

降滤失剂水解聚丙烯腈盐 QSY1089-2009

Q/SY 中国石油天然气集团公司企业标准

Q/SY 1089-2009

代替 Q/SY 1089-2007

钻井液用降滤失剂

水解聚丙烯腈盐

Filtrate reducers for drilling fluids-Salts of hydrolyzed
polyacrylonitrile

2009-03-17 发布 2009-05-01 实施

中国石油天然气集团公司 发布

Q/SY 1089-2009

目次

前

| | |
|------------|---------|
| 言 | |
| … II 1 范 | |
| 围 | |
| 1 2 规范性引用文 | |
| 件 | 1 3 技术要 |
| 求 | 1 4 |
| 试验方 | |
| 法 | 1 5 |
| 检验规 | |
| 则 | 7 6 |

标志、包装及储

运 7

Q/SY 1089-2009

前 言

本标准代替 Q/SY 1089-2007

本标准与 Q/SY 1089-2007 相比，主要变化如下：

- 对铵含量进行了修订；
- 对灼烧残渣进行了修订；
- 对盐水滤失量降低率进行了修订。

本标准中国石油天然气集团公司油田化学剂及材料专业标准化直属工作组提出并归口。 本标准起草单位：渤海钻探公司钻井工艺研究院。

本标准主要起草人：张国兴、韩秋玲、郭卫、续丽琼、刘萍。 本标准所代替标准历次版本发布情况为

—Q/CNPC 89-2003，Q/SY 1089-2007。

Q/SY 1089-2009

钻井液用降滤失剂水解聚丙烯腈盐

1 范围

本标准规定了钻井液用降滤失剂水解聚丙烯腈盐的技术要求、试验方法、检验规则及包装、标志、运输和储存等。

本标准适用于钻井液用降滤失剂水解聚丙烯腈盐(钠盐、钙盐、钾盐、铵盐)。

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(不包括勘误内容)可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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

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

SY/T 5444 钻井液用评价土

SY/T 5490 钻井液试验用钠膨润土

3 技术要求

钻井液用降滤失剂水解聚丙烯腈盐应符合表1、表2中所规定的技术指标。

表1 理化性能指标

| 项目 | 外观 | 量% | 量% | 渣% | 度% | 量% |
|--------------------|---------|------|-------|-----|----|-------|
| 烘失筛余灼烧残纯钙含钾含铵含氯离子含 | — | — | — | — | — | — |
| 烯腈钠盐 | 75.0 | 自由 | 水解聚丙指 | 流动 | — | — |
| — ?11.0 | — | — | — | — | — | — |
| 烯腈钙盐 | 的粉?10.0 | ?5.0 | 水解聚丙标 | 末或— | — | ?12.0 |
| — ?3.0 | 烯腈钾盐 | 颗粒 | 水解聚丙? | 3.0 | — | — |
| — ?5.5 | — | — | — | — | — | — |
| — | 烯腈铵盐 | — | — | — | — | — |

表2 钻井液性能指标

指标 项目

淡水钻井液 盐水钻井液

表观粘度, mpa?s ?8.0 ?10.0 基浆

滤失量, ml 18.0—25.0 55.0—65.0

表观粘度, mpa?s ?8.0 ?10.0 加入样品后

滤失量降低率, % ?45.0 ?50.0

Q/SY 1089-2009

4 试验方法

4.1 仪器与设备

试验用以下仪器与设备:

a) 高速搅拌器:在负载情况下的转速为 11000r/min?300r/min, 搅拌轴承装有单个波形

叶片, 叶片直径为 2.5cm。

b) 直读式电动旋转粘度计:Fann35 型或同类产品。 c) 钻井液滤失量仪:符合 GB/T 16783.1 的要求。 d) 天平:分度值 0.0001g。

e) 分析天平:分度值 0.01g。

f) 秒表:分度值 0.1s。

g) 电热干燥箱:控温灵敏度?2?。

h) 磁力搅拌器:78-1 型或同类产品。

i) 马弗炉:控温灵敏度?10?。

j) 电动离心机:最高转速 400r/min。

k) 标准筛:孔径为 2.0mm(10 目)。

l) 干燥箱:直径 220cm, 以变色硅胶作干燥剂。 m) 称量瓶:50mm×30mm。

n) 滴定管:25ml(酸式), 10ml(碱式)。

o) 试验室一般常用玻璃仪器。

4.2 试剂与材料

试验用以下试剂与材料

a) 钻井液用评价土:符合 SY/T 5444 的规定。 b) 钻井液用试验用钠膨润土:符合 SY/T 5490 的规定。 c) 蒸馏水:三级。

d) 盐酸溶液:0.1mol/l, , 按 GB/T 601 制备。 e) 酚酞指示剂:1%溶液浓度, 按 GB/T 603 制备。 f) 甲醛溶液:36%浓度, 使用前在甲醛溶液中加入两滴酚酞指示剂, 用 0.1mol/l 氢氧化

