

钻井液试验用土

1 范围

本标准规定了钻井液试验配浆用膨润土、钻井液膨胀试验用膨润土、钻井液用评价土的技术要求、试验方法及标志、包装、贮存和运输、安全环保要求等。

本标准适用于钻井液试验配浆用膨润土、钻井液膨胀试验用膨润土、钻井液试验用评价土。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 5005 钻井液材料规范

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 16783.1 石油天然气工业 钻井液现场测试 第1部分：水基钻井液

3 仪器及材料

3.1 仪器和设备

试验用仪器和设备如下：

- a) 电子天平：分度值 0.0001g, 0.01g；
- b) 电热干燥箱：控温范围室温~105℃，控温灵敏度±2℃；
- c) 高速搅拌器：符合 GB/T 5005 的要求（负载转速 11000r/min±300r/min）；
- d) 旋转黏度计：Fann 35 型或等效产品；
- e) 钻井液滤失仪：ZNS 型或等效产品，符合 GB/T 16783.1 的要求；
- f) 湿筛仪：符合 GB/T 5005 的要求；
- g) 标准筛：0.125mm 孔径（80 目）；
- h) 滚子加热炉：控温范围室温~200℃，控温灵敏度±3℃；
- i) 秒表：分度值 0.1s；
- j) 酸度计：精度 0.1pH 单位；
- k) 页岩膨胀测试仪：NP-01 型或等效产品；
- l) 称量瓶：φ60mm×30mm。

3.2 试剂和材料

试验用试剂和材料如下：

- a) 六偏磷酸钠：化学纯；
- b) 碳酸钠：化学纯；
- c) 碳酸氢钠：化学纯；

- d) 氯化钠：化学纯；
- e) 蒸馏水：符合 GB/T 6682 三级水要求；
- f) 滤纸：Whatman 50# 或等效产品。

4 钻井液试验配浆用膨润土

4.1 概述

钻井液试验配浆用膨润土是经过晾晒干燥和粉碎，但未经任何化学处理的天然钙土；配浆时按土量 3.5% 的比例加入碳酸钠。

4.2 技术要求

钻井液试验配浆用膨润土应符合表 1 中所规定的技术要求。

表 1 钻井液试验配浆用膨润土技术要求

项目		指标	
水分, %		≤10.0	
0.075mm 湿筛筛余量, %		≤2.0	
0.125mm 干筛筛余量, %		≤1.0	
悬浮液性能		常温	180℃热滚 16h
	表观黏度, mPa·s	18.0~22.0	22.0~28.0
	塑性黏度, mPa·s	4.0~8.0	17.0~23.0
	动塑比, Pa/(mPa·s)	≤3.0	—
	滤失量, mL	14.0~16.0	20.0~24.0

4.3 水分测定

4.3.1 用已知质量的称量瓶称取试样 2g (称准至 0.0001g)，置于 105℃ ± 2℃ 的电热干燥箱中，加盖干燥 4h，取出试样置于干燥器中，加盖冷却 30min 称量，称准至 0.01g。

4.3.2 用公式 (1) 计算水分。平行试验测量结果差值应符合表 4 的要求，结果取其算术平均值。

$$W = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- W——水分，用百分数表示；
- m₁——烘干前称量瓶质量，单位为克 (g)；
- m₂——烘干前试样质量加称量瓶质量，单位为克 (g)；
- m₃——烘干后试样质量加称量瓶质量，单位为克 (g)。

4.4 0.075mm 湿筛筛余量测定

4.4.1 称取 10g 试样 (称准至 0.01g)，加入含有 0.20g 六偏磷酸钠的 350mL 蒸馏水中，高速搅拌 30min。将物料全部转移至筛子内，用喷出压力为 69kPa ± 7kPa 的水流冲洗筛上的残留物 2min ± 15s。冲洗时，让喷嘴的弯头靠在筛框边上，反复移动水流。

4.4.2 将筛面上的残留物转至洁净干燥的蒸发皿中，置于电热干燥箱中在 105℃ ± 2℃ 下烘干 4h，取出试样置于干燥器中，冷却 30min 称量，称准至 0.01g。

4.4.3 用公式 (2) 计算 0.075mm 湿筛筛余量。平行试验测量结果差值应符合表 4 的要求，结果取其算术平均值。

$$S = \frac{m_5}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- S——湿筛筛余量，用百分数表示；
- m₄——试样的质量，单位为克 (g)；
- m₅——筛余物的质量，单位为克 (g)。

