

URZĄDZENIA WIERTNICZE	N O R M A B R A N Ż O W A	BN-90
	Płuczka wiertnicza Metody badań w warunkach polowych	1785-01
		Zamiast BN-76/1785-01
		Grupa katalogowa 0443

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy są metody badań płuczki wiertniczej w warunkach polowych.

1.2. Zakres stosowania przedmiotu normy. Normę należy stosować przy badaniach następujących własności płuczki wiertniczej:

- gęstości,
- lepkości,
- filtracji,
- wytrzymałości strukturalnej,
- wartości pH,
- zapiaszczenia,
- zawartości jonów chlorowców,
- zawartości gipsu,
- zawartości aktywnych cząstek bentonitu,
- zawartości jonów wapnia i magnezu,
- alkaliczności płuczki i filtratu,
- zawartości siarczków rozpuszczalnych,
- zawartości H_2S metodą pośrednią,
- zawartości fazy stałej,
- zawartości aktywnego fosfalu.

2. METODY BADAŃ

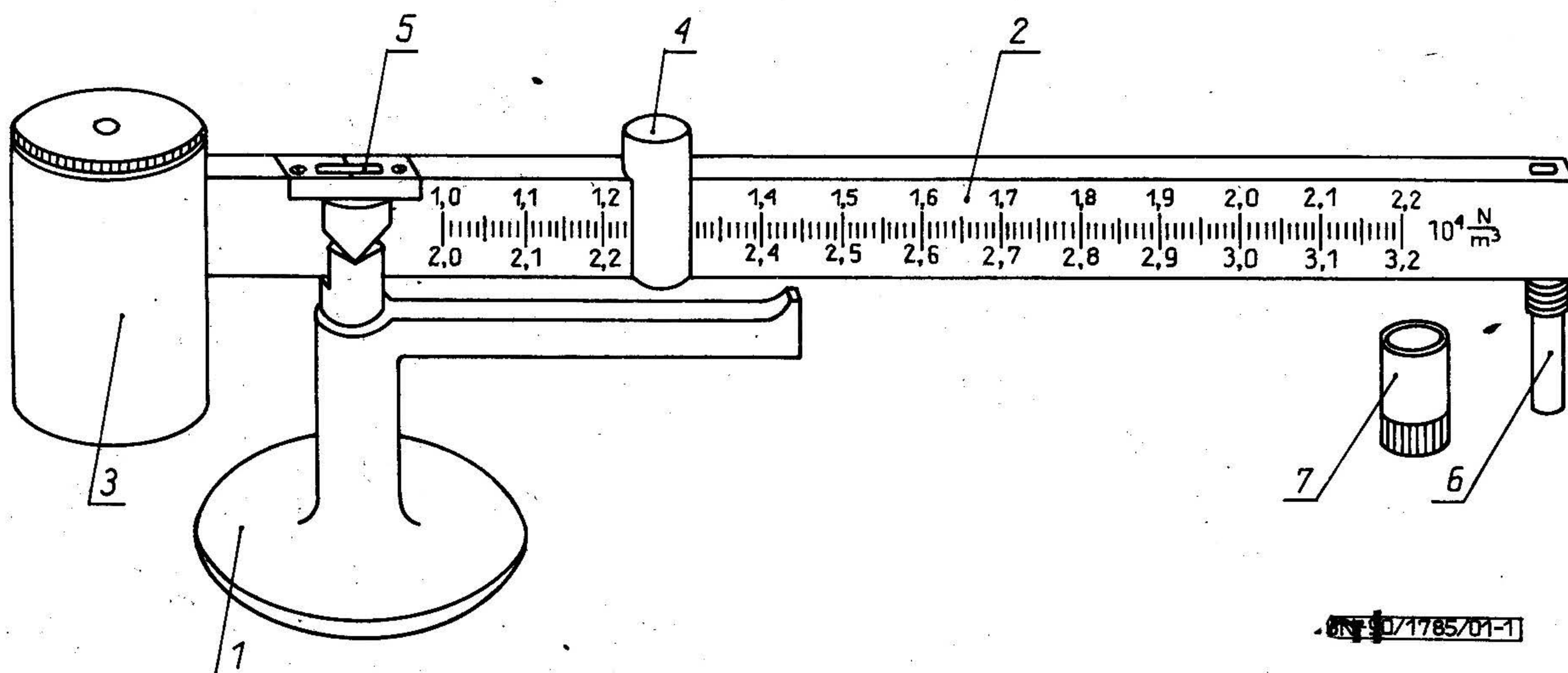
2.1. Oznaczanie gęstości

2.1.1. Zasada metody polega na oznaczaniu gęstości wagą płczkową (ramienną). Dopuszcza się stosowanie innych przyrządów przystosowanych do oznaczania gęstości płuczki z dokładnością do $0,01 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$.

2.1.2. Przyrządy. Waga płczkowa (ramienna) wg rys. 1 składa się z podstawy i ramienia. Na jednym końcu ramienia znajduje się naczynie na płczkę z nakrywką i z otworem przelewowym. Na drugim końcu znajduje się naczynie wypełnione śrutem do regulowania wagi. Ramię wagi jest zaopatrzone w podziałkę z przesuwalnym ciężarkiem. Poziomica umieszczona nad punktem podparcia ramienia wagi wskazuje jego położenie poziome. Zaleca się stosowanie wagi z podziałką od $1,00$ do $2,10 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ z możliwością wykonywania pomiarów również w zakresie $2,00$ do $3,10 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$ przez nakręcenie na naczynie ze śrutem dodatkowego, wycechowanego obciążnika.

Wagę należy kontrolować raz w miesiącu wodą destylowaną o temperaturze 20°C ; odczyt powinien wynosić $1,00 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$.

Ewentualne odchylenie od tej wartości koryguje się przez dodanie lub ujęcie śrutu w naczyniu. Niedozwolone jest korygowanie wskazań wagi innymi metodami.



Rys. 1. Waga płczkowa (ramienna) — konstrukcja przykładowa

1 — podstawa, 2 — ramię, 3 — naczynie na płczkę, 4 — przesuwalny ciężarek, 5 — poziomica, 6 — naczynie wypełnione śrutem, 7 — dodatkowy obciążnik

Zgłoszona przez Instytut Górnictwa Naftowego i Gazownictwa
Ustanowiona przez Ministra Przemysłu dnia 15 maja 1990 r.
jako norma obowiązująca od dnia 1 października 1990 r.
(Dz. Norm. i Miar nr 9/1990, poz. 21)

2.1.3. Wykonanie oznaczania. Wagę należy ustawić poziomo. Czyste i suche naczynie napełnić świeżo wymieszaną płuczką, a następnie przykryć nakrywką i docisnąć ją aż do pełnego osadzenia. Usunąć nadmiar płuczki, która powinna wypłynąć przez otworek przelewowy. Zmyć i wytrzeć naczynie z zewnątrz. Umieścić ramię wagi w łożysku podstawy. Zrównoważyć zawartość naczynia przez przesunięcie ciężarka wzdłuż ramienia do punktu, przy którym ramię wagi przyjmie położenie poziome wg wskazań poziomicy. Odczyt na podziałce ramienia wskazany przez krawędź ciężarka od strony podparcia oznacza gęstość badanej płuczki z dokładnością do $0,01 \cdot 10^3 \text{ kg/m}^3$.

