

ICS 75.020

E 13

备案号:

Q/SH

中国石油化工集团公司企业标准

Q/SH 0041—2007

钻井液用重晶石粉技术要求

2007-03-01 发布

1.1.1.1 2007-03-01 实施

中国石油化工集团公司 发布

前 言

本标准由中国石油化工股份有限公司科技开发部提出并归口。

本标准起草单位：中原油田分公司技术监测中心。

本标准主要起草人：张华、孙明卫、刘伟、吉帅志、朱惠骧、王桂荣、谢勇军、张月华。

钻井液用重晶石粉技术要求

1 范围

本标准规定了钻井液用重晶石粉的要求、试验方法、检验规则、包装、标志、质量检验单及使用说明书。

本标准适用于油井和气井钻井液用重晶石粉的准入、采购、质量监督检验、入库验收和性能评价。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

SY/T 5677 钻井液用滤纸

3 要求

重晶石粉应符合表1中规定的技术指标。

附录 A 技术指标

项目	指 标		
	一级	二级	
密度, g/cm ³ ≥	4.20	4.00	
水溶性碱土金属(以钙计), mg/kg ≤	250		
75μm 筛余物质量分数, % ≤	3.0		
小于 6 μm 颗粒, % ≤	30		
粘度效应, mPa·s	加硫酸钙前 ≤	130	150
	加硫酸钙后 ≤		

4 试验方法

4.1 仪器与设备

仪器与设备包括:

- a) 烘箱: 量程为室温至 200℃, 控温灵敏度为 ±2℃;
- b) 李氏密度瓶;
- c) 透明恒温槽: 控温范围在 ±0.1℃(配有加热和循环辅助设备的 40 L 水槽或功能等效物);
- d) 天平: 精度为 0.01 g;
- e) 振荡器;
- f) 搅拌器: 负载转速为 11000 r/min ± 300 r/min, 转轴应装有单正弦波形的叶片, 叶片直径约 25 mm, 且其凹面朝上;
- g) 搅拌杯: 深 180 mm, 上口内径 97 mm, 下底内径 70 mm;
- h) 湿筛器: 带有压力表、喷嘴、75μm 孔径的筛网等;
- i) 橡胶塞: 13 号;
- j) 密度计: 具有读悬浮液密度的刻度;

k) 泥浆密度秤： 2.0 g/cm³~3.0 g/cm³。

4.2 试剂与材料

试剂与材料包括：

- a) 无水煤油：市售煤油 5 kg，加入无水氯化钙 200 g，摇动 5 min 后放置 24 h。取上层清液(如浑浊应过滤)；
- b) EDTA 水溶液： 3.12 g±0.01 g 二水合乙二胺四乙酸二钠盐，在容量瓶中用去离子水稀释至 1000 mL，使用前标定；
- c) 缓冲溶液： 63.5 g±0.01 g 氯化铵及 510 mL±1 mL 15 mol/L 的氢氧化铵溶液。在容量瓶中用去离子水稀释至 1000 mL；
- d) 铬黑 T 指示剂：称取 0.5 g 铬黑 T，加 20 mL 三乙醇胺，加水稀释至 100 mL；
- e) 六偏磷酸钠：化学纯；
- f) 分散剂溶液：每 1000 mL 溶液含 40 g±0.1 g 六偏磷酸钠(化学纯)和 3.6 g±0.1 g 无水碳酸钠(化学纯)。用碳酸钠来调节溶液的 pH 值至约 9.0；
- g) 去离子水或蒸馏水；
- h) 硫酸钙：化学纯；
- i) 薄纱纸：吸收剂；
- j) 滤纸：符合 SY/T 5677 的规定。

4.3 密度

4.3.1 在干燥的李氏瓶中加入无水煤油，至零刻度线下约 2 mL。在木棒上斜卷薄纱纸，将李氏瓶颈部的内表面擦干。木棒及薄纱纸不得与瓶内煤油接触。

4.3.2 将李氏瓶直立放入恒温槽中。槽中水面应高出瓶颈的 24 mL 刻度线，但应低于瓶塞位置。用夹子或重物确保李氏瓶稳定。

4.3.3 使李氏瓶及其所盛液体恒温 (35°C±0.1°C) 至少 1 h。用放大镜仔细观察弯月面的位置，读出初始体积，读准至 0.05 mL，但不允许将李氏瓶取出恒温槽读数。