钠溶液和 0.1mol/l 盐酸溶液调至刚好粉色出现。 g) 邻苯二甲酸氢钾标准溶液:0.1mol/l, 按 GB/T 601 制备。 h) 氢氧化钠标准溶液:0.1mol/l, 按 GB/T 601 制备。 i) EDTA 标准溶液:0.1mol/l, 按 GB/T 601 制备。 j) 钙指示剂。
k) 钙标准溶液:0.1mol/l, 按 GB/T 602 制备。。 l) 硝酸:分析纯。
m) 硝酸银标准溶液:0.3mol/l, 按 GB/T 601 制备。 n) 氯化钠标准溶液:0.2mol/l, 按 GB/T 601 制备。 o) 盐水:将 40g 分析纯氯化钠溶于蒸馏水, 并稀释到 1L。 p) 达量黄指示剂:称取 0.08g 达旦黄指示剂溶于 100ml 蒸馏水中。

q) 铬酸钾:50g/l。

r) 滤纸:Whatman50 号滤纸或同类产品。

4.3 试验程序

4.3.1 外观的测定

目测

Q/SY 1089-2009

4.3.2 烘失量的测定

用已知质量的称量瓶称取试样 2g(称准至 0.0001g), 置于 105??2?干燥箱中, 开盖干燥 3h, 取出试样置于干燥器中, 加盖冷却 30min, 称取质量, 并用式(1)计算烘失量。平行样间测量结果偏差应不大于 0.3%, 结果取其算术平均值。

$$m, m_{23}, \text{———} \times 100\% \dots\dots\dots (1) W_{m, m_{21}}$$

式中:W——烘失量, 用百分数表示;

m——称量瓶的质量, 单位为克(g); 1

m——称量瓶及试样的质量, 单位为克(g); 2

m——干燥后称量瓶及式样的质量, 单位为克(g)。 3

4.3.3 筛余量的测定

称取试样 20g(称准至 0.01g), 放在孔径为 2.0mm(10 目)的标准筛中, 立即用手摇动, 拍击标准筛直至试样不再漏下为止, 称量筛余物质量, 并用式(2)计算筛余量。平行样间测量结果偏差应不大于 0.5%, 结果取其算术平均值

$$M \ 4F, \text{———} \times 100\% \text{ (2)}$$

M 5

式中:F——筛余量, 用百分数表示;

m——筛余物质量, 单位为克(g); 4

m——试样质量, 单位为克(g)。 5

4.3.4 灼烧残渣的测定

用 30ml 洁净、干燥、已知质量的瓷坩埚, 在分析天平上称取试样 2g(称准至 0.1mg);放到电炉上, 在电炉上灰化直冒黑烟为止, 然后移入马弗炉中, 缓慢升温至 700?, 在此温度下灼烧 1h 后, 关闭电源销冷后取出, 置于干燥器中, 冷却 30min, 称其质量, 按式(3)计算灼烧残渣。平行样间测量结果偏差应不大于 0.2%, 结果取其算术平均值。

$$M, m \ 7D, \text{———} \times 100\% \text{ (3) } M, m \ 6$$

式中:D——灼烧残渣, 用百分数表示;

m——瓷坩埚的质量, 单位为克(g);

m——瓷坩埚及试样的质量, 单位为克(g); 6

m——灼烧后瓷坩埚加残渣质量, 单位为克(g)。 7

4.3.5 纯度的测定

用 150ml 洁净、干燥的烧杯以差减法称取 2.5g(称准至 0.1mg), 加入约 25ml 蒸馏水溶解, 将溶液转入 250ml 容量瓶中, 再加约 25ml 蒸馏水溶解, 转入同一容量瓶中, 如此反复多次。用蒸馏水洗净烧杯, 每次均转入该容量瓶中, 稀释至刻度, 充分摇匀, 静置过夜澄清。

用移液管准确吸取上层清液(切忌搅动下层沉淀)25ml 于已知质量的离心管中,加蒸馏水 10ml, 两滴酚酞指示剂, 用硝酸和氢氧化钠溶液调至粉红色刚好消失, 在玻璃棒搅拌下用滴事事实上管逐滴加入硝酸银标准溶液 7ml, 搅匀, 洗净玻璃棒, 静置 2h 在离心机上以 300r/min 的转速离心 10min, 将上层清液倾倒入干净的 250ml 三角烧瓶中, 向离心管中加入蒸馏水 15ml, 用玻璃棒将沉淀充分搅拌, 洗涤、并清洗玻璃棒, 同样离心沉淀, 将上层清液再倾倒入上述三角烧瓶中, 如此反复三次, 将带有沉淀的离心管置于 105??2?干燥箱内干燥 5h, 取出放在干燥器中冷却 30min, 称其质量。

向三角烧瓶的溶液中, 用移液管准确加入 10ml 氯化钠标准溶液, 加入浓度为 50g/l 和铬酸钾指示剂溶液 2ml, 用硝酸银标准溶液滴定至出现稳定的砖红色即为终点, 并用式(4)、式(5)和式(6)计算纯度。平行样间测量结果偏听偏差应不大于 0.2%, 结果取其平均值。