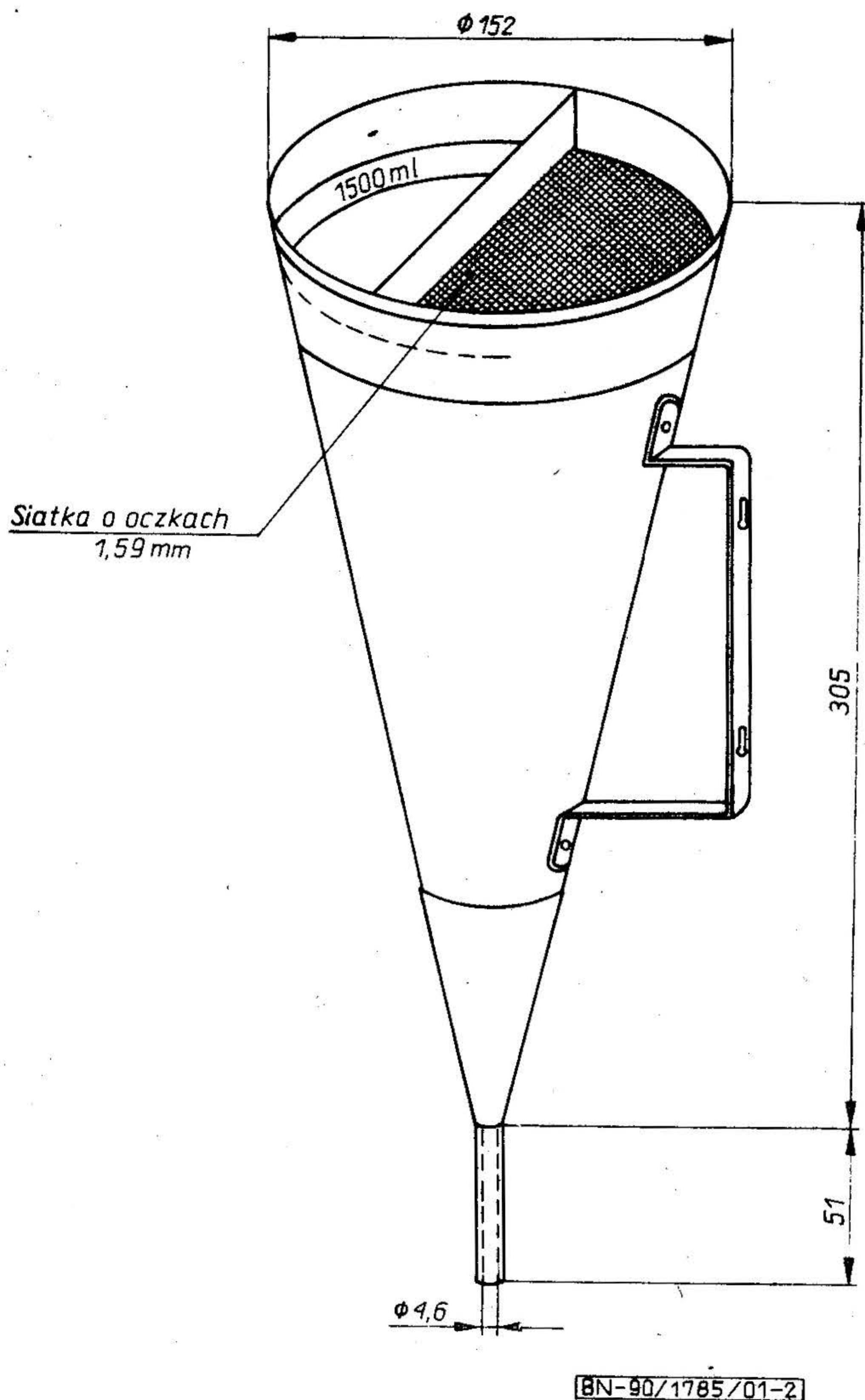
2.2. Oznaczanie lepkości

2.2.1. Zasada metody polega na umownym określeniu lepkości pomiarem czasu wypływu płuczki z lejka polowego.

Dopuszcza się używanie lepkościomierzy bezpośrednio wskazujących do pomiaru lepkości plastycznej, pozornej i granicy płynięcia.

2.2.2. Przyrządy

a) Lejek polowy wg rys. 2 powinien być tak wykonany, aby czas wypływu 1000 cm^3 wody destylowanej o temperaturze $20 \pm 3^\circ\text{C}$ wynosił $27 \pm 0,5 \text{ s}$.



Rys. 2. Lejek polowy

b) Lepkościomierz obrotowy bezpośrednio wskazujący — wg rys. 3. Stosuje się następujące typy lepkościomierzy obrotowych:

- o dwóch zakresach liczby obrotów: 300 i 600 obr/min,
- o sześciu zakresach liczby obrotów: 3, 6, 100, 200, 300 i 600 obr/min.

Charakterystyka lepkościomierza obrotowego.

Cylinder zewnętrzny (tulejka obrotowa):

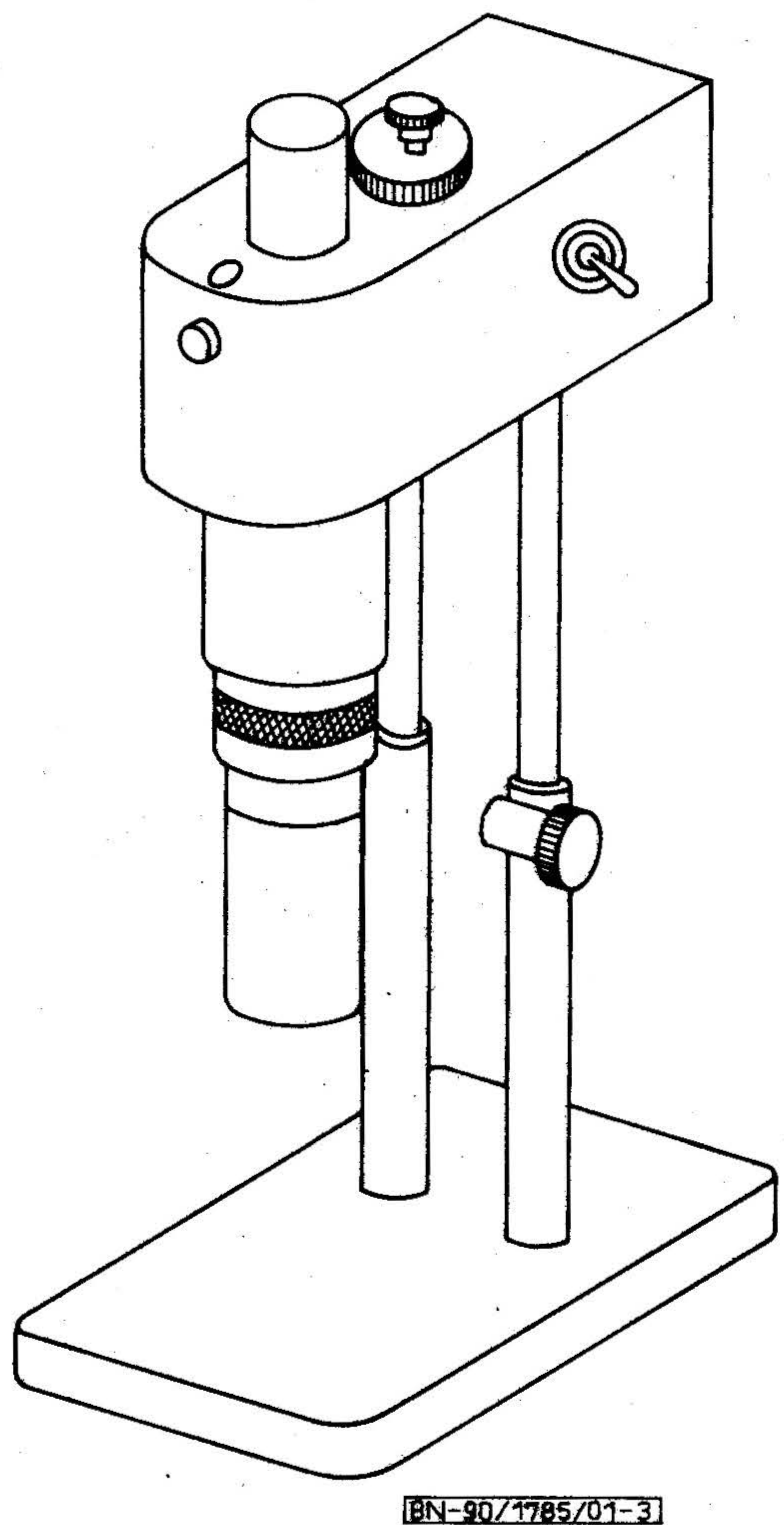
- średnica wewnętrzna — 36,83 mm,
- całkowita długość — 87,00 mm,
- kreska na wysokości od spodu cylindra — 58,40 mm.

Dwa rzędy otworów o średnicy 3,18 mm są umieszczone w odstępach 120° wokół tulejki nieco poniżej zaznaczonej kreski.

Cylinder wewnętrzny (ciężarek):

- średnica zewnętrzna — 34,49 mm,
- długość cylindra — 38,00 mm.

Cylinder jest zamknięty przez płaską podstawę oraz stożkową nakrywę.



Rys. 3. Lepkościomierz obrotowy wg API RP 13 B

Płuczka znajduje się w przestrzeni pierścieniowej pomiędzy dwoma cylindrami. Zewnętrzny cylinder jest poruszany ze stałą prędkością obrotową. Wirowanie cylindra zewnętrznego w płuczce powoduje powstanie

momentu obrotowego na wewnętrznym cylindrze i dźwigni kątowej. Skręcana sprężyna przeciwdziała ruchowi, a tarcza ze skalą przymocowana do dźwigni kątowej wskazuje wartość momentu obrotowego. Sprawne działanie lepkościomierzy wymaga utrzymania właściwego napięcia sprężyny i odpowiedniej prędkości obrotowej cylindra zewnętrznego.

Badanie sprawności przyrządu wykonuje się raz na kwartał przez pomiar kontrolny lepkości cieczy newtonowskich o znanej lepkości (np. roztwór cukru) w odpowiedniej temperaturze.

2.2.3. Wykonanie oznaczania odbywa się jednym z następujących sposobów:

a) Lejkiem polowym. Do pomiaru należy używać czystego i suchego lejka. Przymknąć palcem wylot lejka, wlać przez sito świeżo wymieszaną płuczkę, aż lustro cieczy osiągnie poziom siatki. Szybko odsunąć palec, uruchamiając jednocześnie sekundomierz. Czas wypływu do cechowanego naczynia 1000 cm³, mierzony w sekundach, jest umowną miarą lepkości.

b) Lepkościomierzem obrotowym bezpośrednio wskazującym. Do stabilnego pojemnika należy nalać płuczkę i dobrze wymieszać. Następnie obniżyć głowicę lepkościomierza tak, aby obracający się cylinder zewnętrzny zanurzył się w płuczce dokładnie po zaznaczonej kreskę. Przy mechanizmie włączającym nastawionym na 600 obr/min nacisnąć przełącznik mieszania i po 15 s zwolnić go. Należy odczekać na ustalenie się wartości na tarczy (czas zależy od własności płuczki). Odczyt wykonać przy prędkości obrotowej 600 obr/min. Zmienić obroty na 300 obr/min (podciągnąć mechanizm włączający do góry) i odczekać na ustalenie się wartości na tarczy, po czym wykonać odczyt.