图 如果恒温后煤油液面不在-0.2 mL至+1.2 mL范围内，则用移液管添加或移出一些煤油，以使液面落在该范围内。该瓶子恒温至少1 h，记录初始体积。

4.3.4 从恒温槽中取出李氏瓶；擦干并取下瓶塞。

4.3.5 在干燥的 100 mL 烧杯中称取约 80 g (称准至 0.01 g) 在 105°C±2°C 干燥 2 h 的重晶石粉，通过干燥洁净的短颈漏斗将重晶石粉一点一点地加入到李氏瓶中，盖好瓶塞。

4.3.6 必要时轻拍瓶颈部或同时仔细摇动，以刷下粘在瓶壁上的重晶石粉。不要使煤油接触磨口玻璃塞与瓶子的接触面。

4.3.7 沿着一个斜度不超过 45° 的光滑平面缓缓滚动瓶子，或将直立的瓶子放在两手掌间快速转动以除去重晶石粉样品中夹带的空气。重复上述步骤，直到看不见重晶石粉中再有气泡出现为止。

4.3.8 将李氏瓶放回恒温槽中，继续恒温 35°C±0.1°C 至少 30 min。

4.3.9 将李氏瓶从恒温槽中取出，重复 4.3.7 实验步骤，以除去重晶石粉中的所有残留空气。

4.3.10 再次将李氏瓶放回恒温槽中，继续恒温 35°C±0.1°C 至少 1 h。

4.3.11 按照 4.3.3 中所述的方式读出最终体积。

4.3.12 按式(1)计算重晶石粉的密度：

$$\rho = \frac{m}{V_1 - V_0} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

ρ ——重晶石粉的密度，单位为克每立方厘米(g/ cm³)；

m ——加入重晶石粉的质量，单位为克 (g) ；

V_1 ——李氏瓶的最终体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——李氏瓶的初始体积，单位为毫升（mL）。

4.4 水溶性碱土金属(以钙计)

4.4.1 称取 $100\text{ g} \pm 0.05\text{ g}$ 干燥过的重晶石粉，放入 250 mL 具塞锥形瓶中，加入 $100\text{ mL} \pm 1\text{ mL}$ 去离子水。盖好瓶塞，在 1 h 内振摇 4 次~6 次，每次不间断地振摇 5 min。或者用振荡器振摇 20 min~30 min。

4.4.2 振摇之后，用低压滤失仪(或过滤漏斗)加两层滤纸将悬浮液过滤，将滤液收集到一玻璃容器中。

4.4.3 加 $50\text{ mL} \pm 1\text{ mL}$ 去离子水至 150 mL (或 100 mL)锥形瓶中。加约 2 mL 缓冲液和 3~5 滴铬黑 T 指示剂，以达到明显的蓝色。摇动使之混匀。如此时溶液具有明显蓝色以外的颜色，则表明设备、水有污染。寻找并消除污染源并再重新进行实验。

4.4.4 用移液管移取 10 mL 滤液至锥形瓶中，摇匀。若溶液呈蓝色则表明钙、镁为零，实验结束。如果有钙和镁存在将出现酒红色。

4.4.5 如果钙、镁存在，开始摇动锥形瓶并用 EDTA 溶液滴定至蓝色终点。滴定的终点最好是再加 EDTA 不再产生由红到蓝的颜色变化的时刻。产生蓝色终点时所消耗 EDTA 的体积将用于 4.4.7 中的计算。

4.4.6 如果终点不清晰或达不到终点，应进行其他实验，并记下所用方法及所得结果。

4.4.7 水溶性碱土金属(以钙计)含量计算。

按式(2)计算水溶性碱土金属(以钙计)含量：

$$\text{Ca} = 100 \times C_B V \times 40.08 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

Ca——水溶性碱土金属(以钙计)含量，单位为毫克每千克（mg / kg）；

C_B ——EDTA标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol / L）；

V ——消耗EDTA标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

40.08——每摩尔钙离子的质量，单位为克每摩尔（g / mol）。

4.5 75 μm 筛余物

4.5.1 称取 $50\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 干燥过的重晶石粉，加入约含有 0.2 g 六偏磷酸钠的 350 mL 去离子水中，在搅拌器上搅拌 $5\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。

4.5.2 将样品转移至 75 μm 筛中，用洗瓶将容器中的全部物料转移至筛子上，用从喷嘴出来的压力为 $69\text{ kPa} \pm 7\text{ kPa}$ 的水流冲洗筛网上的物料 $2\text{ min} \pm 0.25\text{ min}$ 。冲洗时，使喷嘴放在筛子顶部的一个近似平面上，并且在样品上方反复移动水流。

4.5.3 将筛余物从筛子冲洗到已在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下烘干冷却后称量的蒸发皿中，并缓慢倒出多余的清水。

