

中华人民共和国国家标准

GB/T 5005—2010
代替 GB/T 5005—2001

钻井液材料规范

Specifications of drilling fluid materials

(ISO 13500:2008, Petroleum and natural gas industries—
Drilling fluid materials—Specifications and tests, MOD)

2010-09-02 发布

2010-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 重晶石粉	1
4 赤铁矿粉	5
5 钻井级膨润土	10
6 未处理膨润土	12
7 OCMA 级膨润土	14
8 凹凸棒石	16
9 海泡石	18
10 技术级低黏羧甲基纤维素(CMC-LVT)	21
11 技术级高黏羧甲基纤维素(CMC-HVT)	24
12 淀粉	27
13 低黏聚阴离子纤维素(PAC-LV)	30
14 高黏聚阴离子纤维素(PAC-HV)	34
15 钻井级生物聚合物	39
附录 A (资料性附录) 本标准章条编号与 ISO 13500:2008 章条编号对照	46
附录 B (资料性附录) 本标准与 ISO 13500:2008 技术性差异及其原因	47
附录 C (资料性附录) 重晶石粉中的矿物杂质	49
附录 D (规范性附录) 试验精度	50
参考文献	54

前 言

本标准修改采用 ISO 13500:2008《石油天然气工业 钻井液材料 规范和测试》(英文版)。

本标准根据 ISO 13500:2008 重新起草。在附录 A 中列出了本标准章条编号与 ISO 13500:2008 章条编号的对照一览表。

考虑到我国国情,在采用 ISO 13500:2008 时,本标准做了一些修改。有关技术性差异已编入正文中。在附录 B 中给出了这些技术性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准还做了下列编辑性修改:

- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- 用小数点符号“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- 用国际单位制单位代替了 ISO 13500 中的英制单位。

本标准代替 GB/T 5005—2001《钻井液材料规范》。

本标准与 GB/T 5005—2001 相比主要变化如下:

- 增加了第 13 章“低黏聚阴离子纤维素(PAC-LV)”、第 14 章“高黏聚阴离子纤维素(PAC-HV)”和第 15 章“钻井级生物聚合物”;
- 考虑到我国矿源和油田实际,将重晶石粉和赤铁矿粉按密度分别分为两级(见本版的 3.1.2 和 4.1.2);
- 删除了原标准中的附录 A“产品实验报告格式”和附录 B“产品质量检验单格式”;将其附录 D“黏度效应的测定”编入正文,代替“沉降法测定等效球径小于 6 μm 颗粒”;
- 按 GB/T 20000.2—2001《标准化工作指南 第 2 部分:采用国际标准的规则》调整了本标准的编排顺序。

本标准的附录 D 为规范性附录,附录 A、附录 B、附录 C 为资料性附录。

本标准由中国石油天然气集团公司提出。

本标准由全国石油天然气标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:石油工业标准化研究所、大港油田集团油田化学有限公司。

本标准主要起草人:杜德林、朴昌浩、王欣、王奎才、宗瑞国、殷以波、丁长光。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5005—2001。

钻井液材料规范

1 范围

本标准规定了油气井钻井液材料的性能和测试步骤。这些材料包括重晶石粉、赤铁矿粉、钻井级膨润土、未处理膨润土、OCMA 级膨润土、凹凸棒石、海泡石、技术级低黏羧甲基纤维素、技术级高黏羧甲基纤维素、淀粉、低黏聚阴离子纤维素、高黏聚阴离子纤维素及钻井级生物聚合物。

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。

GB/T 16783.1—2006 石油天然气工业 钻井液现场测试 第1部分：水基钻井液(ISO 10414-1:2001, IDT)

ASTM D 1141-1998(2003) 人造海水配制标准作法

ASTM E 11 试验用筛子及其金属丝标准规范

ASTM E 161 精密电成型筛子标准规范

ASTM E 177 试验方法中精密度和偏倚术语的使用

ASTM E 691 为测定试验方法精密度实施的实验室的研究

3 重晶石粉

3.1 概述

3.1.1 钻井级重晶石粉是用含硫酸钡的商业矿石生产的。生产商应保存这些商业矿石的分析证书和类似文件。重晶石粉可以由单一矿石或混合矿石生产，可以是直接开采出的产品，也可以是用洗选、摇床、跳汰或浮选等增效方法处理过的产品。除了硫酸钡($BaSO_4$)外，重晶石粉还可能含有其他附带矿物。由于这些矿物杂质的存在，使得商业重晶石粉的颜色变化各异，从灰白色到灰色、红色或棕色。常见的附带矿物有诸如石英、燧石、菱铁矿、白云岩以及金属氧化物和硫化物等。尽管这些矿物在通常情况下是不溶解的，但在某些条件下，它们可以和某些钻井液中的其他成分发生反应而对钻井液性能产生不良影响(详细情况参见附录 C)。重晶石粉及其他部分产品的试验精度见附录 D。

3.1.2 按本标准提供的重晶石粉应符合表 1 规定的技术要求。

表 1 重晶石粉技术要求

项 目	指 标	
	I 级	II 级
密度/(g/cm ³)	≥4.20	<4.20 且 ≥4.05
水溶性碱土金属的含量(以钙计)/(mg/kg)	≤250	
75 μm 筛余(质量分数)/%	≤3.0	
黏度效应/(mPa·s)	加入硫酸钙前	≤140
	加入硫酸钙后	≤140

3.2 试剂与仪器——李氏瓶法测定密度

- a) 无水煤油;
- b) 烘箱:可控制在 105 °C ± 3 °C;
- c) 干燥器:装有硫酸钙(化学纯)干燥剂,或等效产品;
- d) 李氏瓶:夹紧或加重物,以防在水槽中浮起;
- e) 恒温槽:透明,控制温度 32 °C ± 0.5 °C,控制精度 ± 0.1 °C(例如配有加热和循环辅助设备的 40 L 水槽或等效物);
- f) 天平:精度为 0.01 g;
- g) 刻度移液管:容量 10 mL;
- h) 放大镜;
- i) 木棒:直径约 8 mm,长度约 30 cm,或等效物;
- j) 纸巾:具有吸湿性;
注:实验室级纸巾不具有吸湿性,因而不适用于本测试程序。
- k) 称量皿:低温型,带有喷嘴,容量约 100 mL,或等效物;
- l) 毛刷:小型,细毛。

3.3 测试步骤——李氏瓶法测定密度

- 3.3.1 称取约 100 g 重晶石粉,在 105 °C ± 3 °C 的烘箱中烘干至少 2 h,放入干燥器中,冷却至室温。
- 3.3.2 在一干净、干燥的李氏瓶中加入煤油至零刻度线下约 22 mm 处。
- 3.3.3 将李氏瓶直立放入 32 °C ± 0.5 °C 的恒温槽中。槽中水面应高出李氏瓶的 24 cm³ 刻度线,但应低于瓶塞位置。用夹子或重物确保其稳定。
- 3.3.4 使李氏瓶及其所盛液体恒温至少 1 h。保持李氏瓶在恒温槽内,用放大镜仔细观察弯月面的位置,在弯月面最底部读取初始体积,精确至 0.05 cm³,记录初始体积 V_1 。
如果恒温后煤油液面不在 -0.2 cm³ 至 +1.2 cm³ 范围内,则用 10 mL 刻度移液管添加或移出煤油,以使液面落在该范围内。让李氏瓶恒温至少 1 h,并记录初始体积。
- 3.3.5 从恒温槽中取出李氏瓶,擦干并取下瓶塞。在木棒上斜卷若干段纸巾,将李氏瓶颈部的内表面擦干。木棒及纸巾不得与瓶内煤油接触。
- 3.3.6 用称量皿称取 80 g ± 0.05 g 干燥过的重晶石粉,记录重晶石粉的质量 m 。小心移至李氏瓶中。注意避免煤油溅出,或重晶石粉堵塞瓶颈的圆球部分。需要反复将少量重晶石粉加入。用刷子将残余的重晶石粉全部转入李氏瓶中,然后盖好瓶塞。
- 3.3.7 必要时用木棒轻拍瓶颈部或小心地左右摇动,以赶下粘在瓶壁上的重晶石粉。不要使煤油接触磨口玻璃塞。
- 3.3.8 沿着一个偏离垂直面不超过 45° 的光滑斜面缓缓滚动瓶子,或将直立的瓶颈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。
- 3.3.9 将李氏瓶放回恒温槽中,静置至少 0.5 h。
- 3.3.10 将李氏瓶从恒温槽中取出,重复 3.3.8 中的试验步骤,以除去重晶石粉样品中的所有残留空气。
- 3.3.11 再次将李氏瓶浸入恒温槽中,静置至少 1 h。
- 3.3.12 按照 3.3.4 中所述的同样方法记录最终体积 V_2 。

3.4 计算——李氏瓶法测定密度

按式(1)计算密度 ρ :

$$\rho = \frac{m}{V_2 - V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——样品密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3);

m ——样品质量,单位为克(g);

V_1 ——初始体积,单位为立方厘米(cm^3);

V_2 ——最终体积,单位为立方厘米(cm^3)。

3.5 试剂与仪器——水溶性碱土金属(以钙计)

- a) EDTA 水溶液: $3.72 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 二水合乙二胺四乙酸二钠盐(化学纯),在容量瓶中用去离子水稀释至 $1\,000 \text{ mL}$ (0.01 mol/L);
- b) 缓冲溶液: $67.5 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 氯化铵(化学纯)及 $570 \text{ mL} \pm 1 \text{ mL}$ 浓度为 15 mol/L 的氢氧化铵(化学纯)溶液,在容量瓶中用去离子水稀释至 $1\,000 \text{ mL}$;
- c) 硬度指示剂: $1 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 钙镁指示剂,即 1-(1-羟基-4-甲基苯偶氮)-2-萘酚-4-磺酸,或等效物,在容量瓶中用去离子水稀释至 $1\,000 \text{ mL}$;
- d) 去离子水或蒸馏水;
- e) 天平:称量范围大于 100 g ,精度为 0.01 g ;
- f) 锥形瓶:容量 250 mL ,配有密封良好的塞子;
- g) 量筒:容量 100 mL ,刻度 1 mL ;
- h) 滴定容器:容量 100 mL 至 150 mL 的锥形瓶;
- i) 移液管或滴定管:刻度为 0.1 mL ;
- j) 移液管:容量 10 mL ,或等效物;
- k) 滤失仪:低温低压式,符合 GB/T 16783.1—2006,或过滤漏斗;
- l) 滤纸:Whatman 50 型,或等效物;
- m) 玻璃容器:小型;
- n) 机械振荡器:任选;
- o) 容量瓶:容量 $1\,000 \text{ mL}$;
- p) 搅拌棒;
- q) 烘箱:可控制在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

3.6 测试步骤——水溶性碱土金属(以钙计)

3.6.1 称取 $100 \text{ g} \pm 0.05 \text{ g}$ 在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥过的重晶石粉,移到锥形瓶中,加 $100 \text{ mL} \pm 1 \text{ mL}$ 去离子水。盖好塞子,在约 1 h 内至少振摇 5 min ,或者用机械振荡器振摇 20 min 至 30 min 。

3.6.2 振摇后,用低压滤失仪或过滤漏斗加两层滤纸将悬浮液过滤,将滤液收集到合适的玻璃容器中。

3.6.3 加 $50 \text{ mL} \pm 1 \text{ mL}$ 去离子水至滴定容器。加约 2 mL 缓冲溶液和足量硬度指示剂,以呈现明显的蓝色。摇动使之混匀。

如这时溶液呈现的颜色并非明显蓝色,则表明仪器和/或水被污染。寻找并消除污染源,重新进行实验。

3.6.4 用移液管量取 3.6.2 中的滤液 10 mL 转移至 3.6.3 中的溶液中,摇匀。若溶液呈现蓝色则表明硬度为零,试验结束。如果有钙和/或镁存在,将出现酒红色。将滤液体积记作 V_4 。

3.6.5 如钙和/或镁存在,开始搅动滴定瓶并用 EDTA 溶液滴定至蓝色终点。滴定终点最好是继续加 EDTA 不再产生由红到蓝的颜色变化。达到蓝色终点时所消耗的 EDTA 体积记作 V_3 。

如果终点不清晰或观察不到终点,就必须进行其他试验,例如原子吸收光谱。并记录所用试验方法及所得结果。

3.7 计算——水溶性碱土金属(以钙计)

按式(2)计算水溶性碱土金属的含量(以钙计) w_{AEM} :

$$w_{\text{AEM}} = 400 \times \frac{V_3}{V_4} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

w_{AEM} ——水溶性碱土金属的含量(以钙计),单位为毫克每千克(mg/kg);

V_3 ——消耗的 EDTA 体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——所用滤液体积,单位为毫升(mL)。

3.8 试剂与仪器——75 μm 筛余

- a) 六偏磷酸钠(化学纯);
- b) 烘箱:可控制在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$;
- c) 干燥器:装有硫酸钙(化学纯)干燥剂,或等效物;
- d) 天平:精度为 0.01 g;
- e) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 $11\ 000\ \text{r}/\text{min} \pm 300\ \text{r}/\text{min}$),或等效物,转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- f) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm (例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- g) 筛子:75 μm ,符合 ASTM E 161 的要求,近似尺寸为直径 76 mm,从上边框到筛网高 69 mm;
- h) 喷嘴:带有 1/4 TT 喷嘴体(Spraying Systems 公司的带有 1/4 TT 喷嘴体的 TG 6.5 喷嘴,或等效物),接到带有 90° 弯头的水管线上;
- i) 水压调节器:能调节至 $69\ \text{kPa} \pm 7\ \text{kPa}$;
- j) 蒸发皿:或等效物;
- k) 洗瓶。

3.9 测试步骤——75 μm 筛余

3.9.1 必要时,称取约 60 g 重晶石粉,在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$ 下烘干 2 h,放入干燥器中冷却至室温。

3.9.2 称取 $50\ \text{g} \pm 0.01\ \text{g}$ 干燥过的重晶石粉,将此质量记作 m ,加入到含有 0.2 g 六偏磷酸钠的 350 mL 水中,在搅拌器上搅拌 $5\ \text{min} \pm 1\ \text{min}$ 。

3.9.3 将样品转移至 75 μm 筛子中。用洗瓶将搅拌杯中的全部物料转移至筛子中。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 $2\ \text{min} \pm 15\ \text{s}$ 。冲洗时,使喷嘴大致位于筛子顶部的平面上,并且在样品上方反复移动水流。

3.9.4 将残留物从筛子冲洗到已称量的蒸发皿中。并轻轻倒出多余的清水。

3.9.5 在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$ 的烘箱中将筛余烘干至恒重(称准至 $\pm 0.01\ \text{g}$)。记录筛余质量 m_2 。

3.10 计算——75 μm 筛余

按式(3)计算 75 μm 筛余的含量 w_1 :

$$w_1 = 100 \times \frac{m_2}{m} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

w_1 ——75 μm 筛余的含量(质量分数), %;

m ——样品质量,单位为克(g);

m_2 ——75 μm 筛余质量,单位为克(g)。

3.11 试剂与仪器——黏度效应测定

- a) 蒸馏水;
- b) 无水硫酸钙(化学纯):通过 0.175 mm 孔径筛;
- c) 烘箱:可控制在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$;
- d) 天平:精度为 0.01 g;

- e) 搪瓷杯:1 L;
- f) 低速搅拌器;
- g) 实验室用小勺;
- h) 钻井液密度计:符合 GB/T 16783.1—2006;
- i) 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006;
- j) 玻璃棒。

3.12 测试步骤——黏度效应测定

3.12.1 黏度效应指密度为 2.50 g/cm^3 的重晶石粉蒸馏水悬浮液,经搅拌并养护 24 h 后,该悬浮液在加入硫酸钙前后的表观黏度。

3.12.2 用 250 mL 蒸馏水配制密度为 2.50 g/cm^3 的重晶石粉蒸馏水悬浮液,其重晶石粉加量可按式(4)求得:

$$m = \frac{375\rho}{\rho - 2.50} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m ——重晶石粉加量,单位为克(g);

ρ ——3.4 中测得的重晶石粉密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

3.12.3 向 1 L 搪瓷杯中加入 250 mL 蒸馏水,称取已在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ 下烘干 2 h 并冷却至室温的重晶石粉样品(称准至 0.1 g),在低速搅拌器搅拌下,用小勺加入搪瓷杯,加完后再搅拌 15 min(期间至少应停下两次,刮下黏附在容器壁上和搅拌器叶片上的重晶石粉)。将搅拌后的悬浮液在 $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 下密闭养护 24 h。

3.12.4 将养护后的悬浮液用低速搅拌器搅拌 15 min,用钻井液密度计测量悬浮液的密度。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黏度计的样品杯中,用玻璃棒搅匀后在 600 r/min 下测定悬浮液的表观黏度(因悬浮液沉降较快,应读取读值下降前的最大值)。

3.12.5 若测得的悬浮液密度不在 $2.50 \text{ g/cm}^3 \pm 0.02 \text{ g/cm}^3$ 范围内,则应调整重晶石粉加量,重新配制悬浮液,按照 3.12.3 和 3.12.4 的规定测定。

3.12.6 向测定黏度后的悬浮液中加入通过 0.175 mm 孔径筛的无水硫酸钙 2.50 g,用低速搅拌器搅拌 5 min,在 $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 下静置 30 min,再搅拌 15 min(期间至少应停下两次,刮下黏附在容器壁上和搅拌器叶片上的重晶石粉)。按照 3.12.4 的规定测定悬浮液的表观黏度。

3.13 计算——黏度效应测定

对于加入硫酸钙前后的悬浮液,按式(5)分别计算其表观黏度:

$$AV = \frac{R_{600}}{2} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

AV ——悬浮液的表观黏度,单位为毫帕秒($\text{mPa} \cdot \text{s}$);

R_{600} ——黏度计在 600 r/min 下的读值。

4 赤铁矿粉

4.1 概述

4.1.1 钻井级赤铁矿粉是用商业矿石生产的,可以是赤铁矿单一矿石或混合矿石。赤铁矿矿石可以是直接开采出的产品,或处理过的产品。除了氧化铁(Fe_2O_3)外,它还含有少量附带矿物,包括氧化硅、氧化铝、氧化钙和氧化镁。

4.1.2 按本标准提供的赤铁矿粉应符合表 2 规定的技术要求。

表 2 赤铁矿粉技术要求

项 目	指 标	
	I 级	II 级
密度/(g/cm ³)	≥5.05	<5.05 且 ≥4.85
水溶性碱土金属含量(以钙计)/(mg/kg)	≤100	
75 μm 筛余(质量分数)/%	≤1.5	
45 μm 筛余(质量分数)/%	≤15	
黏度效应/(mPa·s)	加入硫酸钙前	≤140
	加入硫酸钙后	≤140

4.2 试剂与仪器——李氏瓶法测定密度

- a) 无水煤油;
- b) 烘箱:可控制在 105 °C ± 3 °C;
- c) 干燥器:装有硫酸钙(化学纯)干燥剂,或等效产品;
- d) 李氏瓶:夹紧或加重物,以防在水槽中浮起;
- e) 恒温槽:透明,控制温度 32 °C ± 0.5 °C,控制精度 ± 0.1 °C(例如配有加热和循环辅助设备的 40 L 水槽或等效物);
- f) 天平:精度为 0.01 g;
- g) 刻度移液管:容量 10 mL;
- h) 放大镜;
- i) 木棒:直径约 8 mm,长度约 30 cm,或等效物;
- j) 纸巾:具有吸湿性;
注:实验室级纸巾不具有吸湿性,因而不适用于本测试程序。
- k) 称量皿:低温型,带有喷嘴,容量约 100 mL,或等效物;
- l) 毛刷:小型,细毛。