4.5 0.125mm 干筛筛余量测定

4.5.1 用减量法称取 20g 试样 (称准至 0.01g)，放入标准筛中，拍击振摇约 5min，称取筛余物的质量，称准至 0.01g。

4.5.2 用公式 (3) 计算 0.125mm 干筛筛余量。平行试验测量结果差值应符合表 4 的要求，结果取其算术平均值。

$$F = \frac{m_7}{m_6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- F——筛余量，用百分数表示；
- m₆——试样的质量，单位为克 (g)；
- m₇——筛余物的质量，单位为克 (g)。

4.6 悬浮液性能测定

4.6.1 按以下方法配制四份基浆：量取 400mL 蒸馏水转移至高搅杯中，加入 0.84g 碳酸钠 (称准至 0.01g)，在高速搅拌器上边搅拌边加入 24g 试样 (称准至 0.01g)，在搅拌过程中停下两次，刮下黏附于杯壁上的黏土，累计高速搅拌时间 20min。将其中两份在 25℃ ± 1℃ 下密闭养护 24h，用于常温悬浮液性能测定，另两份直接装入老化罐，在 180℃ 热滚 16h，冷却至室温，用于热滚后悬浮液性能测定。

4.6.2 取在 25℃ ± 1℃ 下养护后的悬浮液及热滚后冷却至室温的悬浮液各两份，高速搅拌 5min，立即用旋转黏度计测定 Φ₆₀₀ 和 Φ₃₀₀ 旋转 100s 时的读值，并按 GB/T 16783.1 的要求测试 25℃ ± 1℃ 下 690kPa 滤失量。收集并记录 7.5min~30min 的滤液体积 FL'。计算表观黏度 AV、塑性黏度 PV、动塑比 b 和滤失量 FL。平行试验测量结果差值应符合表 4 的要求，结果取其算术平均值。

4.6.3 分别用公式 (4) 至公式 (7) 计算 AV, PV, b 和 FL。

$$AV = \frac{1}{2} \Phi_{600} \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$PV = \Phi_{600} - \Phi_{300} \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$b = \frac{AV - PV}{PV} \quad \dots\dots\dots (6)$$

$$FL = 2FL' \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

AV——表观黏度，单位为毫帕秒 (mPa·s)；
 PV——塑性黏度，单位为毫帕秒 (mPa·s)；
 b——动塑比，单位为帕每毫帕秒 [Pa/(mPa·s)]；
 FL——滤失量，单位为毫升 (mL)；
 Φ_{600} ——黏度计在 600r/min 时的读值；
 Φ_{300} ——黏度计在 300r/min 时的读值；
 FL'——7.5min~30min 之间的滤失量，单位为毫升 (mL)。

5 钻井液膨胀试验用膨润土

5.1 技术要求

钻井液膨胀试验用膨润土应符合表 2 中所规定的技术要求。

表 2 钻井液膨胀试验用膨润土技术要求

项目	指标	
水分, %	≤10.0	
0.075mm 湿筛筛余量, %	≤1.0	
人工岩心在蒸馏水中的膨胀量, mm	≥9.5	
悬浮液性能	表观黏度, mPa·s	5.5~6.5
	动塑比, Pa/(mPa·s)	≤1.0
	滤失量, mL	17.0~21.0

5.2 水分测定

水分测定同 4.3。

5.3 0.075mm 湿筛筛余量测定

湿筛筛余量测定同 4.4。

5.4 悬浮液性能测定

5.4.1 在两个高速搅拌杯中分别加入 400mL 蒸馏水、1.7g 碳酸钠 (称准至 0.01g)、26g 试样 (称准至 0.01g)，在搅拌过程中应停下两次，刮下黏附于杯壁上的黏土，高速搅拌 20min。在 25℃±1℃ 下密闭养护 24h 备用。

5.4.2 取养护后的悬浮液，高速搅拌 5min，立即用旋转黏度计测定 Φ_{600} 和 Φ_{300} 的读值，并按 GB/T 16783.1 的要求测试 25℃±1℃ 下 690kPa 滤失量。收集并记录 7.5min~30min 的滤液体积 FL'。计算 b 和 FL。平行试验测量结果差值应符合表 4 的要求，结果取其算术平均值。

5.4.3 计算按公式 (4) 至公式 (7) 进行。

5.5 人工岩心在蒸馏水中的膨胀量测定

称取 105℃±2℃ 下烘干 3h 的试样 10g (称准至 0.01g)，装入测筒内，并将塞杆插入测筒，加压至 4MPa，并保持 5min，制得试验岩心。将带有岩心的测筒安装在页岩膨胀测试仪上，开启仪器将蒸馏水注入测筒，同时计时，观测膨胀量随时间的变化，记下 8h 岩心线膨胀量，单位为毫米 (mm)。

