помутнения, начала кристаллизации и кристаллизации (см. ГОСТ 5066) 15.9.1 Принцип Испытания для определения температуры помутнения, начала кристаллизации и кристаллизации для любых углеводородных масел. 15.9.2 Краткое описание метода Сущность метода состоит в охлаждении пробы топлива и определении температуры помутнения, появления первых кристаллов, исчезновения кристаллов углеводородов»
Примечание — Данные изменения обусловлены наличием собственной системы стандартизации в Российской Федерации и собственными стандартами по данным методам, заменяющими указанные в исходном стандарте.	

Приложение ДБ
(справочное)

Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Таблица ДБ.1 Сравнение структуры международного стандарта со структурой межгосударственного стандарта

Структура международного стандарта			Структура межгосударственного стандарта		
Подраздел	Пункт	Подпункт	Подраздел	Пункт	Подпункт
15.10	—	—	15.10	—	—
	15.10.1	15.10.1.1		15.10.1	—
	—	15.10.1.2		—	—
	—	15.10.1.3		—	—
	15.10.2	—		15.10.2	—
	15.10.3	—		—	—
Примечание — Сравнение структур стандартов приведено начиная с подраздела 15.10, так как предыдущие разделы стандарта и их иные структурные элементы (за исключением предисловия) идентичны.					

Библиография

[1] Стандарт АНИ 13Б-1:2009 (API RP 13B-1:2009) — Рекомендуемая практика для полевых испытаний на водной основе буровых растворов (Recommended Practice for Field Water Based Drilling Fluids)

[2] Стандарт АНИ 13I:2004 (API RP 131:2004) — Рекомендуемая практика для лабораторных испытаний буровых растворов (Recommended Practice for Laboratory Testing of Drilling Fluids)

[3] Стандарт АНИ13К:2010 (API RP 13K:2010) — Рекомендуемая практика для химического анализа барита (Recommended Practice for Chemical Analysis of Barite)

[4] Вестник Бюро стандартов — Бингем и Джексон (BINGHAM и JACKSON, 14, стр. 75, 1918)

[5] Исследование — Текучесть и пластичность (BINGHAM, Fluidity and Plasticity, McGraw Hill, New York, 1992, стр. 340)

[6] Стандарт АСТМ Д422—63 (ASTMD422—63) — Стандартный метод испытаний для гранулометрического анализа почв (Standard Test Method for Particle)

[7] ИСО 13500:2008 (ISO 13500:2008) — Промышленность нефтяная и газовая. Материалы для приготовления буровых растворов. Технические требования и испытания (Petroleum and natural gas industries — Drilling fluid materials — Specifications and tests)

[8] Стандарт АСТМ Е100—15 (ASTME100—15) — Стандартные спецификации для ареометров ASTM (Standard Specification for ASTM Hydrometers)

УДК 665.01:006.354 МКС 75.060 MOD

Ключевые слова: буровые растворы, лабораторные испытания, отбор проб, реактивы, испытания

Редактор *И.В. Кириленко*
Корректор *Е.Р. Ароян*
Компьютерная верстка *Ю.В. Поповой*

Сдано в набор 11.07.2016. Подписано в печать 12.08.2016. Формат 60 × 84$^{1}/_{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 11,63.

Набрано в ИД «Юриспруденция», 115419, Москва, ул. Орджоникидзе, 11.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

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

gost.e-ecolog.ru