Lepkość plastyczną płuczki (η_{pl}), wyrażoną w milipaskalosekundach (mPa · s), wylicza się przez odjęcie wartości momentu obrotowego przy 300 obr/min od wartości momentu obrotowego przy 600 obr/min wg wzoru

$$\eta_{pl} = M_{600} - M_{300} \quad (1)$$

Lepkość pozorną płuczki (η_s), wyrażoną w milipaskalosekundach (mPa · s), wylicza się przez podzielenie przez 2 wartości momentu obrotowego przy 600 obr/min wg wzoru

$$\eta_s = \frac{M_{600}}{2} \quad (2)$$

Granice płynięcia płuczki (τ_y), wyrażoną w funtach na 100 stóp kwadratowych (lb/100 ft²) wylicza się przez odjęcie wartości lepkości plastycznej płuczki od wartości momentu obrotowego przy 300 obr/min wg wzoru

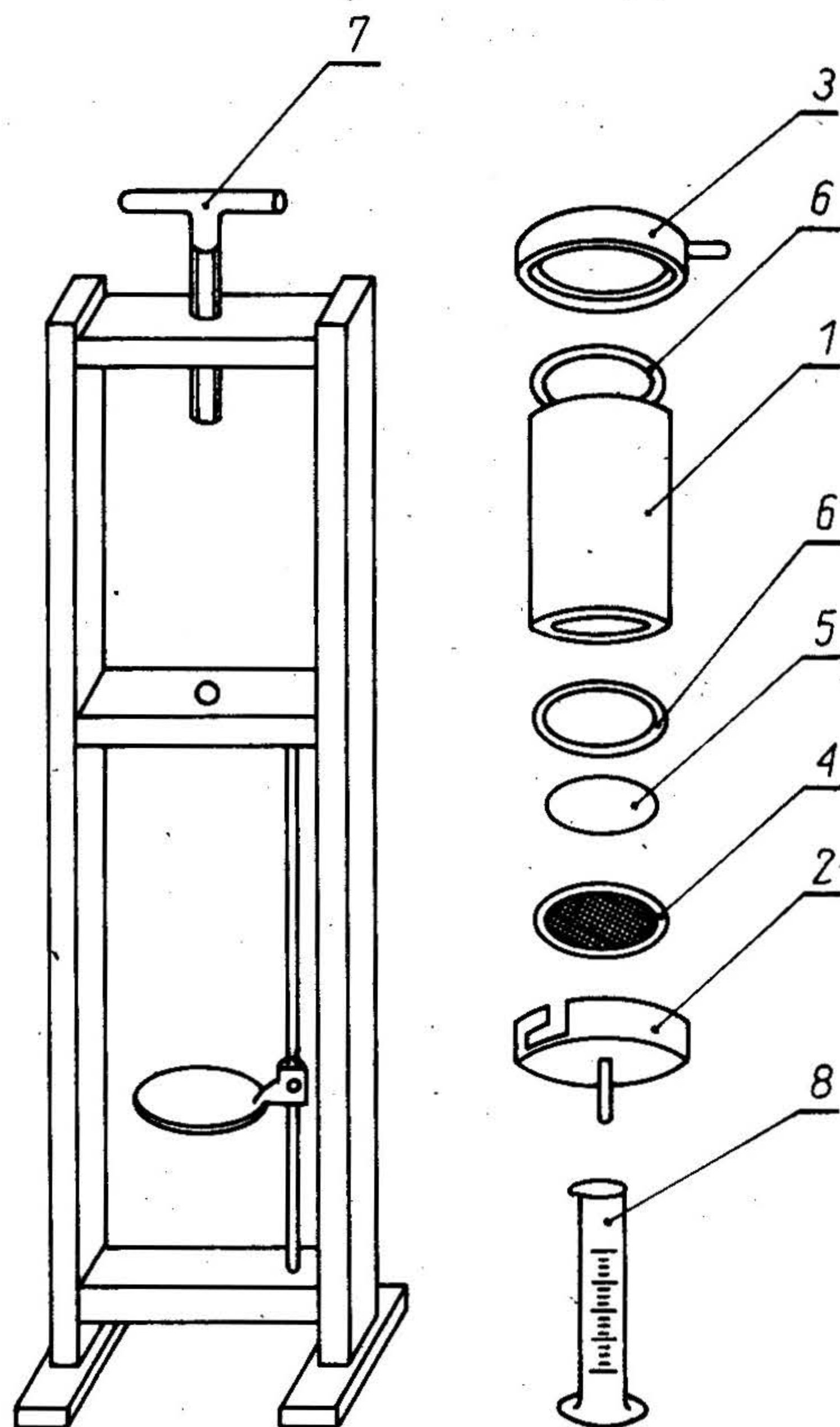
$$\tau_y = M_{300} - pl \quad (3)$$

W celu otrzymania wyniku w jednostkach metrycznych, tj. w newtonach na metr kwadratowy (N/m²), należy wartość granicy płynięcia, wyrażoną w funtach na 100 stóp kwadratowych, pomnożyć przez 0,4788.

2.3. Oznaczanie filtracji

2.3.1. Zasada metody polega na pomiarze objętości filtratu otrzymanego z prasy filtracyjnej.

2.3.2. Przyrządy. Prasa filtracyjna wg rys. 4 składa się z naczynia cylindrycznego o średnicy wewnętrznej 76,2 mm i wysokości 63,5 mm, z oddzielnym dnem z rurką odpływową i pokrywą z otworem wlotowym. Naczynie jest wykonane z materiału odpornego na działanie roztworów silnie alkalicznych i jest przystosowane do wysokich ciśnień. Na dnie naczynia jest umieszczone sito o liczbie 600 ÷ 1000 oczek na 1 cm². Powierzchnia filtracyjna wynosi 45,8 ± 0,7 cm². Na sicie umieszcza się bibułę do sączenia (tzw. twardą). Prasa spoczywa na podstawie specjalnej ramy z śrubą dociskową. Przesącz jest odprowadzony z prasy rurką odpływową do cylindra pomiarowego. Ciśnienie na płuczkę znajdującą się w prasie można wyrzeć tylko gazami i cieczami w sposób nie stwarzający niebezpieczeństwa.



BN-90/1785/01-4

Rys. 4. Prasa filtracyjna (konstrukcja przykładowa)

1 — naczynie cylindryczne, 2 — oddzielne dno, 3 — pokrywa, 4 — sito, 5 — bibuła do sączenia, 6 — uszczelka, 7 — śruba dociskowa, 8 — cylinder pomiarowy

2.3.3. Wykonanie pomiaru. Poszczególne części przyrządu należy wytrzeć do sucha. Na dnie naczynia położyć sito i bibułę do sączenia. Upewnić się, czy uszczelki zapewniające szczelność prasy nie są zniekształcone lub zniszczone. Następnie do tak zmontowanego naczynia wlać płuczkę w takiej ilości, aby jej poziom sięgał około 2 cm poniżej górnej krawędzi naczynia. Pod rurką odpływową umieścić suchy cylinder pomia-

rowy dla odbioru filtratu. Nałożyć i docisnąć pokrywę, po czym należy wyrzucić na płuczkę znajdującą się w prasie, ciśnienie $0,7 \pm 0,035$ MPa. Po 30 min należy zmierzyć objętość filtratu z dokładnością do 0,1 ml, przyjmując ją jako miarę filtracji.

Ponadto, przy oznaczaniu filtracji dla dodatkowej oceny płuczki, należy zmierzyć grubość osadu pozostawionego na bibule do sączenia z dokładnością do 0,5 mm oraz podać bliższe określenie osadu, jak: twardy, miękki, gęsty, zwięzły.

2.4. Oznaczanie wytrzymałości strukturalnej

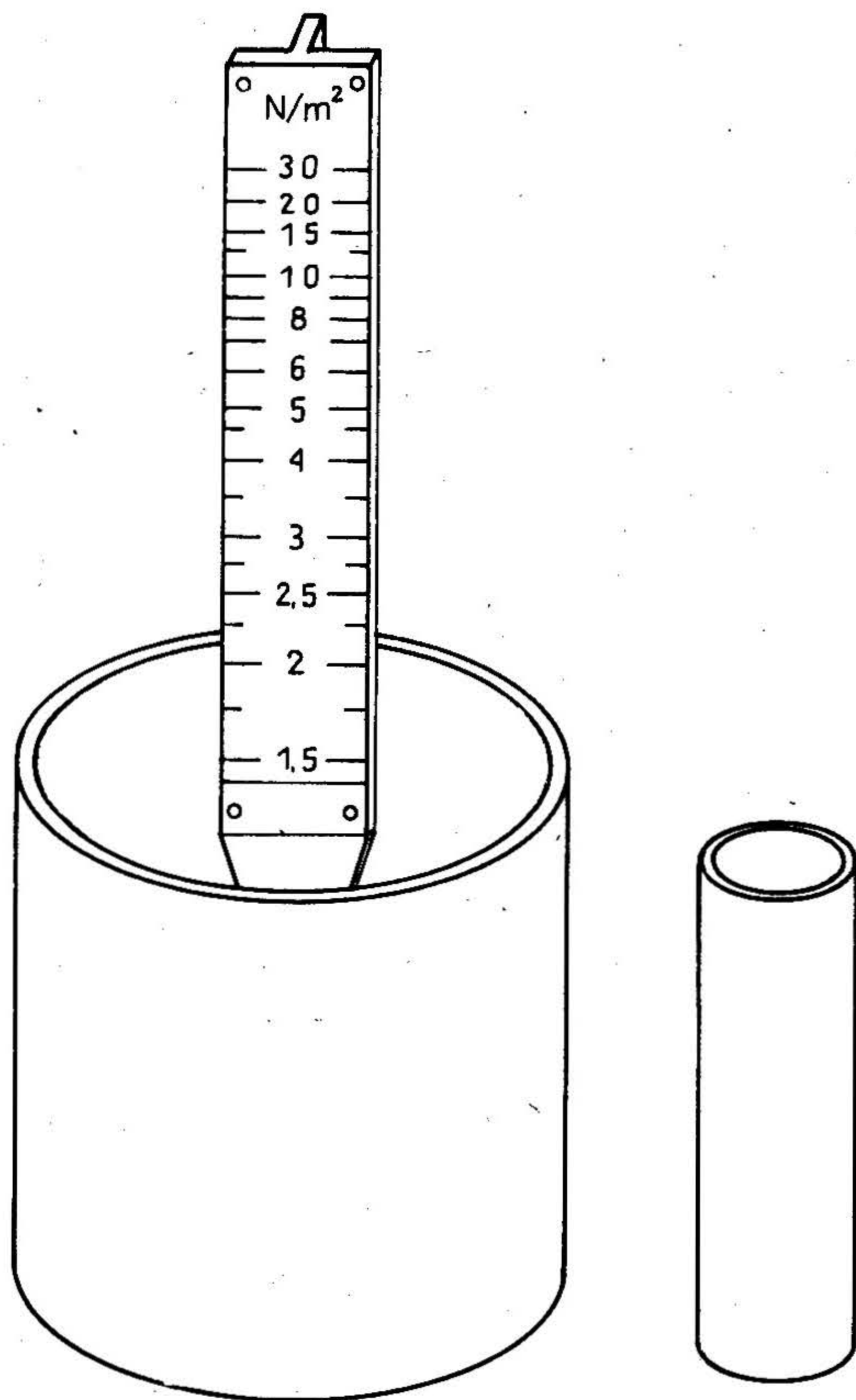
2.4.1. Zasada metody polega na oznaczaniu wytrzymałości strukturalnej za pomocą szirometru lub lepkościomierza obrotowego bezpośrednio wskazującego.