4.5.4 在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱中将蒸发皿和筛余物烘干 2 h，取出在干燥器中冷却 30 min，称量蒸发皿及筛余物的质量。

4.5.5 按式(3)计算 75 μm 筛余物：

$$S_{75} = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

S_{75} ——75 μm 筛余物质量分数，%；

m_1 ——蒸发皿和75 μm 筛余物质量，单位为克（g）；

m_0 ——蒸发皿质量，单位为克（g）；

m ——称取重晶石粉质量，单位为克（g）。

4.6 等效球状直径小于 6 μm 颗粒

- 4.6.1 称取 80 g±0.1 g 在 105℃±2℃ 下干燥 24 h 的重晶石粉至搅拌杯中。
- 4.6.2 加入 125 mL±2 mL (127 g±2 g)分散溶液至搅拌杯中，用去离子水稀释至约 400 mL。将粘附在刮刀上的所有颗粒冲洗至悬浮液中。
- 4.6.3 搅拌器上搅拌 5 min±0.5 min。
- 4.6.4 将悬浮液转至沉降量筒中。用去离子水冲洗搅拌杯，保证所有样品颗粒转移至沉降量筒中。
- 4.6.5 加去离子水至 1000 mL 刻度线。握紧量筒上端的 13 号橡胶塞，不断上下反复颠倒量筒 60 s±6 s，以使样品充分混匀。
- 4.6.6 将量筒放在恒温室柜台上（或恒温槽内），同时启动计时器。在悬浮液中悬挂一支温度计。
- 4.6.7 以 10 min±0.1 min，20 min±0.1min，30 min±0.1 min 和 40 min±0.1 min 的间隔读取密度计数值(或一直到 6 μm 下的第 1 个实验点)。读密度计数值时，在松手前仔细并缓慢将密度计下降至约 1.020 刻度线。当密度计稳定后，规定的时间读取弯月面的顶端。仔细慢慢取出密度计，在每次读值后用去离子水冲洗密度计并擦干。每次读值后应马上取出密度计，以消除颗粒在密度计台肩上的沉积。
- 4.6.8 在数据卡上记录时间 (t) min、温度(T)℃、密度计读数(H)。
- 4.6.9 对于每一时间间隔，从表 2 和表 3 确定水粘度(η)和密度计有效深度(L)，并记录在数据卡上。
- 4.6.10 等效球状直径小于 6 μm 颗粒实验的计算方法：
- 4.6.10.1 按式(4)、(5)计算密度计校正斜率(Mc)和密度计校正截距(Bc)：

$$Mc = 1000 \times \frac{R_1 - R_2}{T_2 - T_1} \dots\dots\dots(4)$$

式中：

- Mc——修正曲线的斜率；
- R₁——较低温度时密度计的平均读数；
- R₂——较高温度时密度计的平均读数；
- T₂——较高温度时温度计的平均读数；
- T₁——较低温度时温度计的平均读数。

$$Bc = (Mc \times T_1) + [(R_1 - 1) \times 1000] \dots\dots\dots(5)$$

式中：

- Bc——修正曲线的截距；
- T₁——较低温度时温度计的平均读数；
- R₁——较低温度时密度计的平均读数。

- 4.6.10.2 按式(6)计算样品常数(K_s)，并记录在数据卡上。

$$K_s = \frac{100 \times \rho}{m(\rho - 1)} \dots\dots\dots(6)$$

式中：

- K_s——样品常数；
- ρ——样品密度，单位为克每立方厘米 (g/cm³)；
- m——样品质量，单位为克 (g)。

- 4.6.10.3 按式(7)计算等效球状直径(de)，并记录在数据卡上：

$$de = 17.5 \sqrt{\frac{\eta L}{(\rho - 1)t}} \dots\dots\dots(7)$$

式中：

- de——等效球状直径，单位为微米 (μm)；

η ——水的粘度，单位为毫帕秒（mPa·s）；
 L ——深度，单位为厘米（cm）；
 ρ ——样品密度，单位为克每立方厘米（g/cm³）；
 t ——时间，单位为分钟（min）。

4.6.10.4 按式(8)计算等效颗粒直径(d_e)略大于 6 μm 实验点的细颗粒累积百分数(S_H)和等效颗粒直径(d_e)略小于 6 μm 实验点的细颗粒累积百分数(S_L), 并记录在数据卡上。

$$S = K_s[(M_c \cdot T) - B_c + (H - 1) \cdot 1000] \dots\dots\dots (8)$$

式中:

S ——小于某尺寸的细颗粒累积百分数;