4.3 测试步骤——李氏瓶法测定密度

4.3.1 称取约 120 g 赤铁矿粉,在 105 °C ± 3 °C 的烘箱中烘干至少 2 h,放入干燥器中,冷却至室温。

4.3.2 在一干净的李氏瓶中加入煤油至零刻度线下约 22 mm 处。

4.3.3 将李氏瓶直立放入 32 °C ± 0.5 °C 的恒温槽中。槽中水面应高出李氏瓶 24 cm³ 刻度线,但应低于瓶塞位置。用夹子或重物确保其稳定。

4.3.4 使李氏瓶及其所盛液体恒温至少 1 h。保持李氏瓶在恒温槽内,用放大镜仔细观察弯月面的位置,在弯月面最底部读取初始体积,精确至 0.05 cm³,记录初始体积 V_1 。

如果恒温后煤油液面不在 -0.2 cm³ 至 +1.2 cm³ 范围内,则用 10 mL 刻度移液管添加或移出煤油,以使液面落在该范围内。让李氏瓶恒温至少 1 h,并记录初始体积。

4.3.5 从恒温槽中取出李氏瓶,擦干并取下瓶塞。在木棒上斜卷若干段纸巾,以此为擦子将李氏瓶颈部的内表面擦干。木棒及纸巾不得与瓶内煤油接触。

4.3.6 用称量皿称取 100 g ± 0.05 g 干燥过的赤铁矿粉,记录赤铁矿粉的质量 m ,小心移至李氏瓶中。注意避免煤油溅出,或赤铁矿粉堵塞瓶颈圆球部分。需要反复将少量赤铁矿粉加入。用刷子将残余的赤铁矿粉全部转入李氏瓶中,然后盖好瓶塞。

4.3.7 必要时用木棒轻拍瓶颈部或小心地左右摇动,以赶下粘在瓶壁上的赤铁矿粉。不要使煤油接触磨口玻璃塞。

4.3.8 沿着一个偏离垂直面不超过 45° 的光滑斜面缓缓滚动瓶子,或将直立的瓶颈放在两手掌间快速

转动,以除去赤铁矿粉样品中夹带的空气。重复上述步骤直到看不见赤铁矿粉中再有气泡出现为止。

4.3.9 将李氏瓶放回恒温槽中,静置至少 0.5 h。

4.3.10 将李氏瓶从恒温槽中取出,重复 4.3.8 中的试验步骤,以除去赤铁矿粉样品中的所有残留空气。

4.3.11 再次将李氏瓶浸入恒温槽中,静置至少 1 h。

4.3.12 按照 4.3.4 中所述的同样方法记录最终体积。

4.4 计算——李氏瓶法测定密度

按式(6)计算密度 ρ :

$$\rho = \frac{m}{V_2 - V_1} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

ρ ——样品密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3);

m ——样品质量,单位为克(g);

V_1 ——初始体积,单位为立方厘米(cm^3);

V_2 ——最终体积,单位为立方厘米(cm^3)。

4.5 试剂与仪器——水溶性碱土金属(以钙计)

- a) EDTA 水溶液:3.72 g \pm 0.01 g 二水合乙二胺四乙酸二钠盐(化学纯),在容量瓶中用去离子水稀释至 1 000 mL(0.01 mol/L);
- b) 缓冲溶液:67.5 g \pm 0.01 g 氯化铵(化学纯)及 570 mL \pm 1 mL 浓度为 15 mol/L 的氢氧化铵(化学纯)溶液,在容量瓶中用去离子水稀释至 1 000 mL;
- c) 硬度指示剂:1 g \pm 0.01 g 钙镁指示剂,即 1-(1-羟基-4-甲基苯偶氮)-2-萘酚-4-磺酸,或等效物,在容量瓶中用去离子水稀释至 1 000 mL;
- d) 去离子水或蒸馏水;
- e) 天平:量程大于 100 g,精度为 0.01 g;
- f) 锥形瓶:容量 250 mL,配有密封良好的塞子;
- g) 量筒:容量 100 mL,刻度 1 mL;
- h) 滴定容器:容量 100 mL 至 150 mL 的锥形瓶;
- i) 移液管或滴定管:刻度为 0.1 mL;
- j) 移液管:10 mL;
- k) 滤失仪:低温低压式,符合 GB/T 16783.1—2006,或过滤漏斗;
- l) 滤纸:Whatman 50 型,或等效物;
- m) 玻璃容器:小型;
- n) 机械振荡器:任选;
- o) 容量瓶:1 000 mL;
- p) 搅拌棒;
- q) 烘箱:可控制在 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 3 $^{\circ}\text{C}$ 。

4.6 测试步骤——水溶性碱土金属(以钙计)

4.6.1 称取 100 g \pm 0.05 g 在 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 3 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥过的赤铁矿粉,移到锥形瓶中,加 100 mL \pm 1 mL 去离子水。盖好塞子,在约 1 h 内至少振摇 5 min,或者用机械振荡器振摇 20 min 至 30 min。

4.6.2 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,将滤液收集到一合适的玻璃容器中。

4.6.3 将 50 mL \pm 1 mL 去离子水放入滴定容器,加入约 2 mL 缓冲溶液和足量硬度指示剂,以呈现明显的蓝色。摇动使之混匀。

如这时溶液呈现的颜色并非明显蓝色,则表明仪器和/或水被污染。寻找并消除污染源,重新进行实验。

4.6.4 用移液管量取 4.6.2 中的滤液 10 mL 转移至 4.6.3 中的溶液中,摇匀。若溶液呈蓝色则表明硬度为零,试验结束。如果有钙和/或镁存在,将出现酒红色。将滤液体积记作 V_4 。

4.6.5 如果硬度存在,开始搅动滴定瓶并用 EDTA 溶液滴定至蓝色终点。滴定的终点最好是继续加 EDTA 不再产生由红到蓝的颜色变化。达到蓝色终点时所消耗的 EDTA 体积记作 V_3 。

如果终点不清晰或观察不到终点,就必须进行其他试验,例如原子吸收光谱。并记录所用试验方法及所得结果。

4.7 计算——水溶性碱土金属(以钙计)

按式(7)计算水溶性碱土金属的含量(以钙计) w_{AEM} :

$$w_{AEM} = 400 \times \frac{V_3}{V_4} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

w_{AEM} ——水溶性碱土金属的含量(以钙计),单位为毫克每千克(mg/kg);

V_3 ——消耗 EDTA 的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——所用滤液的体积,单位为毫升(mL)。

4.8 试剂与仪器——75 μm 和 45 μm 筛余

- a) 六偏磷酸钠(化学纯);
- b) 烘箱:可控制在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$;
- c) 干燥器:装有硫酸钙干燥剂,或等效物;
- d) 天平:精度为 0.01 g;
- e) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 $11\ 000\ \text{r}/\text{min} \pm 300\ \text{r}/\text{min}$),或等效物;转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- f) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- g) 筛子:75 μm ,符合 ASTM E 161 的要求,近似尺寸为直径 76 mm,从上边框到筛网高 69 mm;
- h) 筛子:45 μm ,符合 ASTM E 161 的要求,近似尺寸为直径 76 mm,从上边框到筛网高 69 mm;
- i) 喷嘴:带有 1/4 TT 喷嘴体(Spraying Systems 公司的带有 1/4 TT 喷嘴体的 TG 6.5 喷嘴,或等效物),接到带有 90° 弯头的水管线上;
- j) 水压调节器:能调节至 $69\ \text{kPa} \pm 7\ \text{kPa}$;
- k) 蒸发皿:或等效物;
- l) 洗瓶。

4.9 测试步骤——75 μm 和 45 μm 筛余

4.9.1 必要时,称取约 120 g 赤铁矿粉,在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$ 下烘干 2 h,放入干燥器中冷却至室温。

4.9.2 称取 $50\ \text{g} \pm 0.01\ \text{g}$ 干燥过的赤铁矿粉,加入到含有 0.2 g 六偏磷酸钠的 350 mL 水中,在搅拌器上搅拌 $5\ \text{min} \pm 1\ \text{min}$ 。

4.9.3 将样品转移至 75 μm 筛子中。用洗瓶将搅拌杯中的全部物料转移至筛子中。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 $2\ \text{min} \pm 15\ \text{s}$ 。冲洗时,使喷嘴大致位于筛子顶部的平面上,并且在样品上方反复移动水流。

4.9.4 将残留物从筛子冲洗到已称量的蒸发皿中,并轻轻倒出多余的清水。

4.9.5 在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$ 的烘箱中将筛余烘干至恒重(称准至 $\pm 0.01\ \text{g}$)。记录筛余质量 m_2 。

4.9.6 用 45 μm 筛子,重复 4.9.2 至 4.9.5。

4.10 计算——75 μm 和 45 μm 筛余

按式(8)计算 75 μm 筛余的含量 w_1 ;按式(9)计算 45 μm 筛余的含量 w_5 :

$$w_1 = 100 \times \frac{m_2}{m} \dots\dots\dots(8)$$

式中:

w_1 ——75 μm 筛余的含量(质量分数), %;

m ——样品质量,单位为克(g);

m_2 ——75 μm 筛余质量,单位为克(g)。

$$w_5 = 100 \times \frac{m_2}{m} \dots\dots\dots(9)$$

式中:

w_5 ——45 μm 筛余的含量(质量分数), %;

m ——样品质量,单位为克(g);

m_2 ——45 μm 筛余质量,单位为克(g)。

4.11 试剂与仪器——黏度效应测定

- a) 蒸馏水;
- b) 无水硫酸钙(化学纯):通过 0.175 mm 孔径筛;
- c) 烘箱:可控制在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$;
- d) 天平:精度为 0.01 g;
- e) 搪瓷杯:1 L;
- f) 低速搅拌器;
- g) 实验室用小勺;
- h) 钻井液密度计:符合 GB/T 16783.1—2006;
- i) 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006;
- j) 玻璃棒。

4.12 测试步骤——黏度效应测定

4.12.1 黏度效应指密度为 2.50 g/cm^3 的赤铁矿粉蒸馏水悬浮液,经搅拌并养护 24 h 后,该悬浮液在加入硫酸钙前后的表观黏度。

4.12.2 用 250 mL 蒸馏水配制密度为 2.50 g/cm^3 的赤铁矿粉蒸馏水悬浮液,其赤铁矿粉加量可按式(10)求得:

$$m = \frac{375\rho}{\rho - 2.50} \dots\dots\dots(10)$$

式中:

m ——赤铁矿粉加量,单位为克(g);

ρ ——4.4 中测得的赤铁矿粉密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

4.12.3 向 1 L 搪瓷杯中加入 250 mL 蒸馏水,称取已在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 3\text{ }^\circ\text{C}$ 下烘干 2 h 并冷却至室温的赤铁矿粉样品(称准至 0.1 g),在低速搅拌器搅拌下,用小勺加入搪瓷杯,加完后再搅拌 15 min(期间至少应停下两次,刮下黏附在容器壁上和搅拌器叶片上的赤铁矿粉)。将搅拌后的悬浮液在 $25\text{ }^\circ\text{C} \pm 1\text{ }^\circ\text{C}$ 下密闭养护 24 h。

4.12.4 将养护后的悬浮液用低速搅拌器搅拌 15 min,用钻井液密度计测量悬浮液的密度。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黏度计的样品杯中,用玻璃棒搅匀后在 600 r/min 下测定悬浮液的表观黏度(因悬浮液沉降较快,应读取读值下降前的最大值)。

4.12.5 若测得的悬浮液密度不在 $2.50\text{ g/cm}^3 \pm 0.02\text{ g/cm}^3$ 范围内,则应调整赤铁矿粉加量,重新配制悬浮液,按照 4.12.3 和 4.12.4 的规定测定。

4.12.6 向测定黏度后的悬浮液中加入通过 0.175 mm 孔径筛的无水硫酸钙 2.50 g,用低速搅拌器搅拌 5 min,在 $25\text{ }^\circ\text{C} \pm 1\text{ }^\circ\text{C}$ 下静置 30 min,再搅拌 15 min(期间至少应停下两次,刮下黏附在容器壁上和

搅拌器叶片上的赤铁矿粉)。按照 4.12.4 的规定测定悬浮液的表观黏度。

4.13 计算——黏度效应测定

对于加入硫酸钙前后的悬浮液,按式(11)分别计算其表观黏度:

$$AV = \frac{R_{600}}{2} \dots\dots\dots(11)$$

式中:

AV——悬浮液的表观黏度,单位为毫帕秒(mPa·s);

R₆₀₀——黏度计在 600 r/min 下的读值。

5 钻井级膨润土

5.1 概述

5.1.1 钻井级膨润土是一种含有黏土矿物蒙脱石的天然黏土矿物。它也可能含有诸如石英、云母、长石和方解石这样的附属矿物。

5.1.2 按本标准提供的膨润土应符合表 3 规定的技术要求。

表 3 钻井级膨润土技术要求

项 目		指 标
悬浮液	黏度计 600 r/min 读值	≥30
	动塑比/[Pa/(mPa·s)]	≤1.5
	滤失量/mL	≤15.0
75 μm 筛余(质量分数)/%		≤4.0

5.2 试剂与仪器——悬浮液性能

- a) 温度计:精度为 0.5 °C;
- b) 天平:精度为 0.01 g;
- c) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min±300 r/min),或等效物;转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- d) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- e) 刮刀;
- f) 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006;
- g) 滤失仪:低温低压式,符合 GB/T 16783.1—2006;
- h) 滤纸:Whatman 50 型,或等效物;
- i) 量筒:两只,容量 500 mL±5 mL 和 10 mL±0.1 mL;
- j) 去离子水或蒸馏水;
- k) 容器:带盖,容量约为 500 mL;
- l) 计时器:两个,机械式或电子式。

5.3 测试步骤——悬浮液流变性

5.3.1 制备膨润土悬浮液。边在搅拌器上搅拌边向 350 mL±5 mL 去离子水中加入 22.5 g±0.01 g 膨润土(收到的样品)。

5.3.2 在搅拌 5 min±0.5 min 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有膨润土。将粘在刮刀上的所有膨润土混到悬浮液中。

5.3.3 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有膨润土。总搅拌时间应为 20 min±1 min。

5.3.4 室温下或在恒温设备(25℃±1℃)中,将膨润土悬浮液在密闭或带盖容器中养护,养护时间为16 h。记录养护温度。

5.3.5 将膨润土悬浮液养护之后,摇匀并倒入搅拌杯中,在搅拌器上搅拌5 min±0.5 min。

5.3.6 将悬浮液倒入为直读式黏度计配备的样品杯中。测定黏度计在600 r/min和300 r/min时的读值,读值应在每档转速下达到稳定值后读取。测定应在悬浮液温度为25℃±1℃的条件下进行。

5.4 计算——悬浮液流变性

按式(12)计算塑性黏度 PV ;按式(13)计算动切力 YP ;按式(14)计算动塑比 b :

$$PV = R_{600} - R_{300} \quad \dots\dots\dots(12)$$

$$YP = \frac{R_{300} - PV}{2} \quad \dots\dots\dots(13)$$

$$b = YP/PV \quad \dots\dots\dots(14)$$

式中:

PV ——塑性黏度,单位为毫帕秒($\text{mPa} \cdot \text{s}$);

YP ——动切力,单位为帕(Pa);

b ——动塑比,单位为帕每毫帕秒 $[\text{Pa}/(\text{mPa} \cdot \text{s})]$;

R_{600} ——黏度计在600 r/min时的读值;

R_{300} ——黏度计在300 r/min时的读值。

5.5 测试步骤——悬浮液滤失量

5.5.1 重新混合5.3中制备和测试过的所有悬浮液,装在搅拌杯中在搅拌器上搅拌1 min±0.5 min。调整悬浮液温度至25℃±1℃。

5.5.2 将悬浮液倒入滤失仪样品杯中。在倒入悬浮液之前,要保证滤失仪样品杯的所有部件都是干燥的,并且密封圈没有变形或磨损。将悬浮液倒至距样品杯顶端13 mm以内。组装滤失仪样品杯,将滤失仪样品杯安装在支架上,并关闭减压阀,在排液管下放一容器。

5.5.3 将一只计时器定在7.5 min,另一只定在30 min。同时启动两只计时器,并将样品杯压力调至690 kPa±35 kPa。这两步操作应在15 s内完成。压力应由压缩空气、氮气或氦气提供。

5.5.4 在第一只计时器计时结束时,移开容器并除去黏附在排液管上的所有液体,弃掉。在排液管下放一只干燥的10 mL量筒,继续收集滤液至第二只计时器计时结束。移开量筒并记录收集的滤液体积 V_c 。

5.6 计算——悬浮液滤失量

按式(15)计算黏土悬浮液的滤失量 V :

$$V = 2 \times V_c \quad \dots\dots\dots(15)$$

式中:

V ——滤失量,单位为毫升(mL);

V_c ——在7.5 min至30 min之间收集到的滤液体积,单位为毫升(mL)。

5.7 试剂与仪器——75 μm 筛余

a) 六偏磷酸钠(化学纯);

b) 烘箱:可控制在105℃±3℃;

c) 天平:精度为0.01 g;

d) 搅拌器:如装有9B29X叶轮的9B型多轴搅拌器(负载转速11 000 r/min±300 r/min),或等效物;转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约25 mm,冲压面向上安装;

e) 搅拌杯:近似尺寸为深180 mm,上口直径97 mm,下底直径70 mm(例如M110-D型Hamilton Beach搅拌杯或等效物);

f) 刮刀;

- g) 筛子:75 μm,符合 ASTM E 161 的要求,近似尺寸为直径 76 mm,从上边框到筛网高 69 mm;
- h) 喷嘴:带有 1/4 TT 喷嘴体(Spraying Systems 公司的带有 1/4 TT 喷嘴体的 TG 6.5 喷嘴,或等效物),接到带有 90°弯头的水管线上;
- i) 水压调节器:能调节至 69 kPa±7 kPa;
- j) 蒸发皿;
- k) 洗瓶。

5.8 测试步骤——75 μm 筛余

- 5.8.1 称取在 105 °C±3 °C 下烘干的膨润土 10 g±0.01 g,记为 m 。
- 5.8.2 边在搅拌器上搅拌边将称取的膨润土样品加入到含有 0.2 g 六偏磷酸钠的 350 mL 水中。
- 5.8.3 在搅拌器上搅拌 30 min±1 min。
- 5.8.4 将样品转移至筛子中。用洗瓶将容器中的全部物料转移至筛子中。用从喷嘴出来的压力为 69 kPa±7 kPa 的水流冲洗筛网上的物料 2 min±15 s。冲洗时,使喷嘴大致位于筛子顶部的平面上,并且在样品上方反复移动水流。
- 5.8.5 将残留物从筛子冲洗到已称量的蒸发皿中,并轻轻倒出多余的清水。
- 5.8.6 在 105 °C±3 °C 的烘箱中将筛余烘干至恒重(称准至±0.01 g)。记录筛余质量 m_2 。

5.9 计算——75 μm 筛余

按式(16)计算 75 μm 筛余的含量 w_1 :

$$w_1 = 100 \times \frac{m_2}{m} \dots\dots\dots(16)$$

式中:

- w_1 ——75 μm 筛余的含量(质量分数), %;
- m ——样品质量,单位为克(g);
- m_2 ——75 μm 筛余质量,单位为克(g)。

6 未处理膨润土

6.1 概述

6.1.1 钻井级未处理膨润土是一种经干燥和粉碎、但未经化学处理的产品,主要含有黏土矿物蒙脱石。它也可能含有诸如石英、云母、长石和方解石这样的附属矿物。

6.1.2 按本标准提供的未处理膨润土应符合表 4 规定的技术要求。

表 4 未处理膨润土技术要求

项 目		指 标
悬浮液	动塑比/[Pa/(mPa·s)]	≤0.75
	分散后的塑性黏度/(mPa·s)	≥10
	分散后的滤失量/mL	≤12.5

6.2 试剂与仪器——悬浮液性能

- a) 六偏磷酸钠(化学纯):10%±0.5%(质量分数)水溶液;
- b) 去离子水或蒸馏水;
- c) 天平:精度为 0.01 g;
- d) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min±300 r/min),或等效物;转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- e) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);

- f) 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006;
- g) 滤失仪:低温低压式,符合 GB/T 16783.1—2006;
- h) 滤纸:Whatman 50 型,或等效物;
- i) 刮刀;
- j) 温度计:精度为 0.5 ℃;
- k) 量筒:两只,容量 500 mL±5 mL 和 10 mL±0.1 mL;
- l) 容器:带盖,容量约为 500 mL;
- m) 注射器或移液管:5 mL±0.1 mL;
- n) 计时器:两个,机械式或电子式。

6.3 测试步骤——悬浮液流变性

6.3.1 制备未处理膨润土悬浮液。边在搅拌器上搅拌边向 350 mL±5 mL 去离子水中加入 25 g±0.01 g 未处理膨润土(收到的样品)。

6.3.2 在搅拌 5 min±0.5 min 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有未处理膨润土。将粘在刮刀上的所有未处理膨润土混到悬浮液中。

6.3.3 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有未处理膨润土。总搅拌时间应为 20 min±1 min。

6.3.4 室温下或在恒温设备(25 ℃±1 ℃)中,将膨润土悬浮液在密闭或带盖容器中养护,养护时间为 16 h。记下养护温度和养护时间。

6.3.5 将未处理膨润土悬浮液养护之后,摇匀并倒入搅拌杯中,在搅拌器上搅拌 5 min±0.5 min。

6.3.6 将悬浮液倒入为直读式黏度计配备的样品杯中。测定黏度计在 600 r/min 和 300 r/min 时的读值,读值应在每档转速下达到稳定值后读取。测定应在悬浮液温度为 25 ℃±1 ℃的条件下进行。

6.4 计算——悬浮液流变性

按式(17)计算塑性黏度 PV ;按式(18)计算动切力 YP ;按式(19)计算动塑比 b :

$$PV = R_{600} - R_{300} \quad \dots\dots\dots(17)$$

$$YP = \frac{R_{300} - PV}{2} \quad \dots\dots\dots(18)$$

$$b = YP/PV \quad \dots\dots\dots(19)$$

式中:

PV ——塑性黏度,单位为毫帕秒($\text{mPa} \cdot \text{s}$);

YP ——动切力,单位为帕(Pa);

b ——动塑比,单位为帕每毫帕秒[$\text{Pa}/(\text{mPa} \cdot \text{s})$];

R_{600} ——黏度计在 600 r/min 时的读值;

R_{300} ——黏度计在 300 r/min 时的读值。

6.5 测试步骤——悬浮液分散后的塑性黏度

6.5.1 重新混合 6.3 中制备和测试过的所有悬浮液,装在搅拌杯中在搅拌器上搅拌 1 min±0.5 min。

6.5.2 向悬浮液中加入 5 mL±0.1 mL 10%六偏磷酸钠溶液,在搅拌器上搅拌 3 min±0.5 min。

6.5.3 将悬浮液倒入为直读式黏度计配备的样品杯中。测定黏度计在 600 r/min 和 300 r/min 时的读值,读值应在每档转速下达到稳定值后读取。测定应在悬浮液温度为 25 ℃±1 ℃的条件下进行。

6.5.4 按照式(17)计算分散后的塑性黏度,并记录。

6.6 测试步骤——分散后的悬浮液滤失量

6.6.1 重新混合 6.5 中制备和测试过的所有悬浮液,装在搅拌杯中在搅拌器上搅拌 1 min±0.5 min。调整悬浮液温度至 25 ℃±1 ℃。

6.6.2 将悬浮液倒入滤失仪样品杯中。在倒入悬浮液之前,要保证滤失仪样品杯的所有部件都是干燥

的,并且密封圈没有变形或磨损。将悬浮液倒至距样品杯顶端 13 mm 以内。组装滤失仪样品杯,将滤失仪样品杯安装在支架上,并关闭减压阀,在排液管下放一容器。

6.6.3 将一只计时器定在 7.5 min,另一只定在 30 min。同时启动两只计时器,并将样品杯压力调至 690 kPa±35 kPa。这两步操作应在 15 s 内完成。压力应由压缩的空气、氮气或氦气提供。

6.6.4 在第一只计时器计时结束时,移开容器并除去黏附在排液管上的所有液体,弃掉。在排液管下放一只干燥的 10 mL 量筒,继续收集滤液至第二只计时器计时结束。移开量筒并记录收集的滤液体积 V_c 。

6.7 计算——分散后的悬浮液滤失量

按式(20)计算黏土悬浮液的滤失量 V :

$$V = 2 \times V_c \dots\dots\dots(20)$$

式中:

V ——滤失量,单位为毫升(mL);

V_c ——在 7.5 min 至 30 min 之间收集到的滤液体积,单位为毫升(mL)。

7 OCMA 级膨润土

7.1 概述

7.1.1 OCMA 级膨润土是一种以蒙脱石为主要成分的黏土矿物,其天然矿物无法满足第 5 章的全部指标。这种黏土矿物可能经过纯碱、聚合物或其他化学剂处理过,以改善其悬浮液性能。

7.1.2 按本标准提供的膨润土应符合表 5 规定的技术要求。

7.1.3 生产商或获得生产许可证的企业,应在包装上产品名称的下方,以高度至少 6 cm 的印刷体字给出合适的标志,说明对膨润土的处理方式,如用聚合物、纯碱或其他材料处理。

表 5 OCMA 级膨润土技术要求

项 目		指 标
悬浮液	黏度计 600 r/min 读值	≥30
	动塑比/[Pa/(mPa·s)]	≤3
	滤失量/mL	≤16.0
75 μm 筛余(质量分数)/%		≤2.5

7.2 试剂与仪器——悬浮液性能

- a) 温度计:精度为 0.5 ℃;
- b) 天平:精度为 0.01 g;
- c) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min±300 r/min),或等效物;转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- d) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- e) 刮刀;
- f) 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006;
- g) 滤失仪:低温低压式,符合 GB/T 16783.1—2006;
- h) 滤纸:Whatman 50 型,或等效物;
- i) 量筒:两只,容量 500 mL±5 mL 和 10 mL±0.1 mL;
- j) 去离子水或蒸馏水;
- k) 容器:带盖,容量约为 500 mL;
- l) 计时器:两个,机械式或电子式。

7.3 测试步骤——悬浮液流变性

7.3.1 制备 OCMA 级膨润土悬浮液。边在搅拌器上搅拌边向 350 mL±5 mL 去离子水中加入 22.5 g±0.01 g OCMA 级膨润土(收到的样品)。

7.3.2 在搅拌 5 min±0.5 min 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 OCMA 级膨润土。将粘在刮刀上的所有 OCMA 级膨润土混到悬浮液中。

7.3.3 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 OCMA 级膨润土。总搅拌时间应为 20 min±1 min。

7.3.4 室温下或在恒温设备(25 ℃±1 ℃)中,将膨润土悬浮液在密闭或带盖容器中养护,养护时间为 16 h。记录养护温度。

7.3.5 将 OCMA 级膨润土悬浮液养护之后,摇匀并倒入搅拌杯中,在搅拌器上搅拌 5 min±0.5 min。

7.3.6 将悬浮液倒入为直读式黏度计配备的样品杯中。测定黏度计在 600 r/min 和 300 r/min 时的读值,读值应在每档转速下达到稳定值后读取。测定应在悬浮液温度为 25 ℃±1 ℃的条件下进行。

7.4 计算——悬浮液流变性

按式(21)计算塑性黏度 PV ;按式(22)计算动切力 YP ;按式(23)计算动塑比 b :

$$PV = R_{600} - R_{300} \quad \dots\dots\dots(21)$$

$$YP = \frac{R_{300} - PV}{2} \quad \dots\dots\dots(22)$$

$$b = YP/PV \quad \dots\dots\dots(23)$$

式中:

PV ——塑性黏度,单位为毫帕秒($\text{mPa} \cdot \text{s}$);

YP ——动切力,单位为帕(Pa);

b ——动塑比,单位为帕每毫帕秒 $[\text{Pa}/(\text{mPa} \cdot \text{s})]$;

R_{600} ——黏度计在 600 r/min 时的读值;

R_{300} ——黏度计在 300 r/min 时的读值。

7.5 测试步骤——悬浮液滤失量

7.5.1 重新混合 7.3 中制备和测试过的所有悬浮液,装在搅拌杯中在搅拌器上搅拌 1 min±0.5 min。调整悬浮液温度至 25 ℃±1 ℃。

7.5.2 将悬浮液倒入滤失仪样品杯中。在倒入悬浮液之前,要保证滤失仪样品杯的所有部件都是干燥的,并且密封圈没有变形或磨损。将悬浮液倒至距样品杯顶端 13 mm 以内。组装滤失仪样品杯,将滤失仪样品杯安装在支架上,并关闭减压阀,在排液管下放一容器。

7.5.3 将一只计时器定在 7.5 min,另一只定在 30 min。同时启动两只计时器,并将样品杯压力调至 690 kPa±35 kPa。这两步操作应在 15 s 内完成。压力应由压缩的空气、氮气或氦气提供。

7.5.4 在第一只计时器计时结束时,移开容器并除去黏附在排液管上的所有液体,弃掉。在排液管下放一只干燥的 10 mL 量筒,继续收集滤液至第二只计时器计时结束。移开量筒并记录收集的滤液体积 V_c 。

7.6 计算——悬浮液滤失量

按式(24)计算黏土悬浮液的滤失量 V :

$$V = 2 \times V_c \quad \dots\dots\dots(24)$$

式中:

V ——滤失量,单位为毫升(mL);

V_c ——在 7.5 min 至 30 min 之间收集到的滤液体积,单位为毫升(mL)。

7.7 试剂与仪器——75 μm 筛余

a) 六偏磷酸钠(化学纯);

- b) 烘箱:可控制在 105 °C ± 3 °C;
- c) 天平:精度为 0.01 g;
- d) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min ± 300 r/min),或等效物;转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- e) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- f) 刮刀;
- g) 筛子:75 μm,符合 ASTM E 161 的要求,近似尺寸为直径 76 mm,从上边框到筛网高 69 mm;
- h) 喷嘴:带有 1/4 TT 喷嘴体(Spraying Systems 公司的带有 1/4 TT 喷嘴体的 TG 6.5 喷嘴,或等效物),接到带有 90°弯头的水管线上;
- i) 水压调节器:能调节至 69 kPa ± 7 kPa;
- j) 蒸发皿;
- k) 洗瓶。

7.8 测试步骤——75 μm 筛余

- 7.8.1 称取在 105 °C ± 3 °C 下烘干的 OCMA 级膨润土 10 g ± 0.01 g,记为 m 。
- 7.8.2 边在搅拌器上搅拌边将称取的 OCMA 级膨润土样品加入到含有 0.2 g 六偏磷酸钠的 350 mL 水中。
- 7.8.3 在搅拌器上搅拌 30 min ± 1 min。
- 7.8.4 将样品转移至筛子中。用洗瓶将容器中的全部物料转移至筛子中。用从喷嘴出来的压力为 69 kPa ± 7 kPa 的水流冲洗筛网上的物料 2 min ± 15 s。冲洗时,使喷嘴大致位于筛子顶部的平面上,并且在样品上方反复移动水流。
- 7.8.5 将残留物从筛子冲洗到已称量的蒸发皿中,并轻轻倒出多余的清水。
- 7.8.6 在 105 °C ± 3 °C 的烘箱中将筛余烘干至恒重(称准至 ± 0.01 g)。记录筛余质量 m_2 。

7.9 计算——75 μm 筛余

按式(25)计算 75 μm 筛余的含量 w_1 :

$$w_1 = 100 \times \frac{m_2}{m} \dots\dots\dots(25)$$

式中:

- w_1 ——75 μm 筛余的含量(质量分数), %;
- m ——样品质量,单位为克(g);
- m_2 ——75 μm 筛余质量,单位为克(g)。

8 凹凸棒石

8.1 概述

- 8.1.1 钻井级凹凸棒石是一种天然存在的黏土矿物。它含有的附属矿物包括石英、长石和方解石。
- 8.1.2 按本标准提供的凹凸棒石应符合表 6 规定的技术要求。

表 6 凹凸棒石技术要求

项 目	指 标
悬浮液黏度计 600 r/min 读值	≥30
75 μm 筛余(质量分数)/%	≤8.0
水分(质量分数)/%	≤16.0

8.2 试剂与仪器——悬浮液性能

- a) 氯化钠(化学纯);
- b) 去离子水或蒸馏水;
- c) 温度计:精度为 0.5 °C;
- d) 天平:精度为 0.01 g;
- e) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min±300 r/min),或等效物;转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- f) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- g) 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006;
- h) 刮刀;
- i) 量筒:两只,容量 500 mL±5 mL 和 10 mL±0.1 mL;
- j) 消泡剂;
- k) 容器:玻璃或塑料,带塞子或盖子,盛盐水用;
- l) 滤纸:Whatman 50 型,或等效物;
- m) 计时器:机械式或电子式;
- n) 漏斗。

8.3 测试步骤——悬浮液流变性

8.3.1 配制足量的饱和盐水溶液。方法是取一个合适的容器,按照每 100 mL±1 mL 去离子水加 40 g~45 g 氯化钠的比例混合,并充分搅拌。将溶液静置约 1 h,然后将上层清液轻轻倒出或过滤至一个储存容器。

8.3.2 制备凹凸棒石悬浮液。边在搅拌器上搅拌边向 350 mL±5 mL 饱和盐水中加入 20 g±0.01 g 凹凸棒石(收到的样品)。

8.3.3 在搅拌 5 min±0.5 min 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有凹凸棒石。将粘在刮刀上的所有凹凸棒石混到悬浮液中。

8.3.4 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有凹凸棒石。总搅拌时间应为 20 min±1 min。

8.3.5 将悬浮液倒入为直读式黏度计配备的样品杯中。加入 2 滴~3 滴消泡剂并用刮刀搅拌,以消除表面的泡沫。将样品杯放在直读式黏度计上,测定黏度计在 600 r/min 时的读值,读值应在达到稳定值后读取。测定应在悬浮液温度为 25 °C±1 °C 的条件下进行。

8.4 试剂与仪器——75 μm 筛余

- a) 六偏磷酸钠(化学纯);
- b) 烘箱:可控制在 105 °C±3 °C;
- c) 天平:精度为 0.01 g;
- d) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min±300 r/min),或等效物;转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- e) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- f) 刮刀;
- g) 筛子:75 μm,符合 ASTM E 161 的要求,近似尺寸为直径 76 mm,从上边框到筛网高 69 mm;
- h) 喷嘴:带有 1/4 TT 喷嘴体(Spraying Systems 公司的带有 1/4 TT 喷嘴体的 TG 6.5 喷嘴,或等效物),接到带有 90°弯头的水管线上;
- i) 水压调节器:能调节至 69 kPa±7 kPa;

- j) 蒸发皿;
- k) 洗瓶。

8.5 测试步骤——75 μm 筛余

- 8.5.1 称取 10 g±0.01 g 凹凸棒石。
- 8.5.2 将称取的凹凸棒石样品加入到含有 0.2 g 六偏磷酸钠的 350 mL 水中。
- 8.5.3 在搅拌器上搅拌 30 min±1 min。
- 8.5.4 将样品转移至筛子中。用洗瓶将容器中的全部物料转移至筛子中。用从喷嘴出来的压力为 69 kPa±7 kPa 的水流冲洗筛网上的物料 2 min±15 s。冲洗时,使喷嘴大致位于筛子顶部的平面上,并且在样品上方反复移动水流。
- 8.5.5 将残留物从筛子冲洗到已称量的蒸发皿中,并轻轻倒出多余的清水。
- 8.5.6 在 105 ℃±3 ℃的烘箱中将筛余烘干至恒重(称准至±0.01 g)。记录筛余质量 m_2 。

8.6 计算——75 μm 筛余

按式(26)计算 75 μm 筛余的含量 w_1 :

$$w_1 = 100 \times \frac{m_2}{m} \dots\dots\dots(26)$$

式中:

- w_1 ——75 μm 筛余的含量(质量分数), %;
- m ——样品质量,单位为克(g);
- m_2 ——75 μm 筛余质量,单位为克(g)。

8.7 试剂与仪器——水分

- a) 烘箱:控制在 105 ℃±3 ℃;
- b) 天平:精度为 0.01 g;
- c) 蒸发皿;
- d) 刮刀;
- e) 干燥器:装有硫酸钙(化学纯)干燥剂,或等效物。

8.8 测试步骤——水分

- 8.8.1 称取 10 g±0.01 g 凹凸棒石样品至已称量的蒸发皿中,将样品质量记作 m 。
- 8.8.2 在 105 ℃±3 ℃的烘箱中将样品烘干至恒重(称准至±0.01 g)。
- 8.8.3 在干燥器中冷却至室温。
- 8.8.4 再次称量盛有干燥后的凹凸棒石的蒸发皿。将干样质量记作 m_2 。

8.9 计算——水分

按式(27)计算水分的含量 w_6 :

$$w_6 = 100 \times \frac{m - m_2}{m} \dots\dots\dots(27)$$

式中:

- w_6 ——水分的含量(质量分数), %;
- m ——样品质量,单位为克(g);
- m_2 ——干样质量,单位为克(g)。

9 海泡石

9.1 概述

- 9.1.1 钻井级海泡石是一种天然存在的黏土矿物。它含有的附属矿物包括石英、长石和方解石。
- 9.1.2 按本标准提供的海泡石应符合表 7 规定的技术要求。

表 7 海泡石技术要求

项 目	指 标
悬浮液黏度计 600 r/min 读值	≥ 30
75 μm 筛余(质量分数)/%	≤ 8.0
水分(质量分数)/%	≤ 16.0

9.2 试剂与仪器——悬浮液性能

- 氯化钠(化学纯);
- 去离子水或蒸馏水;
- 消泡剂;
- 温度计:精度为 0.5 $^{\circ}\text{C}$;
- 天平:精度为 0.01 g;
- 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min \pm 300 r/min),或等效物;转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006;
- 刮刀;
- 量筒:两只,容量 500 mL \pm 5 mL 和 10 mL \pm 0.1 mL;
- 容器:带玻璃或塑料塞子或盖子,盛盐水用;
- 滤纸:Whatman 50 型,或等效物;
- 计时器:机械式或电子式;
- 漏斗。

9.3 测试步骤——悬浮液流变性

9.3.1 配制足量的饱和盐水溶液。方法是取一个合适的容器,按照每 100 mL \pm 1 mL 去离子水加 40 g~45 g 氯化钠的比例混合,并充分搅拌。将溶液静置约 1 h,然后将上层清液轻轻倒出或过滤至一个储存容器。

9.3.2 制备海泡石悬浮液。边在搅拌器上搅拌边向 350 mL \pm 5 mL 饱和盐水中加入 20 g \pm 0.01 g 海泡石(收到的样品)。

9.3.3 在搅拌 5 min \pm 0.5 min 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有海泡石。将粘在刮刀上的所有海泡石混到悬浮液中。