2.4.2. Przyrządy

a) Szirometr wg rys. 5 składa się z:

- naczynia cylindrycznego z przymocowaną do dna listwą pionową z podziałką,
- dwu tulejek duraluminiowych o długości 38,9 mm, średnicy wewnętrznej 35,36 mm i masie 5 g.

Podziałka szirometru powinna być wyskalowana w $N \cdot m^2$, przy czym dopuszcza się używanie szirometru wyskalowanego w funtach na 100 stóp kwadratowych.



BN-90/1785/01-5

Rys. 5. Szirometr (konstrukcja przykładowa)

b) Lepkościomierz obrotowy bezpośrednio wskazujący — wg 2.2.2b)

2.4.3. Wykonanie oznaczania odbywa się jednym z następujących sposobów:

a) Szirometrem. Czyste i suche naczynie cylindryczne należy wypełnić świeżo wymieszaną płuczką. Na listwę z podziałką nałożyć umytą i osuszoną z nadmiaru wody tulejkę duraluminiową tak, aby jej dolna krawędź dosięgała poziomu płuczki, a następnie puścić tulejkę, umożliwiając jej swobodne opadanie w płuczce. Za pomocą sekundomierza mierzyć czas od momentu opuszczenia tulejki.

Po 1 min należy odczytać na podziałce cyfrę wskazaną przez górną krawędź tulejki, następnie wyjąć tulejkę i pozostawić na 10 min płuczkę w spokoju. Po 10 min powtórzyć pomiar jak poprzednio. Za miarę wytrzymałości strukturalnej przyjmuje się odczyty na podziałce, zapisując oddzielnie wartości wytrzymałości strukturalnej początkowej i po 10 min.

b) Lepkościomierzem obrotowym. Próbkę płuczki należy nalać do stabilnego pojemnika, mieszając około 15 s przy najwyższej liczbie obrotów cylindra. Odczekać 10 s, następnie obracać powoli i równomiernie gałkę, służącą do pomiaru wytrzymałości strukturalnej, w kierunku przeciwnym do ruchu wskazówek zegara. Maksymalna wartość odczytu (maksymalne wychylenie tarczy przed zniszczeniem struktury) jest początkową wytrzymałością strukturalną wyrażoną w funtach na 100 stóp kwadratowych. Następnie należy ponownie wymieszać płuczkę, odczekać 10 min i powtórzyć pomiar jak poprzednio.

Zanotować wartość maksymalnego odczytu jako wytrzymałość strukturalną po 10 min wyrażoną w funtach na 100 stóp kwadratowych. W celu otrzymania wyniku w jednostkach metrycznych, $N \cdot m^2$, należy wartość wytrzymałości strukturalnej, wyrażoną w funtach na 100 stóp², pomnożyć przez 0,4788. Przy wykonaniu pomiaru lepkościomierzem obrotowym o 6 zakresach prędkości obrotowej, wytrzymałość strukturalną oznacza się analogicznie z tą różnicą, że pomiaru nie wykonuje się ręcznie, lecz mechanicznie przy prędkości obrotowej 3 obr/min.

2.5. Oznaczanie wartości pH

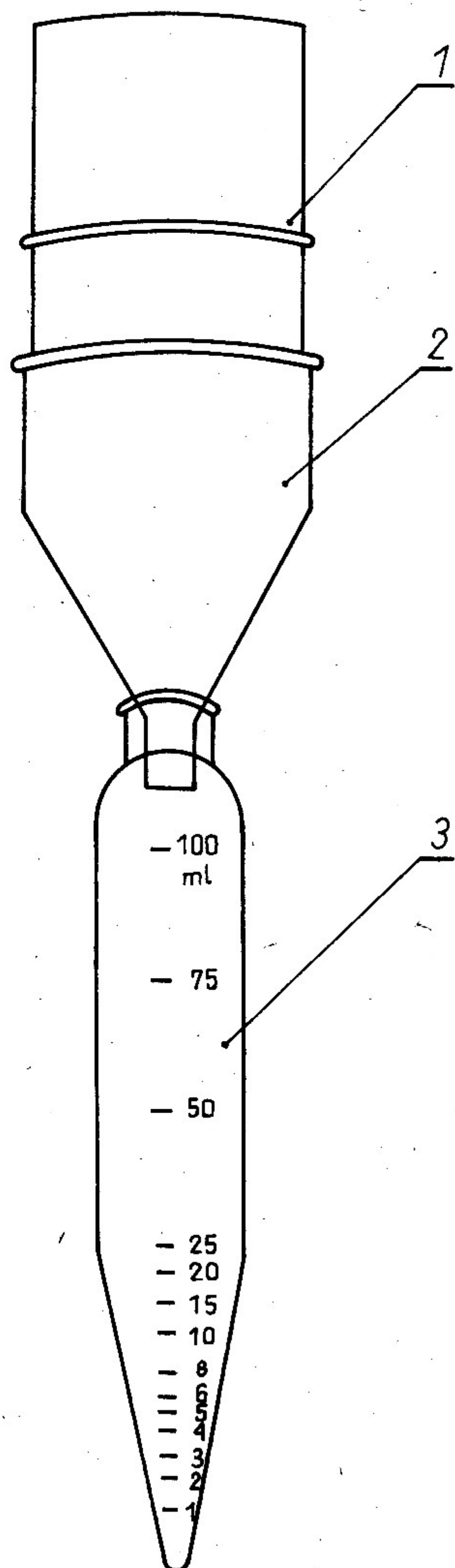
2.5.1. Zasada metody polega na oznaczaniu wartości pH metodą kolorymetryczną przy użyciu papierków wskaźnikowych lub potencjometryczną przy użyciu pH-metru (rys. 7) przez pomiar siły elektromotorycznej ogniwa pomiarowego w układzie: elektroda pomiarowa, roztwór badany, elektroda odniesienia.

2.5.2. Przyrządy — pH-metr wg rys. 6.

2.5.3. Wykonanie oznaczania

2.5.3.1. Metoda kolorymetryczna. Przy oznaczaniu pH metodą kolorymetryczną, należy pasek papierka wskaźnikowego o długości 2-3 cm zwilżyć filtratem i po upływie 30 s porównać jego barwę z barwami skali wzorcowej i odczytać wartość pH odpowiadającą uzyskanemu zabarwieniu. Zaleca się stosowanie uniwersalnych papierków wskaźnikowych o zakresie $1 \div 10$ pH, $8 \div 12$ pH.

2.5.3.2. Metoda potencjometryczna. Pomiar pH przy użyciu pH-metru wykonuje się przez pomiar siły elektromotorycznej (SEM) — ogniwa składającego się z elektrody pomiarowej i elektrody odniesienia zanurzonych w badanym roztworze lub elektrody zespolonej



BN-90/1785/01-6

Rys. 6. Zestaw do oznaczania zapiaszczenia (konstrukcja przykładowa)

1 — sito, 2 — lejek, 3 — probówka z podziałką

pełniającej funkcję obu ww. elektrod. Do pomiarów zaleca się stosowanie pH-metrów połowych o zasilaniu bateryjno-sieciowym, wskazującym bezpośrednio wartość pH zamiast wartości SEM (np. N511 lub N5123). Posługiwanie się pH-metrem zarówno w zakresie kalibracji, jak i pomiaru musi być zgodne z instrukcją obsługi dołączoną do przyrządu.