6 钻井液试验用评价土

6.1 技术要求

钻井液试验用评价土应符合表 3 中所规定的技术要求。

表 3 钻井液试验用评价土技术要求

项目	指标			
外观	自由流动的粉末，不结块			
水分, %	≤10.0			
0.075mm 筛余量, %	≤15.0			
钻井液性能	蒸馏水	4% 盐水	饱和盐水	
	表观黏度, mPa·s	≤6.0	≤6.0	≤10.0
	滤失量, mL	50.0~70.0	80.0~100.0	90.0~110.0
	pH 值	7.0~9.0	7.0~9.0	6.5~8.5

6.2 外观测定

取少许样品于表面皿中，在自然光下目测。

6.3 水分测定

水分测定同 4.3。

6.4 0.075mm 筛余量测定

筛余量测定同 4.4。

6.5 表观黏度测定

6.5.1 蒸馏水试验

6.5.1.1 分别在两个盛有 350mL 蒸馏水的样品杯中，加入碳酸氢钠 1g (称准至 0.01g) 和评价土 35g (称准至 0.01g)，高速搅拌 20min，其间至少应中断两次以刮下黏附在杯壁上的黏土。

6.5.1.2 按 GB/T 16783.1 的要求测试两个悬浮液样品在 25℃±1℃ 时的 Φ_{600} 读值并收集和记录 7.5min~30min 的滤液体积 FL'，按公式 (4) 和公式 (7) 计算表观黏度和滤失量，平行试验测量结果差值应符合表 4 的要求，结果取其算术平均值。

6.5.2 4% 盐水试验

用 4% (m/V) 氯化钠溶液取代蒸馏水后按照 6.5.1 中规定的方法测定 4% 盐水的表观黏度和滤失量。

6.5.3 饱和盐水试验

用饱和盐水取代蒸馏水后按照 6.5.1 中规定的方法测定饱和盐水的表观黏度和滤失量。

6.6 pH 值测定

分别测量 6.5.1, 6.5.2 和 6.5.3 中制备悬浮液的 pH 值。

7 精度要求

各项平行测定结果应在表 4 中规定的允许差值范围内时, 取其算术平均值。

表 4 试验精度

项目	重复性 (同一实验室内)	再现性 (不同实验室内)
水分, %	0.3	1.0
筛余量, %	1.0	2.0
Φ_{600} 读值	2.9	6.3
滤失量, mL	0.8	1.6
人工岩心在蒸馏水中的膨胀量, mm	0.5	1.5

8 检验规则

8.1 出厂检验

产品出厂前应进行检验, 检验项目分别为表 1、表 2 和表 3 中列出的全部技术指标。

8.2 抽样方法

采样单元按 GB/T 6678—2003 中 7.6.1 和第 11 章的规定。用取样器从采样单元中, 按一定方向, 插入不同深度随机取样, 每袋 (桶) 取样约 200g。

将采集的试样充分混合, 用四分法缩分为两份, 每份约 500g, 分别装入两个洁净、干燥的密闭容器中, 贴上标签, 注明产品名称、生产厂家、批号、取样日期、取样人。一份送交检验, 一份留待复检。

8.3 判定规则

按取样方法取样, 按本标准规定的试验方法进行检验, 如果检验结果中有任何指标不符合本标准要求, 应重新从两倍量的包装袋中采集样品进行检验。重新检验结果中, 如仍有指标不符合标准要求, 则判定该批产品不合格。

9 标志、包装、贮存和运输

9.1 标志

应在外包装上注明产品名称、批号、生产日期、净质量、生产厂名、厂址、执行标准编号等。

9.2 包装

钻井液试验配浆用膨润土包装为 PVC 塑料桶, 内衬塑料袋。

钻井液膨胀试验用膨润土为袋装或桶装。

钻井液用评价土为袋装或桶装。

9.3 贮存和运输

产品应贮存于通风干燥处, 不得雨淋或受潮, 运输时应防止雨淋和包装破损。

10 安全环保要求

10.1 安全要求

严防产品入口, 使用时防止吸入粉尘。

10.2 环境要求

在搬运、贮存其间, 应禁止包装桶 (袋) 破损, 防止物料散落。一旦物料散落, 应将散落的物料进行收集, 并妥善处理。用过的包装袋也应妥善处理, 防止污染环境。