K_s ——样品常数;

M_c ——密度计校正斜率;

T ——悬浮液温度, $^{\circ}\text{C}$;

B_c ——密度计校正截距;

H ——密度计读数。

4.6.10.5 按式(9)计算小于 6 μm 颗粒累积百分数(S_6), 并记录在数据卡上。

$$S_6 = \left[\frac{S_H - S_L}{d_H - d_L} \times (6 - d_L) \right] + S_L \dots\dots\dots (9)$$

式中:

S_6 ——小于 6 μm 颗粒累积百分数;

S_H ——略大于 6 μm 实验点细颗粒累积百分数;

S_L ——略小于 6 μm 实验点细颗粒累积百分数;

d_H ——略大于 6 μm 实验点细颗粒等效直径;

d_L ——略小于 6 μm 实验点细颗粒等效直径。

4.6.10.6 按式(10)计算实验温度下的粘度。

$$\lg(\eta_{20} / \eta_T) = [1.37023 \times (T - 20) + 0.000836 \times (T - 20)^2] / (109 + T) \dots\dots\dots (10)$$

式中:

$\eta_{20}=1.002$;

η_T ——实验温度下的粘度, 单位为毫帕秒 (mPa·s) ;

T ——摄氏温度, $^{\circ}\text{C}$ 。

附 录 B 水在不同温度下的粘度

温度 $^{\circ}\text{C}$	粘度 mPa·s	温度 $^{\circ}\text{C}$	粘度 mPa·s	温度 $^{\circ}\text{C}$	粘度 mPa·s
15.6	1.1211	20.0	1.0020	24.4	0.9018
16.1	1.1050	20.6	0.9885	25.0	0.8904
16.7	1.0893	21.1	0.9753	25.6	0.8792
17.2	1.0739	21.7	0.9624	26.1	0.8683
17.8	1.0589	22.2	0.9498	26.7	0.8576
18.3	1.0442	22.8	0.9374	27.2	0.8470
18.9	1.0298	23.3	0.9253	27.8	0.8367
19.4	1.0158	23.9	0.9134	28.3	0.8266

附录 C 用于指定深度量筒的密度计数值对应的有效深度

未修正密度计数值	有效深度 L/cm	未修正密度计数值	有效深度 L/cm	未修正密度计数值	有效深度 L/cm
1.000	16.3	1.013	12.9	1.026	9.4
1.001	16.0	1.014	12.6	1.027	9.2
1.002	15.8	1.015	12.3	1.028	8.9
1.003	15.5	1.016	12.1	1.029	8.6
1.004	15.2	1.017	11.8	1.030	8.4
1.005	15.0	1.018	11.5	1.031	8.1
1.006	14.7	1.019	11.3	1.032	7.8
1.007	14.4	1.020	11.0	1.033	7.6
1.008	14.2	1.021	10.7	1.034	7.3
1.009	13.9	1.022	10.5	1.035	7.0
1.010	13.7	1.023	10.2	1.036	6.8
1.011	13.4	1.024	10.0	1.037	6.5
1.012	13.1	1.025	9.7	1.038	6.2

附录 D80.6g 样品质量的样品常数(Ks)

样品密度 g/cm ³	样品常数 K _s	样品密度 g/cm ³	样品常数 K _s	样品密度 g/cm ³	样品常数 K _s
4.20	1.641	4.27	1.633	4.34	1.624
4.21	1.640	4.28	1.631	4.35	1.623
4.22	1.639	4.29	1.630	4.36	1.622
4.23	1.637	4.30	1.629	4.37	1.621
4.24	1.636	4.31	1.628	4.38	1.620
4.25	1.635	4.32	1.627	4.39	1.619
4.26	1.634	4.33	1.625	4.40	1.618

4.7 粘度效应

4.7.1 粘度效应指具有密度为 2.5 g/cm³ 的重晶石粉蒸馏水悬浮液，经搅拌并密闭养护 24 h 后，该悬浮液在加入硫酸钙前后的表观粘度。

4.7.2 取 250 mL 蒸馏水配制密度为 2.50 g/cm³ 的重晶石粉蒸馏水悬浮液，其重晶石粉用量可按式(11)求得：

$$m = \frac{375\rho}{\rho - 2.50} \dots\dots\dots (11)$$

式中：

m——重晶石粉用量，单位为克（g）；

ρ——按本标准测得的重晶石粉密度，单位为克每立方厘米（g/cm³）。

4.7.3 测定步骤

4.7.3.1 在 1 L 搪瓷杯中加入 250 mL 蒸馏水，在搅拌器搅拌下，称取已在 105℃±2℃干燥 2 h 冷却后的试样用药勺逐渐加入，搅拌 15 min（搅拌过程中最少要停两次，刮下粘附在容器壁上和搅拌器叶片上的试样）将搅拌后的悬浮液，在室温下静置密闭养护 24 h。