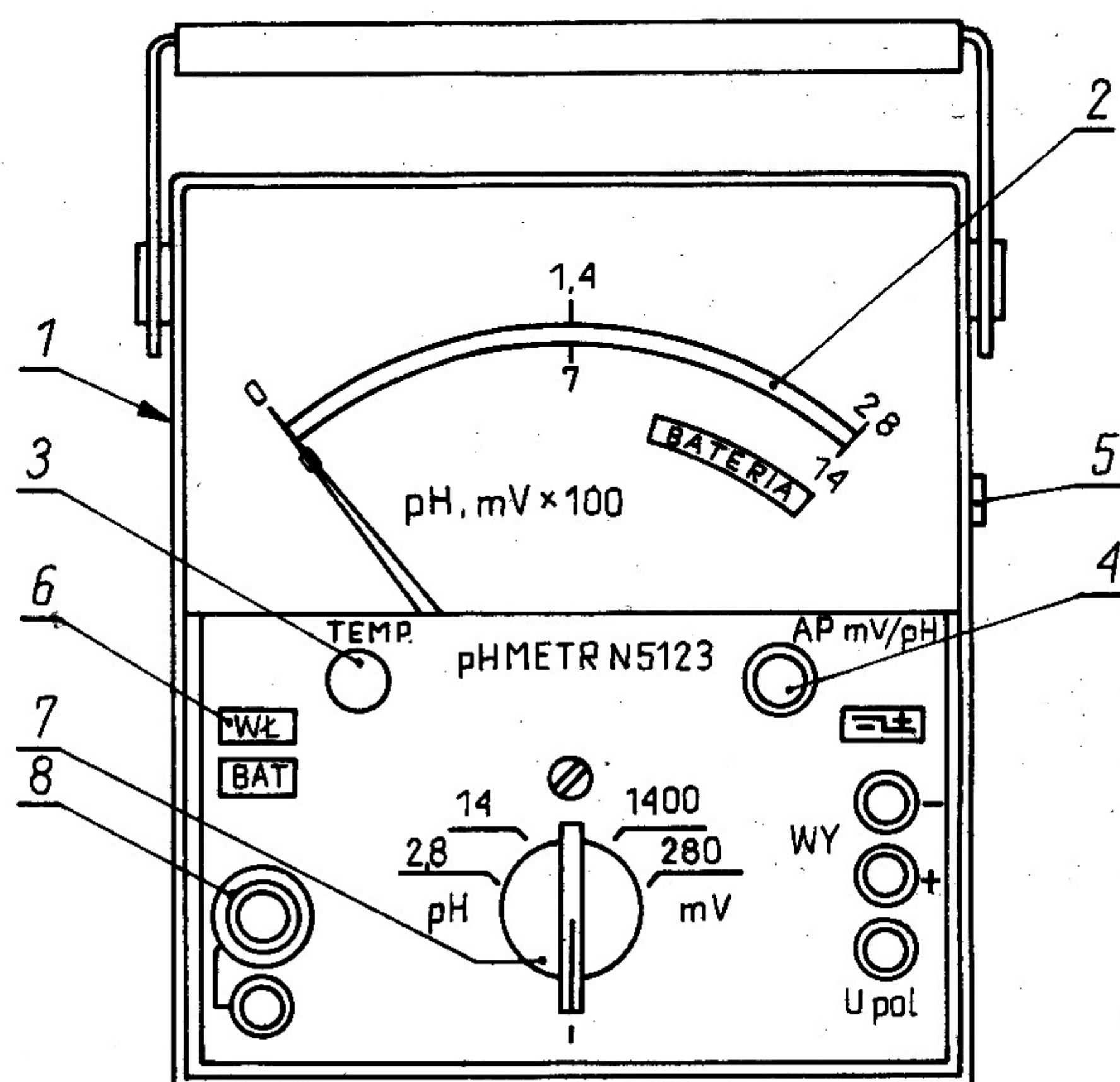
2.6. Oznaczanie zapiaszczenia

2.6.1. Zasada metody polega na pomiarze objętości piasku zawartego w płuczce.

2.6.2. Przyrządy. Zestaw wg rys. 7, w którego skład wchodzi:

- sito o średnicy 63,6 mm i liczbie oczek 6400/cm²,
- lejek,
- probówka pojemności 100 ml z podziałką.

2.6.3. Wykonanie oznaczania. Do probówki z podziałką wlać 20 ml płuczki i rozcieńczyć wodą do 100 ml. Zawartość przelać na sito i przemywać wodą tak długo, aż na sicie pozostanie piasek. Następnie włożyć odwrócone sito do lejka, spłukać wodą piasek spod sita do probówki. Z kolei odczytać objętość piasku. Dla otrzymania zawartości piasku w procentach należy odczytaną objętość w ml pomnożyć przez 5.



BN-90/1785/01-7

Rys. 7. pH-metr (konstrukcja przykładowa)

1 — obudowa, 2 — skala, 3 — pokrętko kompensacji temperaturowej, 4 — pokrętko zerowania elektrycznego, 5 — pokrętko dopasowania nachylenia charakterystyki elektrody, 6 — wyłącznik zasilania, 7 — przełącznik zakresów, 8 — gniazdo wejściowe elektrody kombinowanej

2.7. Oznaczanie zawartości jonów chlorowców w filtracie

2.7.1. Zasada metody polega na miareczkowaniu filtratu rozcieńczonego wodą destylowaną, roztworem azotanu srebra w obecności chromianu potasowego.

2.7.2. Przyrządy

- a) Pipeta pojemności 10 cm z podziałką.
- b) Zlewka lub kolba stożkowa pojemności 100 ÷ 150 ml.

- c) Biureta pomiarowa pojemności 50 ml.

2.7.3. Odczynniki i roztwory

- a) Azotan srebra (AgNO₃) — roztwór o stężeniu $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/l}$.
- b) Chromian potasowy — roztwór 2%(m/m).
- c) Woda destylowana.

2.7.4. Wykonanie oznaczania. W zależności od przewidywanego stężenia chlorowców, odmierzyć pipetą 1 ÷ 10 ml filtratu do zlewki lub kolby stożkowej, dodać 1 ml chromianu potasowego, rozcieńczyć wodą destylowaną do około 50 ml i ciągle mieszając dodawać z biurety kroplami roztwór azotanu srebra, tak długo, aż barwa roztworu zmieni się z żółtej na pomarańczowoczerwoną i nie zniknie w ciągu 30 s. W przypadku gdy filtrat ma odczyn kwaśny, należy wartość pH podnieść powyżej 7.

2.7.5. Wynik. Zawartość jonów chlorowców w przeliczeniu na jony chlorkowe w przesączu (x) należy obliczyć, w g/l, wg wzoru

$$x = 3,55 \cdot \frac{a}{b} \quad (4)$$

w którym:

- a — objętość użytego azotanu srebra, ml,
- b — objętość filtratu użytego do oznaczania, ml.

2.8. Oznaczanie zawartości gipsu w płuczce

2.8.1. Zasada metody polega na miareczkowaniu filtratu rozcieńczonego wodą destylowaną roztworem wersenianu dwusodowego w obecności czerni eriochromowej i wodorotlenku sodowego.

2.8.2. Przyrządy

- Zlewka lub kolba stożkowa pojemności 200 ÷ 300 ml.
- Biureta z podziałką 0,1 cm³ pojemności 50 ml.
- Pipeta z podziałką 0,1 cm³ pojemności 5 ml.
- Naczynie emaliowane pojemności 1000 ml.
- Prasa filtracyjna.
- Sączki.

2.8.3. Odczynniki i roztwory

- Wersenian dwusodowy roztwór o $c\left(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{H}_{14}\text{C}_{10}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}\right) = 0,02 \text{ mol/l}$.
- Roztwór NaOH 20%(m/m).
- Czerń eriochromowa T — wskaźnik (1 g czerni utartej w 100 g NaCl).
- Woda destylowana.

2.8.4. Wykonanie oznaczania. Odmierzyć 10 ml płuczki, do której należy dodać 190 ml wody destylowanej, a następnie dokładnie wymieszać. Po wymieszanu, filtrować na prasie filtracyjnej przez 4 ÷ 5 sączków. Pobrać 20 ml czystego filtratu do kolby stożkowej, dodać 30 ÷ 40 ml wody destylowanej, a następnie szczyptę czerni eriochromowej. Po dodaniu czerni, należy dodawać z pipety po kropli roztworu NaOH aż do uzyskania barwy fioletoworóżowej. Należy unikać przedawkowania NaOH, ponieważ wyniki pomiaru mogą być niedokładne. Po dodaniu NaOH, miareczkować wersenianem do zmiany barwy z różowej na niebieską.

2.8.5. Wynik. Zawartość gipsu (Y) w płuczce należy obliczyć w g/l wg wzoru

$$Y = 1,36 \cdot V \quad (5)$$

w którym V — objętość wersenianu użyta do miareczkowania, ml.

2.9. Oznaczanie aktywnych cząstek bentonitu

2.9.1. Zasada metody polega na miareczkowaniu płuczki, rozcieńczonej wodą destylowaną i utlenionej przy użyciu nadtlenu wodoru i kwasu siarkowego, roztworem błękitu metylenowego.

2.9.2. Przyrządy

- Zlewka lub kolba stożkowa pojemności 100 ÷ 150 ml.
- Biureta pomiarowa pojemności 50 ml.
- Pipeta pojemności 5 ml z podziałką.
- Kuchenska elektryczna.
- Sączki.

2.9.3. Odczynniki i roztwory

- Nadtlenek wodoru (H₂O₂), roztwór 3%(m/m).
- Kwas siarkowy, roztwór o $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 5 \text{ mol/l}$.
- Błękit metylenowy.
- Woda destylowana.

2.9.4. Sporządzanie roztworu błękitu metylenowego.

Odważyć 3,74 g błękitu metylenowego, wysuszonego w temperaturze 80°C, następnie rozpuścić w 500 ml wody destylowanej. Po rozpuszczeniu uzupełnić wodę destylowaną w kolbie pomiarowej do objętości 1000 ml. Po dokładnym wymieszaniu, roztwór jest gotowy do oznaczania.

2.9.5. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej należy wlać 10 ml wody destylowanej, odmierzyć 1 ml płuczki, dodać 15 ml nadtlenu wodoru i 0,5 ml kwasu siarkowego. Zawartość kolby wymieszać przez wytrząsanie, a następnie ogrzewać przez 10 min na kuchence elektrycznej, nie dopuszczając do wrzenia. Po ostygnięciu kolby, dodać 50 ml wody destylowanej. Do mieszaniny znajdującej się w kolbie dodawać porcjami po 0,5 ml roztworu błękitu metylenowego. Po każdej porcji błękitu, zawartość kolby dokładnie mieszać przez kilkanaście sekund, a następnie przy użyciu pręcika szklanego przenieść kroplę roztworu z kolby na sączek. Czynność tę powtarzać do momentu pojawienia się niebieskiego zabarwienia na obrzeżu mokrej plamki. Po kilkunastu sekundach mieszania zawartość kolby badanie powtórzyć. Jeżeli zabarwienie powtórzy się, to oznaczanie uważamy za ukończone. W przypadku gdyby przy badaniu kontrolnym nie powstawała niebieska otoczka, to badanie należy przeprowadzać dalej.