9.3.4 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有海泡石。总搅拌时间应为 20 min \pm 1 min。

9.3.5 将悬浮液倒入为直读式黏度计配备的样品杯中。加入 2 滴~3 滴消泡剂并用刮刀搅拌,以消除表面的泡沫。将样品杯放在直读式黏度计上,测定黏度计在 600 r/min 时的读值。读值应在达到稳定值后读取。测定应在悬浮液温度为 25 $^{\circ}\text{C}$ \pm 1 $^{\circ}\text{C}$ 的条件下进行。

9.4 试剂与仪器——75 μm 筛余

- 六偏磷酸钠(化学纯);
- 烘箱:可控制在 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 3 $^{\circ}\text{C}$;
- 天平:精度为 0.01 g;
- 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min \pm 300 r/min),或等效物;转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型

Hamilton Beach 搅拌杯或等效物)；

- f) 刮刀；
- g) 筛子：75 μm，符合 ASTM E 161 的要求，近似尺寸为直径 76 mm，从上边框到筛网高 69 mm；
- h) 喷嘴：带有 1/4 TT 喷嘴体(Spraying Systems 公司的带有 1/4 TT 喷嘴体的 TG 6.5 喷嘴，或等效物)，接到带有 90°弯头的水管线上；
- i) 水压调节器：能调节至 69 kPa±7 kPa；
- j) 蒸发皿；
- k) 洗瓶。

9.5 测试步骤——75 μm 筛余

9.5.1 称取 10 g±0.01 g 海泡石。

9.5.2 将称取的海泡石样品加入到含有 0.2 g 六偏磷酸钠的 350 mL 水中。

9.5.3 在搅拌器上搅拌 30 min±1 min。

9.5.4 将样品转移至筛子中。用洗瓶将容器中的全部物料转移至筛子中。用从喷嘴出来的压力为 69 kPa±7 kPa 的水流冲洗筛网上的物料 2 min±15 s。冲洗时，使喷嘴大致位于筛子顶部的平面上，并且在样品上方反复移动水流。

9.5.5 将残留物从筛子冲洗到已称量的蒸发皿中，并轻轻倒出多余的清水。

9.5.6 在 105 ℃±3 ℃的烘箱中将筛余烘干至恒重(称准至±0.01 g)。记录筛余质量 m_2 。

9.6 计算——75 μm 筛余

按式(28)计算 75 μm 筛余的含量 w_1 ：

$$w_1 = 100 \times \frac{m_2}{m} \dots\dots\dots(28)$$

式中：

w_1 ——75 μm 筛余的含量(质量分数)，%；

m ——样品质量，单位为克(g)；

m_2 ——75 μm 筛余质量，单位为克(g)。

9.7 试剂与仪器——水分

- a) 烘箱：可控制在 105 ℃±3 ℃；
- b) 天平：精度为 0.01 g；
- c) 蒸发皿；
- d) 刮刀；
- e) 干燥器：装有硫酸钙(化学纯)干燥剂，或等效物。

9.8 测试步骤——水分

9.8.1 称取 10 g±0.01 g 海泡石样品至已称量的蒸发皿中，将样品质量记作 m 。

9.8.2 在 105 ℃±3 ℃的烘箱中将样品烘干至恒重(称准至±0.01 g)。

9.8.3 在干燥器中冷却至室温。

9.8.4 再次称量盛有干燥后的凹凸棒石的蒸发皿，将干样质量记作 m_2 。

9.9 计算——水分

按式(29)计算水分的含量 w_6 ：

$$w_6 = 100 \times \frac{m - m_2}{m} \dots\dots\dots(29)$$

式中：

w_6 ——水分的含量(质量分数)，%；

m ——样品质量，单位为克(g)；

m_2 ——干样质量,单位为克(g)。

10 技术级低黏羧甲基纤维素(CMC-LVT)

10.1 概述

10.1.1 技术级低黏羧甲基纤维素(CMC-LVT)是一种羧甲基纤维素的碱金属盐。生产商应保留所使用的纤维素原材料的分析记录。

10.1.2 该产品是一种自由流动的粉末或颗粒,通常不除去反应中生成的副产物。

10.1.3 按本标准提供的技术级低黏羧甲基纤维素(CMC-LVT)应符合表 8 规定的技术要求。

10.1.4 CMC-LVT 中不应含有淀粉或淀粉衍生物。因此,在进行 CMC-LVT 性能检测之前,应进行淀粉定性检测。如果检出淀粉,则没必要进一步测试,而是应将样品拒收。

表 8 CMC-LVT 技术要求

项 目	指 标
淀粉或淀粉衍生物	无
溶液黏度计 600 r/min 读值	≤90
悬浮液滤失量/mL	≤10

10.2 试剂与仪器——淀粉和淀粉衍生物检测

- a) 去离子水或蒸馏水;
- b) 碘乙醇溶液:0.1 mol/L;
- c) 碘化钾(化学纯);
- d) 氢氧化钠(NaOH)(化学纯):稀溶液,0.1%~0.5%;
- e) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min±300 r/min),或等效物;转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- f) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- g) 刮刀;
- h) 天平:精度为 0.01 g;
- i) 容量瓶:100 mL;
- j) 移液管或滴瓶;
- k) 计时器:机械式或电子式;
- l) pH 计;
- m) 试管:4 只。

10.3 测试步骤——淀粉和淀粉衍生物检测

10.3.1 本试验可用来检测 CMC-LVT 等水溶性聚合物中是否存在淀粉或淀粉衍生物。

10.3.2 向待检测 CMC-LVT 中混入碘/碘化物溶液。如果有直链淀粉存在,会形成有色络合物。

10.3.3 使用一只 100 mL±0.1 mL 的容量瓶配制碘/碘化物溶液。加入 10 mL±0.1 mL 的 0.1 mol/L 碘溶液,以及 0.60 g±0.01 g 碘化钾(KI),轻轻摇动容量瓶以便溶解。加去离子水至 100 mL 刻度线,然后彻底混合均匀。记录配制日期。

将配制的碘/碘化物溶液盛入一个密闭棕色容器中,存放在昏暗、凉爽而干燥的地方,静置 15 min 后使用。有效期最长可达三个月。过期后应弃掉重新配制。

10.3.4 配制待检测 CMC-LVT 的 5% 水溶液。向搅拌杯中加入 380 g±0.1 g 去离子水。边在搅拌器上搅拌边慢速而均匀地加入 20 g±0.1 g CMC-LVT,加样时间应持续 60 s~120 s。应将样品加至搅拌杯内的涡流中,并避开搅拌轴,以减少扬尘。

10.3.5 在搅拌 $5 \text{ min} \pm 0.1 \text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 CMC-LVT。将粘在刮刀上的所有 CMC-LVT 混到溶液中。

10.3.6 测量溶液的 pH 值。如果 pH 值低于 10,逐滴加入 NaOH 稀溶液,以便将 pH 值提到 10。

10.3.7 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌。总搅拌时间应为 $20 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ 。

10.3.8 将 $2 \text{ mL} \pm 0.1 \text{ mL}$ 样品溶液盛入一只试管中,向试管中逐滴加入碘/碘化物溶液,每次 3 滴,最多加 30 滴。

10.3.9 用去离子水准备三份空白试验,分别向试管中加入 3 滴、9 滴、30 滴碘/碘化物溶液,用来对比试验。

10.3.10 每次加入 3 滴溶液之后,轻轻摇动试管,将样品溶液的颜色与空白试验进行比较。颜色比较应在白色背景下进行。

10.4 判定——淀粉和淀粉衍生物检测

10.4.1 如果且只有当样品中不含有任何淀粉或淀粉衍生物时,样品溶液会呈现黄色,与空白试验之一的颜色近似。

10.4.2 如果出现浅绿色或深蓝色,无论是溶液还是沉淀,都表明有淀粉存在(直链淀粉)。

10.4.3 如果出现浅粉红或红棕色,表明有高取代度淀粉、糊精或支链淀粉存在。

10.4.4 如果出现其他任何颜色,都强烈表明有淀粉或淀粉衍生物存在。

10.4.5 如果出现的颜色很快就消失,表明有还原剂存在。在这种情况下,继续逐滴加入碘/碘化物溶液,按照 10.4.1~10.4.4 进行颜色比较。

10.4.6 如淀粉或淀粉衍生物存在,则与表 8 中对产品的要求相矛盾,因此,没必要继续进行下一步检测。

10.5 试剂与仪器——CMC-LVT 水溶液性能

- a) API 标准评价土;
- b) 氯化钠(化学纯);
- c) 碳酸氢钠(化学纯);
- d) 去离子水或蒸馏水;
- e) 温度计:精度为 $0.5 \text{ }^\circ\text{C}$;
- f) 天平:精度为 0.01 g ;
- g) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 $11\,000 \text{ r/min} \pm 300 \text{ r/min}$),或等效物;转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm ,冲压面向上安装;
- h) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm ,上口直径 97 mm ,下底直径 70 mm (例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- i) 刮刀;
- j) 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006;
- k) 计时器:两只,机械式或电子式;
- l) 量筒:三只,容量分别为 $10 \text{ mL} \pm 0.1 \text{ mL}$ 、 $100 \text{ mL} \pm 1 \text{ mL}$ 和 $500 \text{ mL} \pm 5 \text{ mL}$;
- m) 容器:玻璃或塑料,带塞子或盖子,盛盐水用;
- n) 滤失仪:低温低压式,符合 GB/T 16783.1—2006;
- o) 滤纸:Whatman 50 型,或等效物;
- p) 恒温设备(如恒温水浴):如果室温不在 $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 范围内,应有恒温设备,并设定在 $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 范围内。

10.6 测试步骤——在去离子水中黏度计读值

10.6.1 配制 CMC-LVT 溶液。在搅拌杯中盛 $350 \text{ mL} \pm 5 \text{ mL}$ 去离子水,边在搅拌器上搅拌边缓慢、均匀地加入 $10.5 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ CMC-LVT,加样时间应持续约 60 s 。加样时应避开搅拌轴,以减少扬尘。

注:该加量相当于 $30.0 \text{ g/L} \pm 0.03 \text{ g/L}$ 。

10.6.2 在搅拌 $5 \text{ min} \pm 0.1 \text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 CMC-LVT。将粘在刮刀上的所有 CMC-LVT 混到溶液中。

10.6.3 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 CMC-LVT。总搅拌时间应为 $20 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ 。

10.6.4 室温下或在恒温设备($25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$)中,将溶液在密闭或带盖容器中养护 16 h 。

10.6.5 养护后,在搅拌器上搅拌 $5 \text{ min} \pm 0.1 \text{ min}$ 。

10.6.6 将溶液倒入为直读式黏度计配备的样品杯中。测定黏度计在 600 r/min 时的读值,读值应在该转速下达到稳定值后读取。测定应在溶液温度为 $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 的条件下进行。

10.7 测试步骤——悬浮液滤失量

10.7.1 配制足量的饱和盐水溶液。取一个合适的容器,按照每 $100 \text{ mL} \pm 1 \text{ mL}$ 去离子水加 $40 \text{ g} \sim 45 \text{ g}$ 氯化钠的比例混合,并充分搅拌。将溶液静置约 1 h ,然后将上层清液轻轻倒出或过滤至一个储存容器。

10.7.2 配制黏土悬浮液。在搅拌杯中盛入 $350 \text{ mL} \pm 5 \text{ mL}$ 饱和盐水,加入 $1.0 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ 碳酸氢钠,并在搅拌器上搅拌约 1 min 。

10.7.3 边在搅拌器上搅拌,边缓慢加入 $35.0 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ API 标准评价土。

10.7.4 在搅拌 $5 \text{ min} \pm 0.1 \text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 API 标准评价土。将粘在刮刀上的所有 API 标准评价土混到悬浮液中。

10.7.5 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 API 标准评价土。总搅拌时间应为 $20 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ 。

10.7.6 边在搅拌器上搅拌边慢速而均匀地加入 $3.15 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ CMC-LVT,加样时间应持续约 60 s 。应将样品加至搅拌杯内的涡流中,并避开搅拌轴,以减少扬尘。

注:该加量相当于 $9.00 \text{ g/L} \pm 0.03 \text{ g/L}$ 。

10.7.7 在搅拌 $5 \text{ min} \pm 0.1 \text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 CMC-LVT。将粘在刮刀上的所有 CMC-LVT 混到悬浮液中。

10.7.8 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 CMC-LVT。总搅拌时间应为 $20 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ 。

10.7.9 室温下或在恒温设备($25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$)中,将悬浮液在密闭或带盖容器中养护 16 h 。记录养护温度。

10.7.10 养护后,在搅拌器上搅拌 $5 \text{ min} \pm 0.1 \text{ min}$ 。

10.7.11 立即将 CMC-LVT 处理过的悬浮液倒入滤失仪样品杯中。在倒入悬浮液之前,要保证滤失仪样品杯的所有部件都是干燥的,并且密封圈没有变形或磨损。悬浮液温度应为 $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 。将悬浮液倒至距样品杯顶端 13 mm 以内。组装滤失仪样品杯,将滤失仪样品杯安装在支架上,并关闭减压阀,在排液管下放一容器。

10.7.12 将一只计时器定在 7.5 min ,另一只定在 30 min 。同时启动两只计时器,并将样品杯压力调至 $690 \text{ kPa} \pm 35 \text{ kPa}$ 。这两步操作应在 15 s 内完成。压力应由压缩的空气、氮气或氦气提供。

10.7.13 在第一只计时器计时结束时,移开容器并除去黏附在排液管上的所有液体,弃掉。在排液管下放一只干燥的 10 mL 量筒,继续收集滤液至第二只计时器计时结束。移开量筒并记录收集的滤液体积 V_c 。

10.8 计算——悬浮液滤失量

按式(30)计算悬浮液的滤失量 V :

$$V = 2 \times V_c \quad \dots\dots\dots (30)$$

式中:

V ——滤失量,单位为毫升(mL);

V_c ——在 7.5 min 至 30 min 之间收集到的滤液体积,单位为毫升(mL)。

11 技术级高黏羧甲基纤维素(CMC-HVT)

11.1 概述

11.1.1 技术级高黏羧甲基纤维素(CMC-HVT)是一种羧甲基纤维素的碱金属盐。生产商应保留所使用的纤维素原材料的分析记录。

11.1.2 该产品是一种自由流动的粉末或颗粒,通常不除去反应中生成的副产物。

11.1.3 按本标准提供的技术级高黏羧甲基纤维素(CMC-HVT)应符合表 9 规定的技术要求。

表 9 CMC-HVT 技术要求

项 目		指 标
淀粉或淀粉衍生物		无
黏度计 600 r/min 读值	去离子水溶液	≥ 30
	40 g/L 盐水溶液	≥ 30
	饱和盐水溶液	≥ 30
饱和盐水悬浮液滤失量/mL		≤ 10.0

11.1.4 CMC-HVT 中不应含有淀粉或淀粉衍生物。因此,在进行 CMC-HVT 性能检测之前,应进行淀粉定性检测。如果检出淀粉,则没必要进一步测试,而是应将样品拒收。

11.2 试剂与仪器——淀粉和淀粉衍生物检测

- a) 去离子水或蒸馏水;
- b) 碘乙醇溶液:0.1 mol/L;
- c) 碘化钾(化学纯);
- d) 氢氧化钠(NaOH)(化学纯):稀溶液,0.1%~0.5%;
- e) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min \pm 300 r/min),或等效物;转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- f) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- g) 刮刀;
- h) 天平:精度为 0.01 g;
- i) 容量瓶:100 mL;
- j) 移液管或滴瓶;
- k) 计时器:机械式或电子式;
- l) pH 计;
- m) 试管:4 只。

11.3 测试步骤——淀粉和淀粉衍生物检测

11.3.1 本试验可用于检测 CMC-HVT 等水溶性聚合物中是否存在淀粉或淀粉衍生物。

11.3.2 向待检测 CMC-HVT 溶液中混入碘/碘化物溶液。如果有直链淀粉存在,会形成有色络合物。

11.3.3 用 100 mL \pm 0.1 mL 的容量瓶配制碘/碘化物溶液。加入 10 mL \pm 0.1 mL 的 0.1 mol/L 碘溶液及 0.60 g \pm 0.01 g 碘化钾(KI),轻轻摇动容量瓶以便溶解。加去离子水至 100 mL 刻度线,然后彻底混合均匀。记录配制日期。

将配制的碘/碘化物溶液盛入一个棕色密闭容器中,存放在昏暗、凉爽而干燥的地方,静置 15 min 后使用。有效期最长可达三个月。过期后应弃掉重新配制。

11.3.4 配制待检测 CMC-HVT 的 1% 水溶液。向搅拌杯中加入 396 g \pm 0.1 g 去离子水。边在搅拌

器上搅拌边缓慢、均匀地加入 $4\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ CMC-HVT,加样时间应持续 $60\text{ s}\sim 120\text{ s}$ 。应将样品加至搅拌杯内的涡流中,并避开搅拌轴,以减少扬尘。

11.3.5 在搅拌 $5\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT。将粘在刮刀上的所有 CMC-HVT 混到溶液中。

11.3.6 测量溶液的 pH 值。如果 pH 值低于 10,逐滴加入 NaOH 稀溶液,以便将 pH 值提到 10。

11.3.7 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。总搅拌时间应为 $20\text{ min}\pm 1\text{ min}$ 。

11.3.8 将 $2\text{ mL}\pm 0.1\text{ mL}$ 样品溶液盛入一只试管中,向试管中逐滴加入碘/碘化物溶液,每次 3 滴,最多加 30 滴。

11.3.9 用去离子水准备三份空白试验,分别向试管中加入 3 滴、9 滴、30 滴碘/碘化物溶液,用来对比试验。

11.3.10 每次加入 3 滴溶液之后,轻轻摇动试管,将样品溶液的颜色与空白试验进行比较。颜色比较应在白色背景下进行。

11.4 判定——淀粉和淀粉衍生物检测

11.4.1 如果且只有当样品中不含有任何淀粉或淀粉衍生物时,样品溶液会呈现黄色,与空白试验之一的颜色近似。

11.4.2 如果出现浅绿色或深蓝色,无论是溶液还是沉淀,都表明有淀粉存在(直链淀粉)。

11.4.3 如果出现浅粉红或红棕色,表明有高取代度淀粉、糊精或支链淀粉存在。

11.4.4 如果出现其他任何颜色,都强烈表明有淀粉或淀粉衍生物存在。

11.4.5 如果出现的颜色很快就消失,表明有还原剂存在。在这种情况下,继续逐滴加入碘/碘化物溶液,按照 11.4.1~11.4.4 进行颜色比较。

11.4.6 如淀粉或淀粉衍生物存在,则与表 9 中对产品的要求相矛盾,因此,没必要继续进行下一步检测。

11.5 试剂与仪器——CMC-HVT 溶液性能

- a) API 标准评价土;
- b) 氯化钠(化学纯);
- c) 碳酸氢钠(化学纯);
- d) 去离子水或蒸馏水;
- e) 消泡剂;
- f) 温度计:精度为 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- g) 天平:精度为 0.01 g ;
- h) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 $11\ 000\text{ r/min}\pm 300\text{ r/min}$),或等效物;转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm ,冲压面向上安装;
- i) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm ,上口直径 97 mm ,下底直径 70 mm (例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- j) 刮刀;
- k) 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006;
- l) 容器:玻璃或塑料,带塞子或盖子,盛盐水用;
- m) 容器:约 500 mL ,带盖;
- n) 容量瓶: $1\ 000\text{ mL}$;
- o) 计时器:两只,机械式或电子式;
- p) 量筒:三只,容量 $10\text{ mL}\pm 0.1\text{ mL}$ 、 $100\text{ mL}\pm 1\text{ mL}$ 和 $500\text{ mL}\pm 5\text{ mL}$;
- q) 滤失仪:低温低压式,符合 GB/T 16783.1—2006;
- r) 滤纸:Whatman 50 型,或等效物;