4.7.3.2 经密闭养护后的悬浮液搅拌 15 min，用钻井液密度计测悬浮液的密度，当测得的密度为 $2.50 \text{ g/cm}^3 \pm 0.02 \text{ g/cm}^3$ 时，将悬浮液转入直读式粘度计的容器中，用玻璃棒搅匀后以 600 r/min 的转速测定悬浮液的表观粘度（因悬浮液沉降较快，在测定表观粘度时应以其读值下降前最大值为测定值）。若悬浮液的密度小于 2.48 g/cm^3 或大于 2.52 g/cm^3 时，应重新配制悬浮液，经搅拌、养护后测定。

4.7.3.3 加入过 0.175 mm 孔径筛的硫酸钙 2.50 g 于测粘度后的悬浮液中，搅拌 5 min，在室温下放置 30 min，再搅拌 5 min（搅拌过程中最少应停两次，刮下粘附在容器壁上和搅拌器叶片上的重晶石粉），将悬浮液转入直读式粘度计的容器中，以 600 r/min 的速度测定其表观粘度。

4.7.3.4 未加硫酸钙和加硫酸钙的悬浮液所测得的粘度计读数按式（12）计算表观粘度。

$$AV = \frac{\phi_{600}}{2} \dots\dots\dots (12)$$

式中：

AV——悬浮液表观粘度，单位为毫帕秒（mPa·s）；

ϕ_{600} ——转速为 600 r/min 时粘度计上的读数。

4.8 精度要求

各项平行测定值在表 5 允许差值范围内，取其算术平均值。

附 录 E 测定值允差

项 目	平行测定值允差
密度, g/cm^3	0.022
水溶性碱土金属(以钙计), mg/kg	9.2
75 μm 筛余, %	0.22
小于 6 μm 颗粒, %	1.7
粘度效应, mPa·s	3.0

5 检验规则

5.1 取样

袋装重晶石粉的取样，应根据堆码高度、形状和数量，在每一面的上、中、下按“米”字形或星形布置取样点，按照包装单元总数（N）的 10% 或三倍的 $\sqrt[3]{N}$ 确定样品单元数，但每批不得少于 15 个，每个取样点取约 700 g 样品，合并作为该批重晶石粉的试样。取样方法采用取样器或从每一袋的中部取样。

5.1.1 从卡车或装有 25 t~100 t 的贮仓中采取散装重晶石粉样品时，应采用取样器，从顶部到底部在不同部位布置取样点，散装压力罐车可以在向外吹样时，按照适当的时间间隔，从出口接取样品，每批至少应取 15 个样点，每个样点约 700 g，合并作为试样；从一批少于 25 t 的卡车或贮仓中取样时，所取样点的总数不应少于 10 个，每个样点量约 1000 g，合并作为试样。

5.1.2 采集的试样经充分混合后用四分法缩分为两份。分别装入洁净、干燥的广口瓶或密封袋中，盖好瓶盖或封好袋口。贴上标签，标签上应填写取样日期、取样人、生产厂名称及出厂批号，一份送交检测，另一份留作复验，留样期为六个月。

5.2 判定

当检验结果有一项或一项以上不符合表 1 的规定时，应进行复验，复验结果仍不符合表 1 规定的技术指标时，则判定该批产品为不合格品。

6 包装、标志、质量检验单及使用说明书

6.1 包装

6.1.1 产品应采用三合一编织袋或与其强度、密封性能等效的其它包装物进行包装，严密封口。

6.1.2 每袋产品的净含量可为 25.0 kg 或其他，允许短缺量为 1%。但在每批产品中任意抽检 50 袋，其净含量平均值不应少于其标示的净含量。

6.2 标志

外包装应有牢固清晰的标志，标明产品名称、规格型号、净含量、批号、生产日期、保质期、执行标准编号、生产企业名称和地址。

6.3 质量检验单

交付的每批产品应附有产品质量检验单，其内容应符合表1的要求。

6.4 使用说明书

6.4.1 每批产品均应附有使用说明书。

6.4.2 使用说明书应包括以下内容：

- 产品名称及生产企业名称；
 - 产品所执行的标准编号和生产许可证号；
 - 主要用途及适用范围；
 - 使用环境条件；
 - 贮存条件，贮存、运输及使用中注意事项；
 - 产品有效期。
-