2.9.6. Wynik. Zawartość aktywnych cząstek bentonitu (X) w płuczce należy obliczyć, w g/l, wg wzoru

$$X = 14,25 \cdot V \quad (6)$$

w którym V — ilość roztworu błękitu metylenowego użytego do badania, ml.

2.10. Oznaczanie zawartości jonów wapnia i magnezu

2.10.1. Zasada metody polega na miareczkowaniu filtratu rozcieńczonego wodą destylowaną roztworem wersenianu dwusodowego w obecności kalcesu jako wskaźnika dla oznaczania zawartości jonów, wapnia oraz miareczkowaniu filtratu rozcieńczonego wodą destylowaną roztworem wersenianu dwusodowego w obecności czerni eriochromowej jako wskaźnika dla oznaczenia sumy jonów wapnia i magnezu.

2.10.2. Przyrządy

- Zlewka lub kolba stożkowa pojemności 200 ÷ 300 ml.
- Pipeta z podziałką 0,1 ml pojemności 25 ml.
- Pipeta z podziałką 0,1 ml pojemności 5 ml.
- Pipeta z podziałką 0,1 ml pojemności 1-2 ml.
- Nasadka na pipety NP-10 lub gruszka gumowa.

2.10.3. Odczynniki i roztwory

a) Wersenian dwusodowy roztwór o

$$c\left(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{H}_{14}\text{C}_{10}\text{O}_8\text{N}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}\right) = 0,02 \text{ mol/l}$$

b) Roztwór NaOH 20%(m/m).

c) Bufor amonowy o pH = 10,0, sporządzony przez rozpuszczenie 70 g NH₄Cl w wodzie destylowanej, a następnie dodaniu 570 ml stężonego amoniaku i uzupełnieniu wodą destylowaną do 1 l.

d) Kalces — wskaźnik (1 g kalcesu utartego z 100 g NaCl).

e) Czerni eriochromowa T — wskaźnik (1 g czerni utartej z 100 g NaCl).

f) Woda destylowana.

2.10.4. Wykonanie oznaczenia

2.10.4.1. Oznaczanie zawartości jonów wapnia wobec kalcesu. Pobrać pipetą do kolby stożkowej 1 ÷ 5 ml filtratu i rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości 25 ÷ 40 ml. Dodać 1,5 ml roztworu NaOH i szczyptę kalcesu, który w obecności jonów wapniowych barwi roztwór na kolor różowofioletowy. Miareczkować roztworem wersenianu dwusodowego, ciągle mieszając, do zmiany barwy na czysto niebieską.

2.10.4.2. Oznaczanie zawartości sumy jonów wapnia i magnezu wobec czerni eriochromowej. Pobrać pipetą do kolby stożkowej 1 ÷ 5 ml filtratu i rozcieńczyć wodą destylowaną do objętości 25 ÷ 40 ml. Dodać 2,5 ml buforu amonowego i szczyptę czerni eriochromowej, po czym zawartość kolby mieszać przez potrząsanie w ciągu 3 ÷ 5 min. Roztwór, zabarwiony w obecności jonów Ca^{++} i Mg^{++} na różowo, miareczkować, ciągle mieszając, roztworem wersenianu dwusodowego do zmiany barwy na czysto niebieską.

2.10.5. Wynik

2.10.5.1. Zawartość jonów wapnia ($X_{\text{Ca}^{++}}$) w filtracie należy wyliczyć, w mg/l filtratu, wg wzoru

$$X_{\text{Ca}^{++}} = 0,4008 \cdot V_K \cdot \frac{1000}{a} \quad (4)$$

w którym:

V_K — objętość zużytego do miareczkowania wersenianu dwusodowego wobec kalcesu, ml,

a — ilość filtratu wzięta do oznaczania, ml.

2.10.5.2. Zawartość jonów magnezu ($X_{\text{Mg}^{++}}$) w filtracie należy wyliczyć, w mg/l filtratu, wg wzoru

$$X_{\text{Mg}^{++}} = 0,2432 \cdot (V_{ET} - V_K) \cdot \frac{1000}{a} \quad (5)$$

w którym:

V_{ET} — objętość zużytego do miareczkowania wersenianu dwusodowego wobec czerni eriochromowej, ml,

V_K — objętość zużytego do miareczkowania wersenianu dwusodowego wobec kalcesu, ml,

a — ilość filtratu wzięta do oznaczania, ml.

2.11. Oznaczanie alkaliczności płuczki i filtratu

2.11.1. Zasada metody polega na miareczkowaniu płuczki lub filtratu, rozcieńczonych wodą destylowaną, roztworem kwasu siarkowego w obecności fenoleftaleiny jako wskaźnika oraz dodatkowo na miareczkowaniu filtratu roztworem kwasu siarkowego w obecności oranżu metylowego jako wskaźnika.

2.11.2. Przyrządy

a) Kolba stożkowa pojemności 200 ÷ 300 ml — 2 sztuki.

b) Pipeta z podziałką 0,1 ml pojemności 2 ml.

c) Pipeta z podziałką 0,1 ml pojemności 1 ml.

d) Pipeta z podziałką 0,1 ml pojemności 25 ml.

e) Nasadka na pipety NP-10 lub gruszka gumowa.

f) Strzykawka pojemności 1-2 ml.

2.11.3. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór H_2SO_4 o $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 0,02$ mol/l.

b) Roztwór fenoleftaleiny 0,1%(m/m).

c) Roztwór oranżu metylowego 0,1%(m/m).

d) Woda destylowana pozbawiona CO_2 przez gotowanie.

2.11.4. Wykonanie oznaczania

2.11.4.1. Oznaczanie alkaliczności płuczki P_p . W dwu kolbach stożkowych umieszcza się po 1 ml badanej płuczki, uzupełnia wodą destylowaną do objętości 50 ml i dokładnie miesza przez wytrząsanie. Zawartość pierwszej kolby pozostawia się dla porównania, natomiast do drugiej wprowadza się 3 ÷ 5 kropli fenoleftaleiny. W przypadku uzyskania różowego zabarwienia, co ma miejsce przy pH większym niż 8,3, miareczkować próbkę, ciągle mieszając, roztworem H_2SO_4 do momentu uzyskania zabarwienia wyjściowego.

2.11.4.2. Oznaczanie alkaliczności filtratu pP_f i M_f . Przenieść pipetą do kolby stożkowej 1 ml filtratu, dodać 20 ml wody destylowanej i 2-3 krople fenoleftaleiny. Brak różowego zabarwienia płuczki świadczy, że alkaliczność filtratu $P_f = 0$. Próbkę zabarwioną na różowo miareczkować roztworem H_2SO_4 do odbarwienia. Zanotować objętość zużytego roztworu H_2SO_4 . Wprowadzić do tej samej próbki 3 ÷ 5 kropli oranżu metylowego i miareczkować roztworem H_2SO_4 do zmiany barwy z pomarańczowej na różową. Zanotować objętość zużytego roztworu H_2SO_4 .

2.11.5. Wynik. Objętość roztworu H_2SO_4 , zużytego do odbarwienia 1 ml płuczki wobec fenoleftaleiny jako wskaźnika, stanowi wartość P_p . Objętość roztworu H_2SO_4 , zużytego do odbarwienia 1 ml filtratu wobec fenoleftaleiny jako wskaźnika, stanowi wartość P_f .

Suma objętości roztworu H_2SO_4 , zużytego do miareczkowania 1 ml filtratu wobec fenoleftaleiny i oranżu metylenowego jako wskaźników, stanowi wartość M_f .

2.12. Oznaczanie siarczków rozpuszczalnych

2.12.1. Zasada metody polega na związaniu w filtracie siarczków rozpuszczalnych roztworem jodu, a następnie zmiareczkowaniu jego nadmiaru roztworem tiosiarczanu sodowego w obecności skrobi jako wskaźnika.

2.12.2. Przyrządy

a) Kolba stożkowa 250 ÷ 300 ml.

b) Pipeta z podziałką 0,1 ml pojemności 25 ml — 2 sztuki.

c) Pipeta z podziałką 0,1 ml pojemności 5 ml.

d) Pipeta z podziałką 0,1 ml pojemności 1-2 ml — 2 sztuki.

e) Nasadka na pipety NP-10 lub gruszka gumowa.

2.12.3. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór kwasu solnego o $c(\text{HCl}) = 2$ mol/l.

b) Roztwór jodu o $c\left(\frac{1}{2}\text{J}_2\right) = 0,01$ mol/l.

c) Roztwór tiosiarczanu sodowego o $c\left(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\right) = 0,01$ mol/l.

d) Roztwór skrobi 0,5%(m/m).

e) Woda destylowana.

2.12.4. Wykonanie oznaczania. Do kolby stożkowej należy wlać 50 ml wody destylowanej, 20 ml roztworu jodu i 1 ml roztworu HCl, po czym wlać $5 \div 10$ ml filtratu, wolno wymieszać i natychmiast miareczkować roztworem tiosiarczanu sodowego do momentu uzyskania słomkowożółtego zabarwienia. Następnie dodać 1,5 ml roztworu skrobi i miareczkować dalej roztworem tiosiarczanu sodowego. Od momentu uzyskania bladoniebieskiego zabarwienia miareczkować bardzo ostrożnie, po kropli, aż do całkowitego odbarwienia próbki.