- s) 恒温设备(如恒温水浴):如果室温不在 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内,应有恒温设备,并设定在 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内。

11.6 测试步骤——去离子水溶液黏度计读值

11.6.1 配制 CMC-HVT 溶液。在搅拌杯中盛 $350\text{ mL}\pm 5\text{ mL}$ 去离子水,边在搅拌器上搅拌边缓慢、均匀地加入 $2.20\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ CMC-HVT,加样时间应持续约 60 s 。加样时应避开搅拌轴,以减少扬尘。

注:该加量相当于 $6.29\text{ g/L}\pm 0.03\text{ g/L}$ 。

11.6.2 在搅拌 $5\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT。将粘在刮刀上的所有 CMC-HVT 混到溶液中。

11.6.3 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT。总搅拌时间应为 $20\text{ min}\pm 1\text{ min}$ 。

11.6.4 室温下或在恒温设备($25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$)中,将溶液在密闭或带盖容器中养护 16 h 。

11.6.5 养护后,在搅拌器上搅拌 $5\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 。

11.6.6 将溶液倒入为直读式黏度计配备的样品杯中。测定黏度计在 600 r/min 时的读值,读值应在该转速下达到稳定值后读取。测定应在溶液温度为 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下进行。

11.7 测试步骤——40 g/L 盐水溶液黏度计读值

11.7.1 配制 40 g/L 盐水。向 1 000 mL 容量瓶中加入 $40\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 氯化钠,加入去离子水至容量瓶刻度线,混合均匀。

11.7.2 配制 CMC-HVT 溶液。在搅拌杯中盛 $350\text{ mL}\pm 5\text{ mL}$ 40 g/L 盐水,边在搅拌器上搅拌边缓慢、均匀地加入 $2.70\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ CMC-HVT,加样时间应持续约 60 s 。必要时加入消泡剂。

注:该加量相当于 $7.72\text{ g/L}\pm 0.03\text{ g/L}$ 。

11.7.3 在搅拌 $5\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT。将粘在刮刀上的所有 CMC-HVT 混到溶液中。

11.7.4 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT。总搅拌时间应为 $20\text{ min}\pm 1\text{ min}$ 。

11.7.5 室温下或在恒温设备($25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$)中,将溶液在密闭或带盖容器中养护 16 h 。记录养护温度。

11.7.6 养护后,在搅拌器上搅拌 $5\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 。

11.7.7 将溶液倒入为直读式黏度计配备的样品杯中。测定黏度计在 600 r/min 时的读值,读值应在该转速下达到稳定值后读取。测定应在溶液温度为 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下进行。

11.8 测试步骤——饱和盐水溶液黏度计读值

11.8.1 配制足量的饱和盐水溶液。取一个合适的容器,按照每 $100\text{ mL}\pm 1\text{ mL}$ 去离子水加 $40\text{ g}\sim 45\text{ g}$ 氯化钠的比例混合,并充分搅拌。将溶液静置约 1 h ,然后将上层清液轻轻倒出或过滤至一个储存容器。

11.8.2 配制 CMC-HVT 溶液。在搅拌杯中盛 $350\text{ mL}\pm 5\text{ mL}$ 饱和盐水,边在搅拌器上搅拌边缓慢、均匀地加入 $2.50\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ CMC-HVT,加样时间应持续约 60 s 。必要时加入消泡剂。

11.8.3 在搅拌 $5\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT。将粘在刮刀上的所有 CMC-HVT 混到溶液中。

11.8.4 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT。总搅拌时间应为 $20\text{ min}\pm 1\text{ min}$ 。

11.8.5 室温下或在恒温设备($25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$)中,将溶液在密闭或带盖容器中养护 16 h 。记录养护温度。

11.8.6 养护后,在搅拌器上搅拌 $5\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 。

11.8.7 将悬浮液倒入为直读式黏度计配备的样品杯中。测定黏度计在 600 r/min 时的读值,读值应

在该转速下达到稳定值后读取。测定应在溶液温度为 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下进行。

11.9 测试步骤——饱和盐水悬浮液滤失量

11.9.1 配制足量的饱和盐水溶液。取一个合适的容器,按照每 $100\text{ mL}\pm 1\text{ mL}$ 去离子水加 $40\text{ g}\sim 45\text{ g}$ 氯化钠的比例混合,并充分搅拌。将溶液静置约 1 h ,然后将上层清液轻轻倒出或过滤至一个储存容器。

11.9.2 配制 API 标准评价土悬浮液。在搅拌杯中盛入 $350\text{ mL}\pm 5\text{ mL}$ 饱和盐水,加入 $1.0\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 碳酸氢钠,并在搅拌器上搅拌约 1 min 。

11.9.3 边在搅拌器上搅拌,边缓慢加入 $35.0\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ API 标准评价土。

11.9.4 在搅拌 $5\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 API 标准评价土。将粘在刮刀上的所有 API 标准评价土混到悬浮液中。

11.9.5 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 API 标准评价土。总搅拌时间应为 $20\text{ min}\pm 1\text{ min}$ 。

11.9.6 边在搅拌器上搅拌边缓慢、均匀地加入 $3.15\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ CMC-HVT,加样时间应持续约 60 s 。应将样品加至搅拌杯内的涡流中,并避开搅拌轴,以减少扬尘。

注:该加量相当于 $9.00\text{ g/L}\pm 0.03\text{ g/L}$ 。

11.9.7 在搅拌 $5\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT。将粘在刮刀上的所有 CMC-HVT 混到悬浮液中。

11.9.8 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 CMC-HVT。总搅拌时间应为 $20\text{ min}\pm 1\text{ min}$ 。

11.9.9 室温下或在恒温设备($25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$)中,将悬浮液在密闭或带盖容器中养护 16 h 。记录养护温度。

11.9.10 养护后,在搅拌器上搅拌 $5\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 。

11.9.11 立即将 CMC-HVT 处理过的悬浮液倒入滤失仪样品杯中。在倒入悬浮液之前,要保证滤失仪样品杯的所有部件都是干燥的,并且密封圈没有变形或磨损。悬浮液温度应为 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。将悬浮液倒至距样品杯顶端 13 mm 以内。组装滤失仪样品杯,将滤失仪样品杯安装在支架上,并关闭减压阀,在排液管下放一容器。

11.9.12 将一只计时器定在 7.5 min ,另一只定在 30 min 。同时启动两只计时器,并将样品杯压力调至 $690\text{ kPa}\pm 35\text{ kPa}$ 。这两步操作应在 15 s 内完成。压力应由压缩的空气、氮气或氦气提供。

11.9.13 在第一只计时器计时结束时,移开容器并除去黏附在排液管上的所有液体,弃掉。在排液管下放一只干燥的 10 mL 量筒,继续收集滤液至第二只计时器计时结束。移开量筒并记录收集的滤液体积 V_c 。

11.10 计算——饱和盐水悬浮液滤失量

按式(31)计算悬浮液的滤失量 V :

$$V = 2 \times V_c \quad \dots\dots\dots (31)$$

式中:

V ——滤失量,单位为毫升(mL);

V_c ——在 7.5 min 至 30 min 之间收集到的滤液体积,单位为毫升(mL)。

12 淀粉

12.1 概述

12.1.1 钻井级淀粉可以由几种天然淀粉生产。生产工艺应使得淀粉能够被冷水水化(预胶化),并且能够被进一步处理,以便适合于用作水基钻井液的降滤失剂。

12.1.2 该产品应是一种自由流动的粉末,无结块。

12.1.3 按本标准提供的淀粉应符合表 10 规定的技术要求。

表 10 淀粉技术要求

项 目		指 标	
悬浮液	黏度计 600 r/min 读值	40 g/L 盐水	≤18
		饱和盐水	≤20
	滤失量/mL	40 g/L 盐水	≤10
		饱和盐水	≤10
2 000 μm 筛余		无	

12.2 试剂与仪器——悬浮液性能

- API 标准评价土；
- 氯化钠(化学纯)；
- 碳酸氢钠(化学纯)；
- 去离子水或蒸馏水；
- 温度计:精度为 0.5 °C；
- 天平:精度为 0.01 g；
- 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min±300 r/min),或等效物;转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装；
- 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物)；
- 容器:约 500 mL,带盖；
- 容器:玻璃或塑料,带塞子或盖子,盛盐水用；
- 刮刀；
- 容量瓶:1 000 mL；
- 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006；
- 滤失仪:低温低压式,符合 GB/T 16783.1—2006；
- 滤纸:Whatman 50 型,或等效物；
- 计时器:两只,机械式或电子式；
- 量筒:三只,容量 10 mL±0.1 mL、100 mL±1 mL 和 500 mL±5 mL；
- 恒温设备(如恒温水浴):如果室温不在 25 °C±1 °C 范围内,就应有恒温设备,并设定在 25 °C±1 °C 范围内。

12.3 测试步骤——40 g/L 盐水悬浮液黏度计读值

12.3.1 配制 40 g/L 盐水。向 1 000 mL 容量瓶中加入 40 g±0.1 g 氯化钠,加入去离子水至容量瓶刻度线,混合均匀。

12.3.2 配制 API 标准评价土悬浮液。在搅拌杯中盛入 350 mL±5 mL 40 g/L 盐水,加入 1.0 g±0.1 g 碳酸氢钠,并在搅拌器上搅拌约 1 min。

12.3.3 边在搅拌器上搅拌,边缓慢加入 35.0 g±0.1 g API 标准评价土。

12.3.4 在搅拌 5 min±0.1 min 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 API 标准评价土。将粘在刮刀上的所有 API 标准评价土混到溶液中。

12.3.5 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 API 标准评价土。总搅拌时间应为 20 min±1 min。

12.3.6 边在搅拌器上搅拌边缓慢、均匀地加入 3.50 g±0.01 g 淀粉,加样时间应持续约 60 s。

注:该加量相当于 10.0 g/L±0.03 g/L。

12.3.7 在搅拌 $5 \text{ min} \pm 0.1 \text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有淀粉。将粘在刮刀上的所有淀粉混到悬浮液中。

12.3.8 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有淀粉。总搅拌时间应为 $20 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ 。

12.3.9 室温下或在恒温设备($25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$)中,将悬浮液在密闭或带盖容器中养护 24 h 。记录养护温度。

12.3.10 养护后,在搅拌器上搅拌 $5 \text{ min} \pm 0.1 \text{ min}$ 。

12.3.11 立即将溶液倒入为直读式黏度计配备的样品杯中。测定黏度计在 600 r/min 时的读值,读值应在该转速下达到稳定值后读取。测定应在悬浮液温度为 $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 的条件下进行。记录在 600 r/min 时的读值。

12.4 测试步骤——40 g/L 盐水悬浮液滤失量

12.4.1 将 12.3 中用过的悬浮液倒入滤失仪样品杯中。在倒入悬浮液之前,要保证滤失仪样品杯的所有部件都是干燥的,并且密封圈没有变形或磨损。悬浮液温度应为 $25 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 。将悬浮液倒至距样品杯顶端 13 mm 以内。组装滤失仪样品杯,将滤失仪样品杯安装在支架上,并关闭减压阀,在排液管下放一容器。

12.4.2 将一只计时器定在 7.5 min ,另一只定在 30 min 。同时启动两只计时器,并将样品杯压力调至 $690 \text{ kPa} \pm 35 \text{ kPa}$ 。这两步操作应在 15 s 内完成。压力应由压缩的空气、氮气或氦气提供。

12.4.3 在第一只计时器计时结束时,移开容器并除去黏附在排液管上的所有液体,弃掉。在排液管下放一只干燥的 10 mL 量筒,继续收集滤液至第二只计时器计时结束。移开量筒并记录收集的滤液体积 V_c 。

12.5 计算——40 g/L 盐水悬浮液滤失量

按式(32)计算悬浮液的滤失量 V :

$$V = 2 \times V_c \quad \dots\dots\dots (32)$$

式中:

V ——滤失量,单位为毫升(mL);

V_c ——在 7.5 min 至 30 min 之间收集到的滤液体积,单位为毫升(mL)。

12.6 测试步骤——饱和盐水悬浮液黏度计读值

12.6.1 配制足量的饱和盐水溶液。取一个合适的容器,按照每 $100 \text{ mL} \pm 1 \text{ mL}$ 去离子水加 $40 \text{ g} \sim 45 \text{ g}$ 氯化钠的比例混合,并充分搅拌。将溶液静置约 1 h ,然后将上层清液轻轻倒出或过滤至一个储存容器。

12.6.2 配制 API 标准评价土悬浮液。在搅拌杯中盛入 $350 \text{ mL} \pm 5 \text{ mL}$ 饱和盐水,加入 $1.0 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ 碳酸氢钠,并在搅拌器上搅拌约 1 min 。

12.6.3 边在搅拌器上搅拌,边缓慢加入 $35.0 \text{ g} \pm 0.1 \text{ g}$ API 标准评价土。

12.6.4 在搅拌 $5 \text{ min} \pm 0.1 \text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 API 标准评价土。将粘在刮刀上的所有 API 标准评价土混到溶液中。

12.6.5 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 API 标准评价土。总搅拌时间应为 $20 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ 。

12.6.6 边在搅拌器上搅拌边慢速而均匀地加入 $3.50 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 淀粉,加样时间应持续约 60 s 。

注:该加量相当于 $10.0 \text{ g/L} \pm 0.03 \text{ g/L}$ 。

12.6.7 在搅拌 $5 \text{ min} \pm 0.1 \text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有淀粉。将粘在刮刀上的所有淀粉混到悬浮液中。

12.6.8 将搅拌杯重新放到搅拌器上并继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有淀粉。总搅拌时间应为 $20 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ 。

12.6.9 室温下或在恒温设备(25℃±1℃)中,将悬浮液在密闭或带盖容器中养护 24 h。记录养护温度。

12.6.10 养护后,在搅拌器上搅拌 5 min±0.1 min。

12.6.11 立即将溶液倒入为直读式黏度计配备的样品杯中。测定黏度计在 600 r/min 时的读值,读值应在该转速下达到稳定值后读取。测定应在悬浮液温度为 25℃±1℃的条件下进行。记录在 600 r/min 时的读值。

12.7 测试步骤——饱和盐水悬浮液滤失量

12.7.1 将 12.6 中用过的悬浮液倒入滤失仪样品杯中。在倒入悬浮液之前,要保证滤失仪样品杯的所有部件都是干燥的,并且密封圈没有变形或磨损。悬浮液温度应为 25℃±1℃。将悬浮液倒至距样品杯顶端 13 mm 以内。组装滤失仪样品杯,将滤失仪样品杯安装在支架上,并关闭减压阀,在排液管下放一容器。

12.7.2 将一只计时器定在 7.5 min,另一只定在 30 min。同时启动两只计时器,并将样品杯压力调至 690 kPa±35 kPa。这两步操作应在 15 s 内完成。压力应由压缩的空气、氮气或氦气提供。

12.7.3 在第一只计时器计时结束时,移开容器并除去黏附在排液管上的所有液体,弃掉。在排液管下放一只干燥的 10 mL 量筒,继续收集滤液至第二只计时器计时结束。移开量筒并记录收集的滤液体积 V_c 。

12.8 计算——饱和盐水悬浮液滤失量

按式(33)计算悬浮液的滤失量 V ：

$$V = 2 \times V_c \quad \dots\dots\dots(33)$$

式中：

V ——滤失量,单位为毫升(mL)；

V_c ——在 7.5 min 至 30 min 之间收集到的滤液体积,单位为毫升(mL)。

12.9 试剂与仪器——2 000 μm 筛余

筛子:2 000 μm,直径大约 203 mm,符合 ASTM E 11 的要求。

12.10 测试步骤——2 000 μm 筛余

12.10.1 称取 25 g±0.1 g 淀粉,转移至 2 000 μm 筛子中。

12.10.2 振动筛子,时间最长为 5 min。

12.10.3 检测是否有筛余。

13 低黏聚阴离子纤维素(PAC-LV)

13.1 概述

13.1.1 PAC-LV 也称为低黏度 PAC,是用纤维素和羧甲基阴离子基团的化学反应生产的水溶性聚合物。这种产品经进一步提纯,以便显著提高聚合物的有效含量。不应含有其他多糖类物质,例如淀粉、胍胶和其他天然聚合物或它们的衍生物。这种产品是自由流动的粉末状和/或颗粒状产品。其技术要求见表 11。

13.1.2 PAC-LV 作为降滤失剂、黏度控制剂和页岩抑制剂而广泛用于水基钻井液中。尽管现场用途各不相同,但本程序重点规定了滤失量控制和黏度特性。

13.1.3 本程序的目的是给出评价 PAC-LV 性能的简单且具有再现性的方法,并且为这种材料规定了性能指标。

注:建议 PAC-LV 的纯度应大于 96% NaCMC(以干基计)。

13.1.4 PAC-LV 不应含有淀粉。因此,必须进行淀粉的定性检测。如果检出淀粉,则没必要进一步测试,而是应将样品拒收。

13.1.5 应使用人造海水钻井液来测定 PAC-LV 的黏度和滤失控制性能。

13.1.6 为获得最佳现场使用效果,建议 PAC-LV 粉末的粒度应不大于 0.8 mm(不大于 20 目)。

表 11 PAC-LV 技术要求

项 目	指 标
淀粉或淀粉衍生物	无
水分(质量分数)/%	≤10
表观黏度/(mPa·s)	≤40
滤失量/mL	≤16

13.2 淀粉的定性检测

13.2.1 原理

13.2.1.1 本试验的目的是确定在 PAC-LV 等粉末状或颗粒状水溶性聚合物中是否存在淀粉或淀粉衍生物。

13.2.1.2 向待检测 PAC-LV 溶液中加入碘/碘化物溶液。如果有直链淀粉存在,会形成有色络合物。

13.2.2 试剂和材料

- a) 去离子水或蒸馏水;
- b) 碘乙醇溶液:0.1 mol/L;
- c) 碘化钾(化学纯);
- d) 氢氧化钠(NaOH)(化学纯):稀溶液,0.1%~0.5%。

13.2.3 仪器

- a) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min±300 r/min),或等效物,转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- b) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- c) 实验室用小勺;
- d) 刮刀;
- e) 天平:精度为 0.01 g;
- f) 容量瓶:100 mL;
- g) 巴斯德移液管或滴瓶,塑料质;
- h) 计时器:机械式或电子式;
- i) pH 计与 pH 电极;
- j) 聚合物加料装置(如 Fann®或 OFI®型),或等效物;
- k) 试管。

13.2.4 程序——碘/碘化钾溶液配制

13.2.4.1 加入 10 mL±0.1 mL 0.1 mol/L 碘溶液至 100 mL±0.1 mL 的容量瓶中。

13.2.4.2 加入 0.60 g±0.01 g 碘化钾(KI),轻轻摇动容量瓶使其溶解。

13.2.4.3 加去离子水至 100 mL 刻度线,彻底混合均匀。记录配制日期。

13.2.4.4 将配制的碘/碘化物溶液盛入一个棕色密闭容器中,存放在昏暗、凉爽而干燥的地方,静置 15 min 后使用。有效期最长可达三个月。过期后应弃掉,重新配制。