2.12.5. Wynik. Zawartość siarczków rozpuszczalnych w filtracie X należy wyliczyć w mg H_2S/l wg wzoru

$$X = (V_J - V_T) \cdot 0,17 \cdot \frac{1000}{a} \quad (6)$$

w którym:

V_J — objętość roztworu jodu użyta do oznaczania, ml,

V_T — objętość roztworu tiosiarczanu sodowego użyta do miareczkowania, ml,

a — objętość filtratu wzięta do oznaczania, ml.

2.13. Oznaczanie zawartości H_2S metodą pośrednią
2.13.1. Zasada metody polega na wydzieleniu H_2S z próbki płuczki przez zakwaszenie roztworem H_2SO_4 , a następnie przetłoczeniu przez rurkę wskaźnikową i dokonaniu odczytu.

2.13.2. Przyrządy

a) Cylinder pomiarowy wg rys. 8.

b) Naczynie pomiarowe wg rys. 9.

c) Rurki wskaźnikowe H_2S .

d) Strzykawka lekarska pojemności 5 ml.

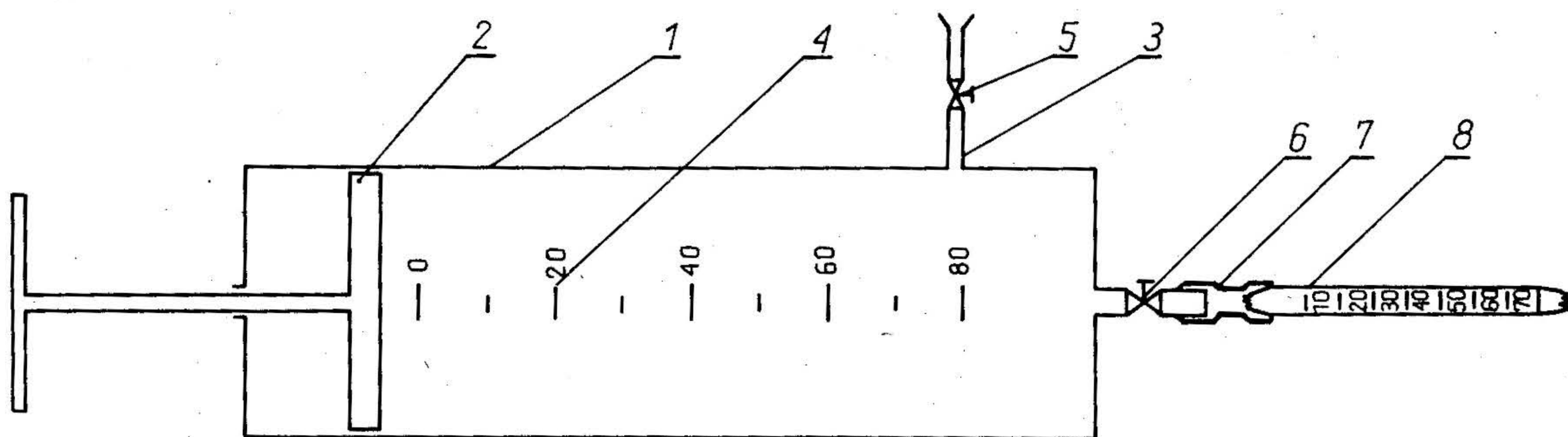
e) Strzykawka lekarska pojemności 2 ml.

2.13.3. Odczynniki i roztwory

a) Roztwór kwasu siarkowego (20%).

b) Woda destylowana.

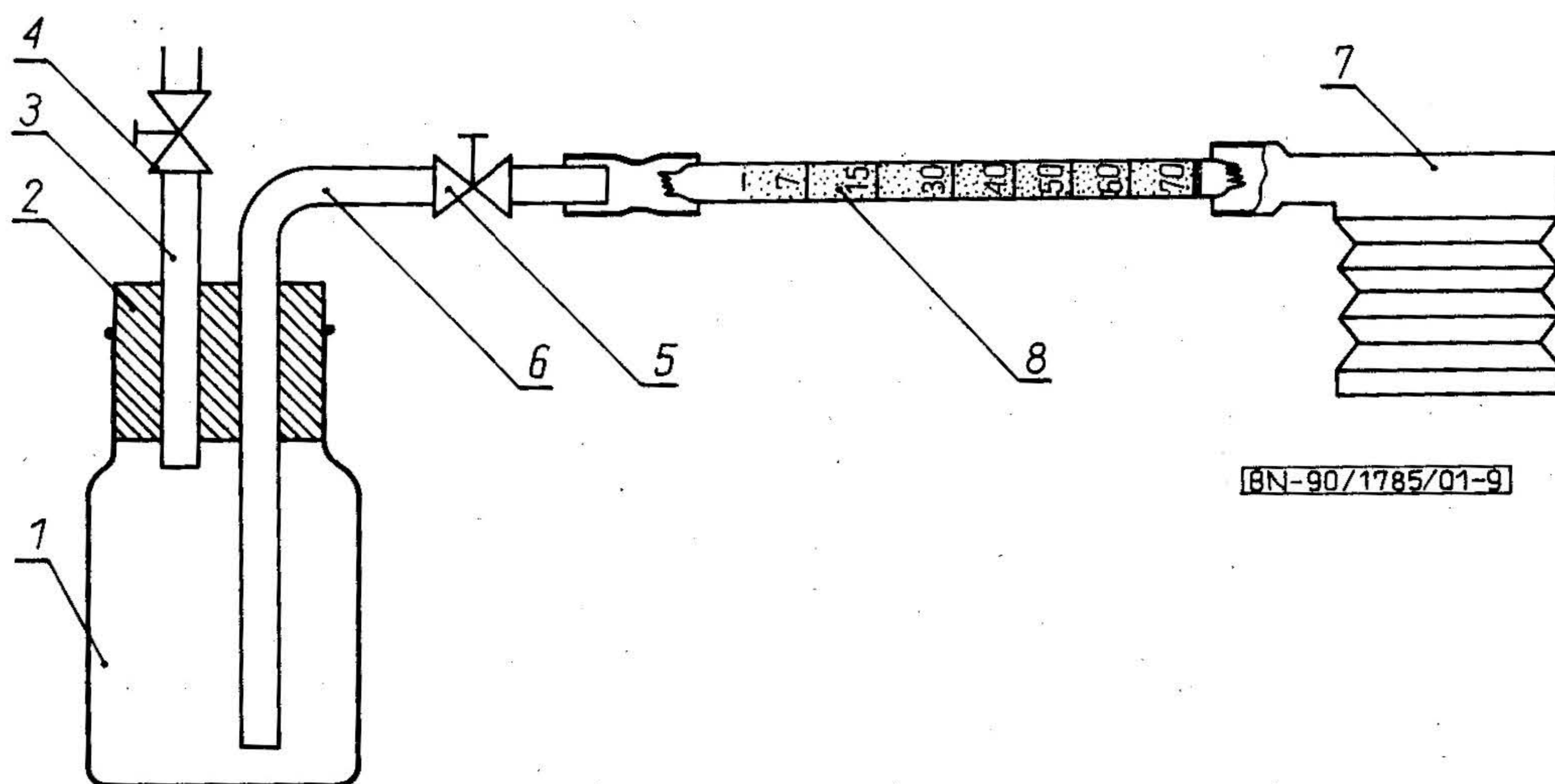
2.13.4. Wykonanie oznaczania cylindrem pomiarowym. Do cylindra pomiarowego przy zamkniętym kurku 6 i otwartym kurku 5 wprowadzić przy użyciu strzykawki przez rurkę wlewową 3 1 ml płuczki oraz 3 ml wody destylowanej i 3 ml roztworu H_2SO_4 , natychmiast zamknąć kurek 5 i mieszać zawartość cylindra przez 5 min, przez wstrząsanie. Tłok powinien znajdować się w tym czasie w położeniu zerowym. Po wymieszaniu założyć do końcówki gumowej cylindra



BN-90/1785/01-8

Rys. 8. Cylinder do pomiaru zawartości H_2S w płuczce (rysunek poglądowy)

1 — cylinder, 2 — tłok, 3 — rurka wlewowa, 4 — skala, 5, 6 — zawór, 7 — nasadka gumowa, 8 — rurka wskaźnikowa H_2S



BN-90/1785/01-9

Rys. 9. Przyrząd do pomiaru zawartości H_2S w płuczce wiertniczej

1 — naczynie, 2 — korek gumowy, 3 — rurka wlewowa, 4, 5 — kurki, 6 — rurka, 7 — mieszek, 8 — rurka wskaźnikowa

obustronnie nadłuczona rurkę wskaźnikową H_2S , otworzyć kurek 6 i powoli wytłaczać tłokiem gaz z cylindra do rurki wskaźnikowej, obserwując zabarwienie się kryształków wypełniających rurkę. Po zakończeniu wtłaczania, odczytać wskazania na rurce i objętość wytłoczonego gazu.

2.13.5. Wynik. Stężenie siarkowodoru w płuczce (X), w mg H_2S/l , obliczyć wg wzoru

$$X = 150 \frac{R}{V} \quad (7)$$

w którym:

R — odczyt z rurki wskaźnikowej,

V — objętość wtłoczonego gazu, ml.

2.13.6. Wykonanie oznaczania naczyniem pomiarowym. Do naczynia 1 pojemności 100 ml wprowadzić przez rurkę wlewową 3 1 ml płuczki oraz 3 ml wody destylowanej i 3 ml roztworu 20% H_2S_4 , po czym natychmiast zamknąć kurki 4, 5. Po 5 min mieszania zawartości naczynia przez wstrząsanie, przystąpić do pomiaru. W gumowej końcówce rurki 6 umieścić dwustronnie nadłuczona rurkę wskaźnikową H_2S 8, której drugi koniec obsadzić w mieszkę Dragara 2. Po otwarciu kurków 4, 5, powoli zasysać mieszką gaz z naczynia 1 obserwując zabarwienie się kryształków w rurce wskaźnikowej 8. Po zakończeniu zassania, odczytać wskazania na rurce.

2.13.7. Wynik. Stężenie siarkowodoru w płuczce X , w mg H_2S/l , obliczyć wg wzoru

$$X = 1,5 \cdot R \quad (8)$$

w którym R — odczyt z rurki wskaźnikowej.

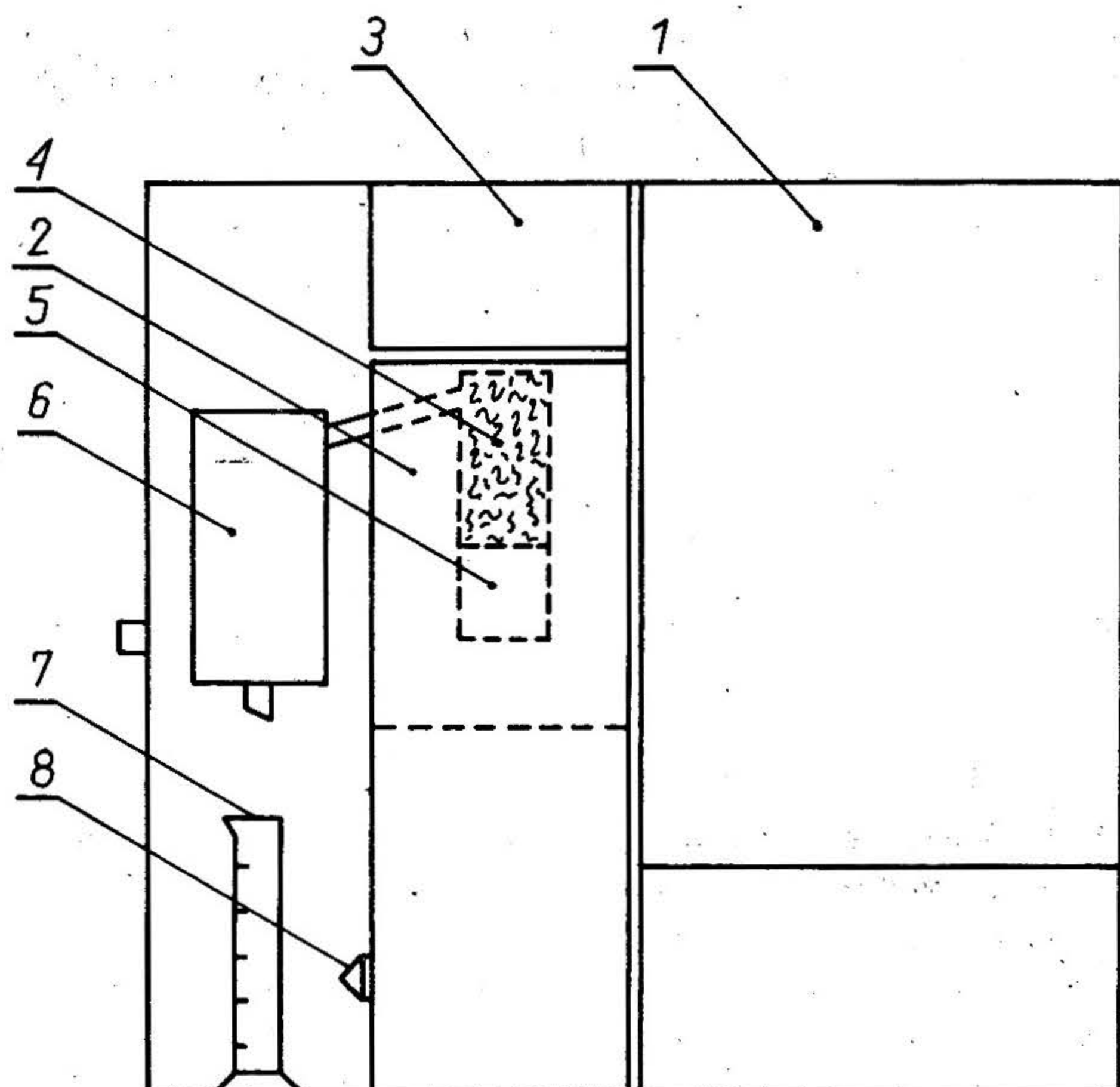
2.14. Oznaczanie zawartości fazy stałej w płuczce

2.14.1. Zasada metody polega na destylacyjnym rozdziale faz określonej objętości płuczki.

2.14.2. Przyrządy. Retorta elektryczna wg rys. 10 składa się z obudowy z komorą grzejną, naczynkiem na płuczkę i chłodnicy. Wyposażenie dodatkowe stanowi cylinder pojemności 10 ml i wata metalowa.

2.14.3. Wykonanie oznaczania. Naczynko retorty napętnić świeżo wymieszana, odpowietrzona płuczką do pełna (10 ml), nałożyć pokrywę i obetrzeć ją z nadmiaru płuczki wypływającej przez otworek w pokrywie. Górną część retorty (przestrzeń nad naczynkiem) wypełnić watą metalową. Połączyć naczynko z retortą przez dokręcenie połączenia gwintowego. Umieścić retortę w komorze grzejnej, a pod wylot chłodnicy podstawić cylinder pomiarowy pojemności 10 ml. Zamknąć pokrywę izolacyjną i włączyć zasilanie elektryczne. Włączenie zasilania sygnalizuje lampka kontrolna. Po zgaśnięciu lampki kontrolnej, świadczącym o zakończeniu destylacji, odczekać około 3 min i odczytać objętość oddestylowanej wody i ewentualnie oleju w cylindrze pomiarowym z dokładnością do 0,1 ml.

2.14.4. Wynik. Odczytana wartość objętości wody i oleju, pomnożona przez 10, stanowi ich procentową zawartość w płuczce. Zawartość fazy stałej należy wyliczyć przez odjęcie procentowej zawartości wody i oleju łącznie od 100%.



BN-90/1785/01-10

Rys. 10. Retorta elektryczna (rysunek poglądowy)

1 — obudowa, 2 — komora grzejna, 3 — pokrywa izolacyjna, 4 — wata metalowa, 5 — naczynko na płuczkę, 6 — chłodnica, 7 — cylinder pomiarowy, 8 — lampka kontrolna

2.15. Oznaczanie zawartości aktywnego fosdalenu w płuczce

2.15.1. Zasada metody polega na pomiarze objętości nieprzereagowanego fosdalenu, zawartego w płuczce wiertniczej.

2.15.2. Przyrządy

- Zestaw przyrządów do oznaczania zapiaszczenia w płuczce (wg rys. 6).
- Zlewka z podziałką pojemności 400 ml.
- Silny magnes.
- Pręcik szklany.
- Tryskawka.

2.15.3. Wykonanie oznaczania. Do zlewki wlać 100 ml badanej płuczki, naczynie pomiarowe spłukać dokładnie wodą z tryskawki do zlewki i całość rozcieńczyć do objętości $200 \div 300$ ml. Zawartość naczynia dokładnie wymieszać przy użyciu pręcika szklanego, trzymając jednocześnie silny magnes z boku zlewki. Ostrożnie wylewać i usuwać materiał nie przyciągany przez magnes. Przemyć ponownie zawartość zlewki wodą i powtórzyć zabieg usuwania materiału nie przyciąganego przez magnes. Następnie dolać około 50 ml czystej wody do zlewki i przelać jej zawartość na sito zestawu do oznaczania zapiaszczenia. Włożyć odwrócone sito do lejka, spłukać wodą fosdalen spod sita do próbki z podziałką, trzymając jednocześnie magnes przy ścianie próbki. Opadający materiał (cząstki iłu, piasek, baryt, przereagowany fosdalen) osiada na dnie próbki — odczytać jego objętość. Jest to ilość materiału nieaktywnego. Odejmuje magnes od ścianki bocznej próbki, umożliwić swobodne opadanie fosdalenu aktywnego na dno próbki. Odczytać łączną objętość materiału stałego w próbce.

Zawartość aktywnego fosdalenu (X) w próbce, w którym:
w kg/m^3 , wyliczyć ze wzoru

$$X = 4 \cdot (a - b) \cdot 0,1$$

(9)

a — łączna objętość materiału stałego w płuczce, ml,
 b — objętość materiału nieaktywnego w płuczce, ml,
 4 — gęstość fosdalenu.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Instytut Górnictwa Naftowego i Gazownictwa — Kraków.

2. Istotne zmiany do BN-76/1785-01

- a) wprowadzono aktualnie obowiązujące jednostki,
- b) wprowadzono oznaczanie zawartości jonów wapnia i magnezu, alkaliczności płuczki i filtratu, zawartości siarczków rozpuszczalnych i siarkowodoru w płuczce, fazy stałej, wody, oleju i aktywnego fosdalenu,
- c) zalecono stosowanie do pomiaru pH obok metody kolorymetrycznej metodę potencjometryczną.

3. Normy zagraniczne

American Petroleum Institute, 1969 „Standard Field Procedure for Testing Drilling Fluids” API DIV Proc., Dallas, Teksas, RP 13B

4. Literatura A. Dudek, T. Półchłopek i inni: Kompleksowe opracowanie receptur płuczek wiertniczych stosowanych w górnictwie naftowym oraz technologii sporządzania i regulowania ich własności. Kraków: Instytut Górnictwa Naftowego i Gazownictwa.

5. Autorzy projektu normy — dr Jadwiga Chudoba, inż. Albin Hejner, inż. Andrzej Żołna, techn. Adam Rozenbeiger.