13.2.5 程序——PAC-LV 溶液配制及淀粉检测

13.2.5.1 配制待检测 PAC-LV 的 5%水溶液。向搅拌杯中加入 380 g±0.1 g 去离子水,边在搅拌器上搅拌边匀速加入 20 g±0.1 g PAC-LV,加样时间应持续 60 s~120 s。应将样品加至搅拌杯内的涡流中,并避开搅拌轴,以减少扬尘。最好使用 13.2.3j)中的聚合物加料装置。

13.2.5.2 在搅拌 5 min±0.1 min 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 PAC-

LV。将粘在刮刀上的所有 PAC-LV 混到溶液中。

13.2.5.3 测量溶液的 pH 值。如果 pH 值低于 10, 逐滴加入 NaOH 稀溶液, 将 pH 值提到 10。

13.2.5.4 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。总搅拌时间应为 20 min±1 min。

13.2.5.5 将 2 mL±0.1 mL 样品溶液盛入一只试管中, 逐滴加入碘/碘化物溶液, 每次 3 滴, 最多加 30 滴。

13.2.5.6 用去离子水准备三份空白试验, 分别向试管中加入 3 滴、9 滴、30 滴碘/碘化物溶液, 用来对比试验。

13.2.5.7 每次加入 3 滴溶液之后, 轻轻摇动试管, 将样品溶液的颜色与空白试验进行比较。颜色比较应在白色背景下进行。

13.2.6 判定——PAC-LV 淀粉检测

13.2.6.1 如果待测样品溶液呈现出与空白试验之一相同的黄色, 则样品不含有任何淀粉或淀粉衍生物。

13.2.6.2 如果呈现其他任何颜色, 强烈表明有淀粉或淀粉衍生物存在。

13.2.6.3 如果出现的颜色很快就消失, 表明有还原剂存在。在这种情况下, 继续逐滴加入碘/碘化物溶液, 与空白试验之一进行颜色比较, 见 13.2.6.1。

13.2.6.4 如果检测到任何区别于 13.2.6.1 的颜色反应, 则没必要继续进行下一步检测。

13.3 水分

13.3.1 仪器

- a) 烘箱: 可控制在 105 °C±3 °C;
- b) 天平: 精度为 0.01 g;
- c) 蒸发皿: 容量 150 mL;
- d) 刮刀;
- e) 干燥器: 装有硫酸钙(化学纯)干燥剂, 或等效物。

13.3.2 测试步骤

13.3.2.1 称取 10 g±0.1 g PAC-LV 样品至已称重的蒸发皿中。记录样品质量 m 。

13.3.2.2 在 105 °C±3 °C 的烘箱中将样品烘干 4 h。

13.3.2.3 在干燥器中冷却样品至室温。

13.3.2.4 再次称量盛有干燥后的 PAC-LV 的蒸发皿。记录干样质量 m_2 。

13.3.3 计算

按式(34)计算样品的水分的含量 w_6 :

$$w_6 = 100 \times \frac{m - m_2}{m} \dots\dots\dots (34)$$

式中:

w_6 ——水分的含量(质量分数), %;

m ——样品质量, 单位为克(g);

m_2 ——干样质量, 单位为克(g)。

13.4 滤失量

13.4.1 试剂和材料

- a) 海盐: 符合 ASTM D 1141-1998(2003), 或等效物;
- b) API 标准评价土;
- c) 氯化钾(化学纯);
- d) 碳酸氢钠(化学纯);
- e) 去离子水或蒸馏水。

13.4.2 仪器

- a) 温度计:量程为 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$,精度为 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- b) 天平:精度为 0.01 g ;
- c) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 $11\ 000\text{ r/min}\pm 300\text{ r/min}$),或等效物,转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm ,冲压面向上安装;
- d) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm ,上口直径 97 mm ,下底直径 70 mm (例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- e) 刮刀;
- f) 容器:玻璃或塑料,带塞子或盖子,盛盐水用;
- g) 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006;
- h) 计时器:两只,机械式或电子式;
- i) 滤失仪:低温低压式,符合 GB/T 16783.1—2006;
- j) 滤纸:Whatman 50 型,或等效物;
- k) 量筒:两只,容量分别为 $10\text{ mL}\pm 0.1\text{ mL}$ 和 $500\text{ mL}\pm 5\text{ mL}$;
- l) 聚合物加料装置(如 Fann®或 OFI®型),或等效物。

13.4.3 测试步骤——PAC-LV 滤失量

13.4.3.1 加入 $42\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 海盐至 $1\text{ L}\pm 2\text{ mL}$ 去离子水中。

13.4.3.2 在 358 g 海盐溶液中,加入 $35.0\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 氯化钾(KCl)。

13.4.3.3 搅拌 $3\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 后,加入 $1.0\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 碳酸氢钠。

13.4.3.4 搅拌 $3\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 后,加入 $28.0\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ API 标准评价土。

13.4.3.5 搅拌 $5\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 API 标准评价土。将粘在刮刀上的所有 API 标准评价土混到悬浮液中。

13.4.3.6 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌 $5\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 。

13.4.3.7 称取 $2.0\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ PAC-LV。

13.4.3.8 边在搅拌器上搅拌边缓慢、匀速加入 PAC-LV,加样时间应持续约 60 s 。应将 PAC-LV 加至搅拌杯内的涡流中,并避开搅拌轴,以减少扬尘。最好使用 13.4.2 l) 中的聚合物加料装置。

13.4.3.9 搅拌 $5\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 PAC-LV。将粘在刮刀上的所有 PAC-LV 混到悬浮液中。

13.4.3.10 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 PAC-LV。从加入 PAC-LV 开始的总搅拌时间应为 $20\text{ min}\pm 1\text{ min}$ 。

13.4.3.11 在 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下,将悬浮液在密闭或带盖容器中养护 16 h 。记录养护温度。

13.4.3.12 养护后,在搅拌器上搅拌悬浮液 $5\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 。

13.4.3.13 将 PAC-LV 悬浮液倒入滤失仪样品杯中。在倒入悬浮液之前,要保证滤失仪样品杯的所有部件都是干燥的,并且密封圈没有变形或磨损。悬浮液温度应为 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。将悬浮液倒至距样品杯顶端 13 mm 以内。组装滤失仪样品杯,将滤失仪样品杯安装在支架上,并关闭减压阀,在排液管下放一容器。

13.4.3.14 将一只计时器定在 7.5 min ,另一只定在 30 min 。同时启动两只计时器,并将样品杯压力调至 $690\text{ kPa}\pm 35\text{ kPa}$ 。压力应由压缩空气、氮气或氦气提供,应在 15 s 内完成加压。

13.4.3.15 在第一只计时器计时结束时,移开容器并除去黏附在排液管上的所有液体,弃掉。在排液管下放一只干燥的 10 mL 量筒,继续收集滤液至第二只计时器计时结束。移开量筒并记录收集的滤液体积 $V_{\text{。}}$ 。

13.4.4 计算——PAC-LV 滤失量

按式(35)计算滤失量 V :

$$V = 2 \times V_c \quad \dots\dots\dots (35)$$

式中:

V ——滤失量,单位为毫升(mL);

V_c ——在 7.5 min 至 30 min 之间收集到的滤液体积,单位为毫升(mL)。

13.5 溶液表观黏度

13.5.1 试剂和材料

- a) 海盐:符合 ASTM D 1141-1998(2003),或等效物;
- b) 氯化钾(化学纯);
- c) 去离子水或蒸馏水。

13.5.2 仪器

- a) 温度计:量程为 0 °C ~ 60 °C,精度为 0.5 °C;
- b) 天平:精度为 0.01 g;
- c) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min ± 300 r/min),或等效物,转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- d) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- e) 刮刀;
- f) 容器:玻璃或塑料,带塞子或盖子,盛盐水用;
- g) 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006。

13.5.3 测试步骤——溶液表观黏度

13.5.3.1 加入 42 g ± 0.01 g 海盐至 1 L ± 2 mL 去离子水中。

13.5.3.2 在 358 g 海盐溶液中,加入 35.0 g ± 0.01 g 氯化钾(KCl)。

13.5.3.3 称取 5.0 g ± 0.01 g PAC-LV。边在搅拌器上搅拌边缓慢、匀速加入 PAC-LV,加样时间应持续约 1 min。应将 PAC-LV 加至搅拌杯内的涡流中,并避开搅拌轴,以减少扬尘。

13.5.3.4 在搅拌 5 min ± 0.1 min 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 PAC-LV。将粘在刮刀上的所有 PAC-LV 混到悬浮液中。

13.5.3.5 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 PAC-LV。从加入 PAC-LV 开始的总搅拌时间应为 20 min ± 1 min。

13.5.3.6 在 25 °C ± 1 °C 下,将悬浮液在密闭或带盖容器中静置养护 16 h。记录养护温度。

13.5.3.7 养护后,在搅拌器上搅拌悬浮液 5 min ± 0.1 min。

13.5.3.8 将溶液倒入为直读式黏度计配备的样品杯中。在 25 °C ± 1 °C 下,测定悬浮液在 600 r/min 时的读值。

13.5.4 计算——溶液表观黏度

按式(36)计算溶液的表观黏度 AV :

$$AV = \frac{R_{600}}{2} \quad \dots\dots\dots (36)$$

式中:

AV ——悬浮液的表观黏度,单位为毫帕秒(mPa · s);

R_{600} ——黏度计在 600 r/min 下的读值。

14 高黏聚阴离子纤维素(PAC-HV)

14.1 概述

14.1.1 PAC-HV,也称之为 API PAC R,是用纤维素和羧甲基阴离子基团的化学反应生产的水溶性

聚合物。这种产品经进一步提纯,以便显著提高聚合物的有效含量。不应含有其他多糖类物质,例如淀粉、胍胶和其他天然聚合物或它们的衍生物。这种产品是自由流动的粉末状和/或颗粒状产品。其技术要求见表 12。

注:建议 PAC-HV 的纯度应大于 96% NaCMC(以干基计)。

14.1.2 PAC-HV 作为降滤失剂、黏度控制剂和页岩抑制剂而广泛用于水基钻井液中。尽管现场用途各不相同,但本程序重点规定了滤失量控制和黏度特性。

14.1.3 本程序的目的是给出评价 PAC-HV 性能的简单且具有再现性的方法,并且为这种材料规定了技术指标。

14.1.4 PAC-HV 不应含有淀粉。因此,在性能测试前,必须进行淀粉的定性检测。如果检出淀粉,则没必要进一步测试,而是应将样品拒收。

14.1.5 应使用人造海水钻井液来确定 PAC-HV 的滤失控制性能和表观黏度。

14.1.6 为获得最佳现场使用效果,建议 PAC-HV 粉末的粒度应不大于 0.8 mm(不大于 20 目)。

表 12 PAC-HV 技术要求

项 目	指 标
淀粉或淀粉衍生物	无
水分(质量分数)/%	≤10
表观黏度/(mPa·s)	≥50
API 滤失量/mL	≤23

14.2 淀粉的定性检测

14.2.1 原理

14.2.1.1 本试验的目的是确定在 PAC-HV 等粉末状或颗粒状水溶性聚合物中是否存在淀粉或淀粉衍生物。

14.2.1.2 向待测 PAC-HV 溶液中加入碘/碘化物溶液。如果有直链淀粉存在,会形成有色络合物。

14.2.2 试剂和材料

- a) 去离子水或蒸馏水;
- b) 碘乙醇溶液:0.1 mol/L;
- c) 碘化钾(化学纯);
- d) 氢氧化钠(NaOH)(化学纯):稀溶液,0.1%~0.5%。

14.2.3 仪器

- a) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min±300 r/min),或等效物,转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- b) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- c) 实验室用小勺;
- d) 刮刀;
- e) 天平:精度为 0.01 g;
- f) 容量瓶:100 mL;
- g) 巴斯德移液管或滴瓶,塑料质;
- h) 计时器:机械式或电子式;
- i) pH 计与 pH 电极;
- j) 聚合物加料装置(如 Fann®或 OFI®型),或等效物;
- k) 试管。

14.2.4 程序——碘/碘化钾溶液配制

14.2.4.1 加入 $10\text{ mL}\pm 0.1\text{ mL}$ 0.1 mol/L 碘溶液至 $100\text{ mL}\pm 0.1\text{ mL}$ 的容量瓶中。

14.2.4.2 加入 $0.60\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 碘化钾(KI),轻轻摇动容量瓶使其溶解。

14.2.4.3 加去离子水至 100 mL 刻度线,彻底混合均匀。记录配制日期。

14.2.4.4 将配制的碘/碘化物溶液盛入一个棕色密闭容器中,存放在昏暗、凉爽而干燥的地方,静置 15 min 后使用。有效期最长可达三个月。过期后应弃掉,重新配制。

14.2.5 程序——PAC-HV 溶液配制及淀粉检测

14.2.5.1 配制待检测 PAC-HV 的 1% 水溶液。向搅拌杯中加入 $396\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 去离子水。边在搅拌器上搅拌边匀速加入 $4\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ PAC-HV,加样时间应持续 $60\text{ s}\sim 120\text{ s}$ 。应将样品加至搅拌杯内的涡流中,并避开搅拌轴,以减少扬尘。最好使用 14.2.3 j) 中的聚合物加料装置。

14.2.5.2 在搅拌 $5\text{ min}\pm 0.1\text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 PAC-HV。将粘在刮刀上的所有 PAC-HV 混到溶液中。

14.2.5.3 测量溶液的 pH 值。如果 pH 值低于 10,逐滴加入 NaOH 稀溶液,将 pH 值提到 10。

14.2.5.4 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。总搅拌时间应为 $20\text{ min}\pm 1\text{ min}$ 。

14.2.5.5 将 $2\text{ mL}\pm 0.1\text{ mL}$ 样品溶液盛入一只试管中,逐滴加入碘/碘化物溶液,每次 3 滴,最多加 30 滴。

14.2.5.6 用去离子水准备三份空白试验,分别向试管中加入 3 滴、9 滴、30 滴碘/碘化物溶液,用来对比试验。

14.2.5.7 每次加入 3 滴溶液之后,轻轻摇动试管,将样品溶液的颜色与空白试验进行比较。颜色比较应在白色背景下进行。

14.2.6 判定——PAC-HV 淀粉检测

14.2.6.1 如果待测样品溶液呈现出与空白试验之一相同的黄色,则样品不含有任何淀粉或淀粉衍生物。

14.2.6.2 如果呈现其他任何颜色,强烈表明有淀粉或淀粉衍生物存在。

14.2.6.3 如果出现的颜色很快就消失,表明有还原剂存在。在这种情况下,继续逐滴加入碘/碘化物溶液,与 14.2.6.1 进行颜色比较。

14.2.6.4 如果检测到任何区别于 14.2.6.1 的颜色反应,则没必要继续进行下一步检测。

14.3 水分

14.3.1 仪器

a) 烘箱:可控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$;

b) 天平:精度为 0.01 g ;

c) 蒸发皿;

d) 刮刀;

e) 干燥器:装有硫酸钙(化学纯)干燥剂,或等效物;

f) 聚合物加料装置(如 Fann®或 OFI®型),或等效物。

14.3.2 测试步骤

14.3.2.1 称取 $10\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ PAC-HV 样品至已称重的蒸发皿中。记录样品质量 m_1 。

14.3.2.2 在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中将样品烘干 4 h 。

14.3.2.3 在干燥器中冷却样品至室温。

14.3.2.4 再次称量盛有干燥后的 PAC-HV 的蒸发皿。记录干样质量 m_2 。

14.3.3 计算

按式(37)计算样品的水分的含量 w_6 :

$$w_6 = 100 \times \frac{m - m_2}{m} \dots\dots\dots (37)$$

式中:

w_6 ——水分的含量(质量分数), %;

m ——样品质量, 单位为克(g);

m_2 ——干样质量, 单位为克(g)。

14.4 滤失量

14.4.1 试剂和材料

- a) 海盐:符合 ASTM D 1141-1998(2003),或等效物;
- b) API 标准评价土;
- c) 氯化钾(化学纯);
- d) 碳酸氢钠(化学纯);
- e) 去离子水或蒸馏水。

14.4.2 仪器

- a) 温度计:量程为 0 °C~60 °C,精度为 0.5 °C;
- b) 天平:精度为 0.01 g;
- c) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min±300 r/min),或等效物,转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- d) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- e) 刮刀;
- f) 容器:玻璃或塑料,带塞子或盖子,盛盐水用;
- g) 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006;
- h) 计时器:两只,机械式或电子式;
- i) 滤失仪:低温低压式,符合 GB/T 16783.1—2006;
- j) 滤纸:Whatman 50 型,或等效物;
- k) 量筒:两只,容量分别为 10 mL±0.1 mL 和 500 mL±5 mL;
- l) 聚合物加料装置(如 Fann®或 OFI®型),或等效物。

14.4.3 测试步骤——PAC-HV 滤失量

- 14.4.3.1 加入 42 g±0.01 g 海盐至 1 L±2 mL 去离子水中。
- 14.4.3.2 在 358 g 海盐溶液中,加入 35.0 g±0.01 g 氯化钾(KCl)。
- 14.4.3.3 搅拌 3 min±0.1 min 后,加入 1.0 g±0.01 g 碳酸氢钠。
- 14.4.3.4 搅拌 3 min±0.1 min 后,加入 28.0 g±0.01 g API 标准评价土。
- 14.4.3.5 搅拌 5 min±0.1 min 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 API 标准评价土。将粘在刮刀上的所有 API 标准评价土混到悬浮液中。
- 14.4.3.6 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌 5 min±0.1 min。
- 14.4.3.7 称取 1.0 g±0.01 g PAC-HV。
- 14.4.3.8 边在搅拌器上搅拌边缓慢、匀速加入 PAC-HV,加样时间应持续约 60 s。应将 PAC-HV 加至搅拌杯内的涡流中,并避开搅拌轴,以减少扬尘。最好使用 14.4.2 l)中的聚合物加料装置。
- 14.4.3.9 搅拌 5 min±0.1 min 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 PAC-HV。将粘在刮刀上的所有 PAC-HV 混到悬浮液中。
- 14.4.3.10 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 PAC-HV。从加入 PAC-HV 开始的总搅拌时间应为 20 min±1 min。

14.4.3.11 在 25 ℃±1 ℃下,将悬浮液在密闭或带盖容器中养护 16 h。记录养护温度。

14.4.3.12 养护后,在搅拌器上搅拌悬浮液 5 min±0.1 min。

14.4.3.13 将 PAC-HV 悬浮液倒入滤失仪样品杯中。在倒入悬浮液之前,要保证滤失仪样品杯的所有部件都是干燥的,并且密封圈没有变形或磨损。悬浮液温度应为 25 ℃±1 ℃。将悬浮液倒至距样品杯顶端 13 mm 以内。组装滤失仪样品杯,将滤失仪样品杯安装在支架上,并关闭减压阀,在排液管下放一容器。

14.4.3.14 将一只计时器定在 7.5 min,另一只定在 30 min。同时启动两只计时器,并将样品杯压力调至 690 kPa±35 kPa。压力应由压缩空气、氮气或氦气提供,应在 15 s 内完成加压。

14.4.3.15 在第一只计时器计时结束时,移开容器并除去黏附在排液管上的所有液体,弃掉。在排液管下放一只干燥的 10 mL 量筒,继续收集滤液至第二只计时器计时结束。移开量筒并记录收集的滤液体积 V_c 。

14.4.4 计算——PAC-HV 滤失量

按式(38)计算滤失量 V :

$$V = 2 \times V_c \quad \dots\dots\dots(38)$$

式中:

V ——滤失量,单位为毫升(mL);

V_c ——在 7.5 min 至 30 min 之间收集到的滤液体积,单位为毫升(mL)。

14.5 溶液表观黏度

14.5.1 试剂和材料

- a) 海盐:符合 ASTM D 1141-1998(2003),或等效物;
- b) 氯化钾(化学纯);
- c) 去离子水或蒸馏水。

14.5.2 仪器

- a) 温度计:量程为 0 ℃~60 ℃,精度为 0.5 ℃;
- b) 天平:精度为 0.01 g;
- c) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min±300 r/min),或等效物,转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- d) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- e) 刮刀;
- f) 容器:玻璃或塑料,带塞子或盖子,盛盐水用;
- g) 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006。

14.5.3 测试步骤——溶液表观黏度

14.5.3.1 加入 42 g±0.01 g 海盐至 1 L±2 mL 去离子水中。

14.5.3.2 在 358 g 海盐溶液中,加入 35.0 g±0.01 g 氯化钾(KCl)。

14.5.3.3 称取 3.0 g±0.01 g PAC-HV。边在搅拌器上搅拌边缓慢、匀速加入 PAC-HV,加样时间应持续约 1 min。应将 PAC-HV 加至搅拌杯内的涡流中,并避开搅拌轴,以减少扬尘。

14.5.3.4 在搅拌 5 min±0.1 min 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有 PAC-HV。将粘在刮刀上的所有 PAC-HV 混到悬浮液中。

14.5.3.5 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时,再过 5 min 和 10 min 后从搅拌器上取下搅拌杯,刮下粘在杯壁上的所有 PAC-HV。从加入 PAC-HV 开始的总搅拌时间应为 20 min±1 min。

14.5.3.6 在 25 ℃±1 ℃下,将悬浮液在密闭或带盖容器中静置养护 16 h。记录养护温度。

14.5.3.7 养护后,在搅拌器上搅拌悬浮液 5 min±0.1 min。

14.5.3.8 将溶液倒入为直读式黏度计配备的样品杯中。在 25℃±1℃下,测定悬浮液在 600 r/min 时的读值。

14.5.4 计算——溶液表观黏度

按式(39)计算溶液的表观黏度 AV:

$$AV = \frac{R_{600}}{2} \dots\dots\dots (39)$$

式中:

AV——悬浮液的表观黏度,单位为毫帕秒(mPa·s);

R₆₀₀——黏度计在 600 r/min 下的读值。

15 钻井级生物聚合物

15.1 概述

15.1.1 生物聚合物是水溶性多聚糖类产品,是黄单胞菌经特殊的发酵过程生产的,不应含有其他多糖类物质,例如淀粉、胍胶和其他天然聚合物或它们的衍生物。这种产品可含有最高达 3% 的专门用于增强分散性或溶解性的材料。生物聚合物是近白色自由流动的粉末状产品。

15.1.2 生物聚合物作为流变性改进剂广泛应用于水基钻井液、修井液或完井液中,以产生低剪切速率黏度并增强悬浮能力。

15.1.3 本程序是评价用于钻井作业的生物聚合物性能的简单且具有再现性的方法。也可制定该产品用于增产措施、修井或完井等油气层工作液时的其他性能指标。

15.1.4 生物聚合物不应含有淀粉或胍胶等其他任何聚合物。应进行对生物聚合物溶液黏度有协同作用的胍胶或淀粉的定性检测。

15.1.5 用生物聚合物的人造海水溶液来确定其黏度特性。

15.1.6 为获得最佳现场使用效果,建议生物聚合物粉末的粒度应小于 425 μm。生物聚合物应满足表 13 的要求。

表 13 生物聚合物技术要求

项 目		指 标
淀粉、胍胶或其衍生物		无
水分(质量分数)/%		≤13
细度分析(质量分数)	小于 425 μm/%	≥95
	小于 75 μm/%	≤50
黏度 ^a	直读式黏度计(300 r/min)/(mPa·s)	≥11(读值≥55)
	直读式黏度计(6 r/min)/(mPa·s)	≥180(读值≥18)
	直读式黏度计(3 r/min)/(mPa·s)	≥320(读值≥16)
	布氏黏度计(1.5 r/min)/(mPa·s)	≥1 950
^a 直读式黏度计安装 f 0.2 扭力弹簧,R1/B1 配置时: a) 300 r/min 时:黏度(mPa·s)=读值×0.2; b) 6 r/min 时:黏度(mPa·s)=读值×10.0; c) 3 r/min 时:黏度(mPa·s)=读值×20.0。		

15.2 生物聚合物中淀粉的定性检测

15.2.1 原理

15.2.1.1 本试验的目的是确定在粉末状或颗粒状生物聚合物中是否存在胍胶、淀粉和淀粉衍生物。

如果检出淀粉,则没必要进一步测试,而是应将样品拒收。

15.2.1.2 向待测生物聚合物溶液中加入碘/碘化物溶液。如果有直链淀粉存在,会形成有色络合物。

15.2.2 试剂和材料

- a) 去离子水或蒸馏水;
- b) 碘乙醇溶液:0.1 mol/L;
- c) 碘化钾(化学纯);
- d) 氢氧化钠(NaOH)(化学纯):稀溶液,0.1%~0.5%。

15.2.3 仪器

- a) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 $11\,000\text{ r/min} \pm 300\text{ r/min}$),或等效物,转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- b) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- c) 实验室用小勺;
- d) 刮刀;
- e) 天平:精度为 0.01 g;
- f) 容量瓶:100 mL;
- g) 巴斯德移液管或滴瓶,塑料质;
- h) 计时器:机械式或电子式;
- i) pH 计与 pH 电极;
- j) 聚合物加料装置(如 Fann®或 OFI®型),或等效物;
- k) 试管。

15.2.4 程序——淀粉定性测定用碘/碘化钾溶液配制

15.2.4.1 加入 $10\text{ mL} \pm 0.1\text{ mL}$ 0.1 mol/L 碘溶液至 $100\text{ mL} \pm 0.1\text{ mL}$ 的容量瓶中。

15.2.4.2 加入 $0.60\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 碘化钾(KI),轻轻摇动容量瓶使其溶解。

15.2.4.3 加去离子水至 100 mL 刻度线,彻底混合均匀。记录配制日期。

15.2.4.4 将配制的碘/碘化物溶液盛入一个棕色密闭容器中,存放在昏暗、凉爽而干燥的地方,静置 15 min 后使用。有效期最长可达三个月。过期后应弃掉,重新配制。

15.2.5 程序——生物聚合物溶液的配制及淀粉检测

15.2.5.1 配制待检测生物聚合物的 1%水溶液。向搅拌杯中加入 $396\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 去离子水,边在搅拌器上搅拌边匀速加入 $4\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 生物聚合物,加样时间应持续 60 s~120 s。应将生物聚合物加至搅拌杯内的涡流中,并避开搅拌轴,以减少扬尘。最好使用 15.2.3j)中的聚合物加料装置。

15.2.5.2 搅拌 $5\text{ min} \pm 0.1\text{ min}$ 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有生物聚合物。将粘在刮刀上的所有生物聚合物混到溶液中。

15.2.5.3 测量溶液的 pH 值。如果 pH 值低于 10,逐滴加入 NaOH 稀溶液,将 pH 值提到 10。

15.2.5.4 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。总搅拌时间应为 $20\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。

15.2.5.5 将 2 mL 样品溶液盛入一只试管中,逐滴加入碘/碘化物溶液,每次 3 滴,最多加 30 滴。

15.2.5.6 用去离子水准备三份空白试验,分别向试管中加入 3 滴、9 滴、30 滴碘/碘化物溶液,用来对比试验。

15.2.5.7 每次加入 3 滴溶液之后,轻轻摇动试管,将样品溶液的颜色与空白试验进行比较。颜色比较应在白色背景下进行。

15.2.6 判定

15.2.6.1 如果待测样品溶液呈现出与空白试验之一相同的黄色,则样品不含有任何淀粉或淀粉衍生物。

- 15.2.6.2 如果溶液或沉淀呈现浅绿色至深蓝色,表明有淀粉存在(直链淀粉)。
- 15.2.6.3 如果呈现浅粉红色至红棕色,表明有高取代度淀粉、糊精或支链淀粉存在。
- 15.2.6.4 如果呈现其他任何颜色,强烈表明有淀粉或淀粉衍生物存在。
- 15.2.6.5 如果出现的颜色很快就消失,表明有还原剂存在。在这种情况下,继续逐滴加入碘/碘化物溶液,与 15.2.6.1 进行颜色比较。
- 15.2.6.6 如果检测到任何区别于 15.2.6.1 的颜色反应,则没必要继续进行下一步检测。

15.3 生物聚合物中胍胶的定性检测

15.3.1 原理

- 15.3.1.1 如果生物聚合物含有 7.5%~10.0%(质量分数)胍胶,则可检测出胍胶的存在。
- 15.3.1.2 用硼酸钠使胍胶发生交联,这将导致生物聚合物溶液黏度的提高。

15.3.2 试剂和材料

- a) 自来水;
- b) 十水合硼酸钠(化学纯);
- c) 温自来水:32℃±2℃。

15.3.3 仪器

- a) 天平:精度为 0.01 g;
- b) 搅拌器:如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min±300 r/min),或等效物,转轴应装有单正弦波形的叶片,叶片直径约 25 mm,冲压面向上安装;
- c) 搅拌杯:近似尺寸为深 180 mm,上口直径 97 mm,下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- d) 刮刀;
- e) 温度计:精度为 0.5℃;
- f) 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006。例如,R1/B1 配置并装有 f 0.2 扭力弹簧的 Fann 35 型或等效物。校准见 15.8;
- g) 烧杯:容量 400 mL,硼硅酸盐耐热玻璃,细高,1060 型;
- h) 量筒:容量 50 mL±1.0 mL;
- i) 称量纸;
- j) 水浴:恒温在 25℃±1℃;
- k) 计时器:机械式或电子式。

15.3.4 程序——生物聚合物淡水溶液的配制

- 15.3.4.1 称取 350 g±1.0 g 水至搅拌杯中。
- 15.3.4.2 称取 1.5 g±0.01 g 生物聚合物至称量纸上。
- 15.3.4.3 将搅拌杯放到搅拌器上开始搅拌。
- 15.3.4.4 匀速加入生物聚合物,加样时间应持续约 30 s。应将生物聚合物加至搅拌杯内的涡流中,并避开搅拌轴,以减少扬尘。
- 15.3.4.5 在搅拌 5 min±0.1 min 后,从搅拌器上取下搅拌杯,用刮刀刮下粘在杯壁上的所有生物聚合物。将粘在刮刀上的所有生物聚合物混到悬浮液中。
- 15.3.4.6 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。总搅拌时间应为 15 min±1 min。
- 15.3.4.7 将搅拌杯放入冷却水中,在 30 min 内将溶液温度冷却至 25℃±1℃。

15.3.5 程序——硼酸钠溶液的配制

- 15.3.5.1 称取 10 g±0.1 g 硼酸钠至称量纸上。
- 15.3.5.2 称取 90 g±1.0 g 温水至烧杯中。
- 15.3.5.3 加入硼酸钠至水中并用刮刀搅拌,以使硼酸钠溶解。

15.3.6 程序——生物聚合物溶液的黏度测定

15.3.6.1 将 15.3.4 中配制的生物聚合物溶液倒入烧杯中至 250 mL 刻度线。

15.3.6.2 将烧杯放在黏度计样品杯架上并将其升高至液面达到转筒上的刻度线。应在 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的测试温度下读值。

15.3.6.3 将黏度计转速定在 300 r/min,之后启动黏度计,待 15 s~20 s 读值稳定后读取读值,准确至 0.5。将该读值记作 R_{300-P} 。

15.3.6.4 改变黏度计转速至 6 r/min,待 20 s~30 s 读值稳定后读取读值,准确至 0.5。将该读值记作 R_{6-P} 。

15.3.6.5 改变黏度计转速至 3 r/min,待 20 s~30 s 读值稳定后读取读值,准确至 0.5。将该读值记作 R_{3-P} 。

15.3.7 程序——用硼酸钠溶液处理后的生物聚合物溶液的黏度测定

15.3.7.1 15.3.6 测定结束后,将生物聚合物溶液倒入原来的搅拌杯中。

15.3.7.2 用量筒量取 15.3.5 中配制的硼酸钠溶液 $30\text{ mL} \pm 2.0\text{ mL}$,倒入盛有生物聚合物溶液的搅拌杯中。

15.3.7.3 用刮刀搅拌 20 s~30 s,之后使其静置 5 min。

15.3.7.4 将混合物倒入烧杯中至 250 mL 刻度线。

15.3.7.5 将烧杯放在黏度计样品杯架上并将其升高至液面达到转筒上的刻度线。

15.3.7.6 将黏度计转速定在 300 r/min,之后启动黏度计,待 20 s~30 s 读值稳定后读取读值,准确至 0.5。将该读值记作 R_{300-M} 。

15.3.7.7 改变黏度计转速至 6 r/min,待 20 s~30 s 读值稳定后读取读值,准确至 0.5。将该读值记作 R_{6-M} 。

15.3.7.8 改变黏度计转速至 3 r/min,待 20 s~30 s 读值稳定后读取读值,准确至 0.5。将该读值记作 R_{3-M} 。

15.3.8 判定

15.3.8.1 比较生物聚合物溶液的读值(R_{300-P} 、 R_{6-P} 和 R_{3-P})和硼酸钠与生物聚合物混合溶液的读值(R_{300-M} 、 R_{6-M} 和 R_{3-M})。

15.3.8.2 混合物读值较生物聚合物溶液读值的任何增加,均表明生物聚合物中存在胍胶。

15.4 水分

15.4.1 仪器

- a) 烘箱:可控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- b) 天平:精度为 0.01 g;
- c) 金属称量盘,或等效物;
- d) 刮刀;
- e) 干燥器:装有硫酸钙(化学纯)干燥剂,或等效物。

15.4.2 测试步骤

15.4.2.1 用已称重的金属称量盘称取 $4\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 生物聚合物,将样品质量记作 m 。

15.4.2.2 在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘干样品 2 h。

15.4.2.3 在干燥器中冷却样品至室温。

15.4.2.4 称量烘干后的生物聚合物,准确至 0.01 g,记录干样质量 m_2 。

15.4.3 计算

按式(40)计算水分的含量 w_6 :

$$w_6 = 100 \times \frac{m - m_2}{m} \dots\dots\dots (40)$$

式中:

- w_6 ——水分(质量分数),%;
 m ——样品质量,单位为克(g);
 m_2 ——干样质量,单位为克(g)。

15.5 细度

15.5.1 仪器

- Cenco-Meinzner®振筛器,或等效物;
- 标准筛:425 μm (35目)一个,75 μm (200目)一个;
- 筛顶盖子和筛底接收器:与标准筛匹配;
- 天平:精度为0.01 g;
- 称量盘或称量纸;
- 计时器:两只,机械式或电子式。

15.5.2 测试步骤

- 目检每个筛子,保证每个筛子没有破损或堵塞。
- 称量425 μm 筛和筛底接收器质量。记录425 μm 筛质量 m_5 、筛底接收器质量 m_6 。
- 彻底混匀干燥的样品,使用称量盘或称量纸称取50.0 g \pm 0.1 g样品。
- 按75 μm 筛在下、425 μm 筛在上的顺序,将筛子安装在筛底接收器上。
- 将样品倒入425 μm 筛上,盖上筛顶盖子,将其安装在振筛器上。
- 使用振筛器上的固定装置将装配好的筛子固定好。
- 将计时器定在5 min,之后同时启动计时器和开启振筛器。
- 计时器计时结束后,停止振动,卸开固定装置,移去筛顶盖子。
- 将筛顶盖子放在天平上,并使天平归零。在随后称量时,筛顶盖子起支撑筛子的作用。
- 从装配好的筛子上小心取下425 μm 筛,放在已扣除质量的筛顶盖子上。记录筛子和筛余质量 m_7 。取下425 μm 筛。
- 从筛底接收器上小心取下75 μm 筛并置于一边。
- 从天平上取下筛顶盖子并使天平重新归零。称量筛底接收器及其中所获样品质量,并记为 m_8 。

15.5.3 计算

- 按式(41)计算通过425 μm 筛的颗粒质量分数 w_{425} :

$$w_{425} = 100 \times \left(1 - \frac{m_7 - m_5}{50} \right) \dots\dots\dots (41)$$

式中:

- w_{425} ——通过425 μm 筛的颗粒质量分数,%;
 m_7 ——425 μm 筛及筛余质量,单位为克(g);
 m_5 ——425 μm 筛质量,单位为克(g)。

- 按式(42)计算通过75 μm 筛的颗粒质量分数 w_{75} :

$$w_{75} = 100 \times \frac{m_8 - m_6}{50} \dots\dots\dots (42)$$

式中:

- w_{75} ——通过75 μm 筛的颗粒质量分数,%;
 m_8 ——筛底接收器及接收到的样品质量,单位为克(g);
 m_6 ——筛底接收器质量,单位为克(g)。

15.6 溶液黏度

15.6.1 试剂和材料

- a) 海盐, ASTM D 1141-1998(2003), 或等效物;
- b) 去离子水或蒸馏水;
- c) 氢氧化钠(NaOH)(化学纯): 溶液, 0.1 mol/L;
- d) 盐酸(HCl)(化学纯): 溶液, 0.1 mol/L;
- e) 消泡剂: 正辛醇(化学纯), 或等效物。

15.6.2 仪器

- a) 温度计: 精度为 0.5 °C;
- b) 天平: 精度为 0.001 g;
- c) 搅拌器: 如装有 9B29X 叶轮的 9B 型多轴搅拌器(负载转速 11 000 r/min±300 r/min), 或等效物, 转轴应装有单正弦波形的叶片, 叶片直径约 25 mm, 冲压面向上安装;
- d) 搅拌杯: 近似尺寸为深 180 mm, 上口直径 97 mm, 下底直径 70 mm(例如 M110-D 型 Hamilton Beach 搅拌杯或等效物);
- e) 刮刀;
- f) 直读式黏度计: 符合 GB/T 16783.1—2006。例如, R1/B1 配置并装有 f 0.2 扭力弹簧的 Fann 35 型或等效物。校准见 15.8;
- g) 烧杯: 一只容量 400 mL, 硼硅酸盐玻璃, 细高型; 另一只容量 2 000 mL;
- h) 高架搅拌器: 转速低于 1 000 r/min;
- i) 水浴: 恒温在 25 °C±1 °C;
- j) 计时器: 机械式或电子式;
- k) pH 计与 pH 电极。

15.6.3 程序——人造海水配制

15.6.3.1 配制 1 000 mL 人造海水。称取 41.95 g 海盐至 2 000 mL 烧杯中。

15.6.3.2 加入 983 g 去离子水或蒸馏水。

15.6.3.3 用高架搅拌器低速搅拌 15 min。

15.6.3.4 测定 pH, 并用 0.1 mol/L NaOH 或 HCl 溶液调整 pH 至 8.2~8.5。

15.6.4 程序——生物聚合物溶液配制

15.6.4.1 边在搅拌器上搅拌边将 1.0 g±0.001 g 生物聚合物匀速加入 358 g 人造海水中, 加样时间应持续约 30 s。加入生物聚合物时应避开搅拌轴, 以减少扬尘。

注: 该加量相当于 2.85 g/L±0.01 g/L。

15.6.4.2 搅拌 5 min±0.1 min 后, 从搅拌器上取下搅拌杯, 用刮刀刮下粘在杯壁上的所有生物聚合物。将粘在刮刀上的所有生物聚合物混到悬浮液中。

15.6.4.3 将搅拌杯重新放到搅拌器上继续搅拌。必要时, 每隔 10 min 从搅拌器上取下搅拌杯, 刮下粘在杯壁上的所有生物聚合物。从加入生物聚合物开始的总搅拌时间应为 30 min±1 min。

15.6.4.4 取下搅拌杯, 加入 2 滴至 3 滴消泡剂。用刮刀搅拌 10 s~15 s, 以清除溶液内空气或泡沫。

15.6.4.5 将搅拌杯放入冷却水中, 在 30 min 内将溶液温度冷却至 25 °C±1 °C。

注: 为达到更均匀的温度, 在用刮刀搅拌时, 将温度计插入到溶液中, 但应确保温度计不与搅拌杯接触。

15.6.5 程序——黏度测定

15.6.5.1 将溶液倒入为直读式黏度计配备的样品杯中, 或倒入 400 mL 细高型烧杯中至约 250 mL 刻度线。溶液液面应与直读式黏度计转筒上的刻度线对齐。

15.6.5.2 将黏度计转速设定在 600 r/min, 启动黏度计, 待其读值稳定后, 读取 600 r/min 读值。应在 25 °C±1 °C 的溶液温度下测定。记录 600 r/min 读值。

15.6.5.3 继续进行测定,待各转速下的读值稳定后,读取 300 r/min、200 r/min、100 r/min、6 r/min 和 3 r/min 读值。应在 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的溶液温度下测定。记录 300 r/min、200 r/min、100 r/min、6 r/min 和 3 r/min 读值。

15.7 低剪切速率黏度

15.7.1 原理

15.7.1.1 本测定应在直读式黏度计测定后的 5 min 内进行。见 15.6.5。

15.7.1.2 生物聚合物的悬浮能力,是通过用布氏(Brookfield®)LV 系列黏度计或等效物,在低于 1.0 s^{-1} 的低剪切速率下测定其黏度来确定的。

15.7.2 仪器

- 数字式黏度计:装有 1# 转子和护脚的布氏 LV 系列黏度计,或等效物;
- 烧杯:容量 400 mL,硼硅酸盐耐热玻璃,细高型,或等效物;
- 实验室升降台:可调节,台面尺寸为 $15\text{ cm}\times 15\text{ cm}$;
- 温度计:精度为 $0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

15.7.3 测试步骤

15.7.3.1 将 15.6.5 中测定后的生物聚合物溶液倒入烧杯中。确保溶液温度为 $25\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

15.7.3.2 将烧杯放在实验室升降台上,升高台面,以便使转子没入溶液至液面与转子轴上的刻度线对齐。

15.7.3.3 将黏度计转速设定在 1.5 r/min 并等 30 s 后测定,将读值记为 $R_{1.5}$ 。

15.8 直读式黏度计校准

15.8.1 仪器

- 直读式黏度计:符合 GB/T 16783.1—2006。例如,R1/B1 配置并装有 f 0.2 扭力弹簧的 Fann 35 型或等效物;
- 校准液:20 mPa·s,附有黏度随温度变化曲线;
- 温度计:数字式,精密级,精度为 $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 烧杯:容量 400 mL,硼硅酸盐耐热玻璃,或等效物。

15.8.2 校准程序

15.8.2.1 清洗并干燥黏度计悬锤和转筒。

15.8.2.2 将 250 mL 校准液倒入 400 mL 烧杯中。

15.8.2.3 将烧杯放在黏度计样品杯架上,并将其升高至液面达到转筒上的刻度线。

15.8.2.4 将温度计放入校准液中。

15.8.2.5 将黏度计设定在 6 r/min 并启动黏度计。使黏度计运转约 3 min,以便使溶液温度稳定在室温 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围之内。记录黏度计读值(准确至 0.5)和温度。

15.8.2.6 将黏度计设定在 3 r/min 并使之运转 2 min 以便读值稳定。记录黏度计读值,准确至 0.5。

注:读值的过分波动(大于 1.0)可能表明需要更换黏度计轴承。

15.8.2.7 使用附带的校准液的黏温曲线,将所测得 6 r/min 和 3 r/min 读值与该温度下校准液的黏度进行比较。

15.8.3 计算

黏度计读值准确度按式(43)和式(44)计算,并应等于 $\pm 15\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 。

$$(6\text{ r/min 读值}\times 10) - \text{校准液黏度(mPa}\cdot\text{s)} = \pm 15\text{ mPa}\cdot\text{s} \quad \dots\dots\dots(43)$$

$$(3\text{ r/min 读值}\times 20) - \text{校准液黏度(mPa}\cdot\text{s)} = \pm 15\text{ mPa}\cdot\text{s} \quad \dots\dots\dots(44)$$

如果黏度计读值不在此范围之内,按制造商给出的程序调节扭力弹簧或将黏度计退回生产厂校准。

附录 A
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 13500:2008 章条编号对照

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ISO 13500:2008 章条编号对照一览表。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 13500:2008 章条编号对照

本标准章条编号	对应的 ISO 13500 章条编号
3	7
4	8
5	9
6	10
7	11
8	12
9	13
10	14
11	15
12	16
13	17
13.5.1	—
13.5.2	—
13.5.3	17.5.1
13.5.4	17.5.2
14	18
14.5.1	—
14.5.2	—
14.5.3	18.5.1
14.5.4	18.5.2
15	19
附录 A	—
附录 B	—
附录 C	附录 A
附录 D	附录 B
—	附录 C

附录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 13500:2008 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 13500:2008 的技术性差异及其原因的一览表。

表 B.1 本标准与 ISO 13500:2008 技术性差异及其原因

本标准章条编号	技术性差异	原因
	删除了 ISO 13500 中的“3 术语、定义、符号和缩略语”	在各章条中均有描述
	删除了 ISO 13500 中的“4 要求”、“5 校正”、“6 包装材料”	我国的有关法规、标准均有明确的规定
1	删除了 ISO 13500 中的“本国际标准供上述产品的生产商使用。”	以适合我国国情
2	删除了 ISO 13500 中的“下列引用文件对本国际标准的使用来说是必不可少的。凡是注日期的引用文件,只有引用的版本适用。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有修改单)适用。” 增加了“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。”	以符合 GB/T 1.1
2	删除了 ISO 13500 中涉及到的部分国际标准目录,增加了相应的我国国家标准目录	以适合我国国情
3.1.2 等	删除了 ISO 13500 中的“如果一个代表不超过一天产量的综合样品符合表 1 中化学和物理要求,能代表所生产的产品,并由生产商所控制,那么这批钻井级重晶石粉就应被认定为符合本国际标准的要求。” 增加了“按本标准提供的重晶石粉应符合表 1 中规定的技术要求。” 其他材料中该部分的删除和增加内容基本相同	以适合我国国情
3.1.2 等	表 1 中指标栏数值后的单位符号移至项目栏后。 本标准中其他表做相同处理	以适应我国标准版式
3.1.2 4.1.2	表 1 中按照密度不同将重晶石粉分为两级。 表 2 中按照密度不同将赤铁矿粉分为两级	以适应我国国情
3.2 等	“CAS No 3147-14-6”等类似表述改为“化学纯”	以适合我国国情
3.6.5	增加“例如原子吸收光谱”	与 4.6.5 一致并更准确
3.8g) 等	删除“注:可以采纳供应商关于筛子符合 ASTM E 161 的证据。”	以适合我国国情
3.11-3.13 4.11-4.13	用“黏度效应”代替“沉降法测定等效球径小于 6 μm 颗粒”	沉降法重复性、费力耗时,控制细颗粒含量主要是防止提黏
5.1.2 等	表 3 中“动塑比”“≤3”改为“≤1.5”;表 4 中“动塑比”“≤1.5”改为“≤0.75”;表 5 中“动塑比”“≤6”改为“≤3”	英制单位改为国际单位制单位

表 B.1 (续)

本标准章条编号	技术性差异	原因
5.2 等	直读式黏度计、滤失仪：“符合 ISO 10414-1”改为“符合 GB/T 16783.1—2006”	以适合我国国情
5.4、6.4 7.4	公式(13)、(18)、(22) “ $\eta Y = R_{300} - \eta P$ ”改为“ $YP = \frac{R_{300} - PV}{2}$ ”。 “单位为 lb/100 ft ² ”改为“单位为 Pa”	英制单位改为国际单位制单位
13.1.6	表 11 中“项目”栏下第一行删除了“或 CMC”	无法将 CMC 与 PAC 区别开来
附录 D	“资料性附录”改为“规范性附录”	以便对试验精度作出规定

附 录 C

(资料性附录)

重晶石粉中的矿物杂质

重晶石粉中一些附属矿物的存在,对某些钻井液可产生不良影响。这些附属矿物包括石膏、菱铁矿、白云岩和磁黄铁矿等天然矿物。

石膏在水中微溶并释放出钙离子。钙离子是本标准中涉及到的碱土金属离子之一。其他矿物,如菱铁矿、白云岩和磁黄铁矿,在本标准中未涉及到,但对某些钻井液同样可产生不良影响。尽管这些矿物在水中的溶解度不高,但在氢氧根离子存在下,可释放出它们的阴离子。在氢氧根离子存在下,菱铁矿和白云岩释放出碳酸根离子;在高温与高 pH 共同作用下,磁黄铁矿释放出硫离子。

因为这些矿物的溶解是有一定条件的,所以并非所有钻井液都会受到它们的不利影响。因此限定它们在重晶石粉中含量的国际标准尚未制定。当怀疑一种或若干种矿物影响泥浆性能时,可按照 API RP 13K 中的测试步骤测定其在重晶石粉中的含量。

附 录 D
(规范性附录)
试 验 精 度

D.1 概述

D.1.1 范围

在本附录中介绍了下述材料本标准的试验精度：

- a) 重晶石粉；
- b) 赤铁矿粉；
- c) 钻井级膨润土；
- d) 未处理膨润土；
- e) OCMA 级膨润土；
- f) 凹凸棒石；
- g) 海泡石；
- h) 技术级低黏羧甲基纤维素；
- i) 技术级高黏羧甲基纤维素；
- j) 淀粉。

本附录中的精度不代表任意实验室都可获得的期望值。相反，它们反映了训练有素的人员使用校正过的、状况良好的设备进行试验时获得的精度。

任何希望检测产品是否符合本标准的实验室，应能够证明自身的检测能力至少可以达到本附录中给出的试验精度。实验室用来确定其试验精度的校准用重晶石粉和校准用膨润土，可通过 API 办公室得到。

D.1.2 生产商和用户须知

表 D.1 至表 D.10 中的精度数值表明，标准试验方法中也常常有可变因素。这种可变性可能导致生产商和用户对同一样品的测试结果不一致，因而发生冲突。

精度数据给出了在 95% 置信水平下，在同一实验室内部和不同实验室之间，对同一样品两个测试结果之间的最大期望偏差。

D.2 基础

表 D.1、表 D.3、表 D.4、表 D.5、表 D.8、表 D.9 和表 D.10 中的精度范围是由 1988 年至 1991 年进行的实验室间研究工作确定的。在 API 研究报告 88~30、89~30 和 90~30 中给出了有关的数据分析。这些研究工作是由一家独立的咨询实验室，通过与 API 签订合同的方式设计和实施的。该项目由 API C 3/SC 13 的技术咨询委员会监督。表 D.2、D.6 和 D.7 中的精度范围是由 1992 年进行的实验室间研究工作确定的。

试验设计和数据分析按照 ASTM E 691 进行。项目实施过程中曾努力保证每一个参与的实验室选派训练有素的人员，使用校正良好的仪器，遵循每一个详细的试验步骤。

D.3 定义

对 D.4 中的样本差别统计评价来说，应使用 ASTM E 177 中给出的程序。

“重复性”这一术语的含义见 ASTM E 177，即“在 95% 置信水平下，同一实验室对同一材料的样品测得的两个试验结果之间的最大期望偏差。”

“再现性”这一术语的含义见 ASTM E 177,即“在 95%置信水平下,两家实验室对同一材料的样品测得的试验结果之间的最大期望偏差。”

在 95%置信水平下的各个标准偏差可由相应的重复性或再现性除以 2.8 得到。

D.4 试验精度表

表 D.1 重晶石粉试验精度

试 验	重复性(同一实验室内)	再现性(不同实验室间)
密度/(g/cm ³)	0.022	0.030
水溶性碱土金属(以钙计)/(mg/kg)	9.2	23.0

表 D.1 中的值是由 1988 年至 1989 年进行的研究确定的。12 家实验室中的每一家,在不同的 3 天中的每一天,均对三个样品中的每一个测试一次。每个结果都是一次单独测定的结果。

表 D.2 赤铁矿粉试验精度

试 验	重复性(同一实验室内)	再现性(不同实验室间)
密度/(g/cm ³)	0.026	0.050
水溶性碱土金属(以钙计)/(mg/kg)	9.2	23.0

表 D.2 中的值是由 1992 年进行的研究确定的。7 家实验室中的每一家,在不同的 3 天中的每一天,均对两个样品中的每一个测试一次。每个结果都是一次单独测定的结果。

表 D.3 钻井级膨润土试验精度

悬浮液试验	重复性(同一实验室内)	再现性(不同实验室间)
黏度计 600 r/min 读值	2.9	6.3
动塑比/[Pa/(mPa·s)]	0.08	0.13
滤失量/mL	0.8	1.3

表 D.3 中的值是由 1989 年进行的研究确定的。8 家实验室中的每一家,在不同的 3 天中的每一天,均对两个样品中的每一个测试一次。每个结果都是一次单独测定的结果。

表 D.4 未处理膨润土试验精度

悬浮液试验	重复性(同一实验室内)	再现性(不同实验室间)
分散后的塑性黏度/(mPa·s)	2.1	3.1
分散后的滤失量/mL	0.9	1.5

表 D.4 中的值是由 1989 年进行的研究确定的。8 家实验室中的每一家,在不同的 3 天中的每一天,均对两个样品中的每一个测试一次。每个结果都是一次单独测定的结果。

表 D.5 OCMA 级膨润土试验精度

悬浮液试验	重复性(同一实验室内)	再现性(不同实验室间)
黏度计 600 r/min 读值	4.9	9.3
动塑比/[Pa/(mPa·s)]	0.58	0.58
滤失量/mL	0.8	1.6

表 D.5 中的值是由 1991 年进行的研究确定的。7 家实验室中的每一家,在不同的 3 天中的每一天,均对两个样品中的每一个测试一次。每个结果都是一次单独测定的结果。

表 D.6 凹凸棒石试验精度

试 验	重复性(同一实验室内)	再现性(不同实验室间)
悬浮液黏度计 600 r/min 读值	3.2	6.8
水分/%	1.5	2.1

表 D.6 中的值是由 1992 年进行的研究确定的。5 家实验室中的每一家,在不同的 3 天中的每一天,均对两个样品中的每一个测试一次。但其中的水分除外,仅 4 家实验室参加了水分测试。每个结果都是一次单独测定的结果。

表 D.7 海泡石试验精度

试 验	重复性(同一实验室内)	再现性(不同实验室间)
悬浮液黏度计 600 r/min 读值	4.5	5.6
水分/%	1.6	1.6

表 D.7 中的值是由 1992 年进行的研究确定的。4 家实验室中的每一家,在不同的 3 天中的每一天,均对两个样品中的每一个测试一次。每个结果都是一次单独测定的结果。

表 D.8 技术级低黏 CMC 试验精度

悬浮液试验	重复性(同一实验室内)	再现性(不同实验室间)
黏度计 600 r/min 读值	2.6	5.1
滤失量/mL	0.9	1.6

表 D.8 中的值是由 1991 年进行的研究确定的。对于黏度计 600 r/min 读值实验,8 家实验室中的每一家,在不同的 3 天中的每一天,均对两个样品中的每一个测试一次。每个黏度结果都是一次单独测定的结果。对于滤失量实验,6 家实验室中的每一家,在不同的 3 天中的每一天,均对两个样品中的每一个测试一次。每个滤失量结果都是两次测定的平均值。

表 D.9 技术级高黏 CMC 试验精度

悬浮液试验		重复性(同一实验室内)	再现性(不同实验室间)
黏度计 600 r/min 读值	蒸馏水	2.4	4.8
	40 g/L 盐水	2.1	5.8
	饱和盐水	3.0	5.6
滤失量/mL		0.6	1.9

表 D.9 中的值是由 1991 年进行的研究确定的。对于黏度计 600 r/min 读值实验,9 家实验室中的每一家,在不同的 3 天中的每一天,均对两个样品中的每一个测试一次。每个黏度结果都是一次单独测定的结果。对于滤失量实验,7 家实验室中的每一家,在不同的 3 天中的每一天,均对两个样品中的每一个测试一次。每个滤失量结果都是两次测定的平均值。

表 D.10 淀粉试验精度

悬浮液试验		重复性(同一实验室内)	再现性(不同实验室间)
黏度计 600 r/min 读值	40 g/L 盐水	2.0	7.1
	饱和盐水	1.5	4.9
滤失量/mL	40 g/L 盐水	0.7	2.3
	饱和盐水	0.6	1.5

表 D.10 中的值是由 1991 年进行的研究确定的。对于在 40 g/L 盐水中的黏度计 600 r/min 读值

实验,8家实验室中的每一家,在不同的3天中的每一天,均对两个样品中的每一个测试一次。对于饱和盐水实验,7家实验室中的每一家,在不同的3天中的每一天,均对两个样品中的每一个测试一次。对于在40 g/L 盐水中的滤失量实验,7家实验室中的每一家,在不同的3天中的每一天,均对两个样品中的每一个测试一次。对于饱和盐水实验,每个结果都是两次测定的平均值。

参 考 文 献

- [1] ISO 31 (all parts). Quantities and units
 - [2] ISO 3310-1. Test sieves—Technical requirements and testing—Part 1: Test sieves of metal wire cloth
 - [3] ISO 10241. International terminology standards—Preparation and layout
 - [4] API RP 13K. Recommended Practice for Chemical Analysis of Barite
 - [5] API Spec 13A. Specification for drilling-fluid Materials, 16th Edition, February 1, 2004
 - [6] API 88-30, 1989. Specification Parameters Determination Drilling Fluid Materials
 - [7] API 89-30, 1990. Specification Parameters Determination Drilling Fluid Materials
 - [8] API 90-30, 1992. Specification Parameters Determination Drilling Fluid Materials
 - [9] Korosi, A. and Fabuss, B. Viscosity of Liquid Water from 25 °C to 150 °C [J]. Analytical Chemistry, 1968, 40(1): 162
 - [10] ASTM E100-81. Standard Specification for ASTM Hydrometers
 - [11] 徐建民、张克勤、刘雨晴,等. 重晶石中 小于 6 μm 颗粒含量的确定——兼对 API 方法的探析 [J]. 钻井液与完井液, 1993, 10(2): 66-69
 - [12] 徐建民、梅宏. 粒度分析用玻璃浮计躯体的形状对测量结果的影响 [J]. 计量技术, 1996(9): 24-25
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钻 井 液 材 料 规 范
GB/T 5005—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 3.75 字数 108 千字
2010年11月第一版 2010年11月第一次印刷

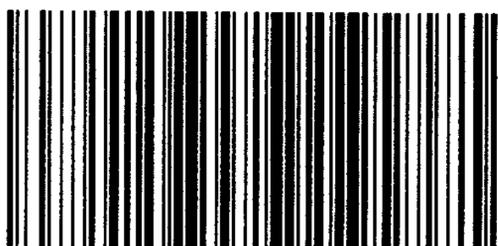
*

书号: 155066·1-40518

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5005-2010