Q/SY 1089-2009

$AgNa(m, m, m, m)89 \dots\dots\dots (4) C_p, , 100\%25m, 10250$

$() 107.87, , C_1, V_1, C_2, V_2, C_1, V_3, \dots\dots\dots (5) Agm, 1000$

$, 22.99mAg, \dots\dots\dots (6) Nam107.87$

式中:

C_p ——纯度, 用百数表示;

m ——离心管加水解聚丙烯腈-银盐的质量, 单位为克(g); 8

m ——离心管的质量, 单位为克(g); 9

m ——生成水解聚丙烯腈-银盐沉淀所消耗银的质量, 单位为克(g); Ag

m ——水解聚丙烯腈-银盐中银的质量换算成钠的质量, 单位为克(g); Na

m ——试样质量, 单位为克(g); 10

C ——硝酸银标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L); 1

V——沉淀时加入硝酸银标准溶液的体积，单位为摩尔每升(mol/L)； 1

C——氯化钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)； 2

V——加入氯化钠标准溶液的体积，单位为毫升(mL)； 2

V——反滴定时消耗硝酸银标准溶液的体积，单位为毫升(mL)。 3

4.3.6 钙含量的测定(以单元 Ca 计)

称取试样 0.2g(称准至 0.1mg)，置于 200mL 烧杯中，加入蒸馏水 50mL，搅拌，滴加盐酸溶液 2mL。加热溶解并煮沸 30min 除去碳酸根，冷却。用氢氧化钠溶液调 pH 值等于 10 后，再加入 10mL 氢氧化钠溶液。用移液管准确加入 20ml EDTA 标准溶液，用水稀释至 100ml 左右，搅匀，加入 10mg-20mg 钙试剂，用钙标准溶液滴定至蓝紫色出现即为终点。并用式(7)计算其钙含量。平行样间测量结果偏差应不大于 0.2%，结果取其算术平均值。

$$(C, V, C, V), 40.08eCaCa \dots\dots\dots (7) G, , 100\%11m, 1000$$

式中：

G——钙含量，用百分数表示；

C, C——分别为 EDTA、钙标准溶液浓度，单位为摩尔每升(mol/L)； eCa

V, V——分别为加入 EDTA、滴定消耗钙标准溶液的体积，单位为毫升(mL)； eCa

m——试样的质量，单位为克(g)； 11

4.3.7 钾含量的测定

4.3.7.1 标准溶液配制

配制氯化钾标准溶液，称取经 450℃灼烧 30min 的优级纯氯化钾 4.8g(称准至 0.1mg)，溶于 100ml 容量瓶中，稀释至刻度。

配制四苯硼钠液，称取 20g 四苯硼钠试剂溶于 800ml 的蒸馏水中，加入 20g 氢氧化铝粉末搅拌 10min，滤去沉淀物至溶液清亮为止，将些溶液转移至 1000ml 容

量瓶中，加入 2ml20%氢氧化钠溶液，稀释至刻度，将此溶液保存于聚乙烯塑料瓶中。

配制十六烷基三甲基溴化铵溶液：称聚十六烷基三甲基溴化铵试剂 12.5g(称准至

Q/SY 1089-2009 0.1mg)，溶于 500ml 蒸馏水中，加 100ml 无水乙醇，充分搅拌后，将溶液转移至 1000ml 容量瓶中，稀释至刻度。

4.3.7.2 四苯硼钠对钾离子滴定度的标定

用移液管取氯化钾标准溶液 10ml 于 100ml 容量瓶中，加 20ml 四苯硼钠溶液，2ml20%氢氧化钠溶液，5ml36%甲醛溶液，稀释至刻度，放置 15min 过滤。

吸取上述滤液 50ml 于三角瓶中，加 7 滴-8 滴达旦黄指示剂，用十六烷基三甲溴化铵溶液滴定至溶液由黄色变粉红即可。记下消耗十六烷基三甲溴化铵溶液的毫升数 V_4 。

用移液管吸取四苯硼钠溶液 5ml 于 250ml 三角瓶中，加 2ml20%氢氧化钠溶液，5ml36%甲醛溶液放置 5min，加 7 滴-8 滴达旦黄指示剂，用十六烷基三甲溴化铵溶液滴定至溶液由黄色变粉红即可。记下消耗十六烷基三甲溴化铵溶液的毫升数 V_0 。

四苯硼钠对钾离子的滴定度按式(8)计算。

$$T = \frac{m \cdot KCl \cdot 74.55}{V_4 - V_0} \cdot 1000 \quad (8)$$

式中：

T ——四苯硼钠对钾离子的滴定度，单位为克每毫升(g/ml)；

m ——称取氯化钾质量，单位为克(g)；KCl

V ——标准氯化钾溶液消耗十六烷基三甲溴化铵溶液的毫升数，单位为毫升(mL)；

V——四苯硼钠溶液消耗十六烷基三甲基溴化铵溶液的毫升数，单位为毫升 (mL)。

4.3.7.3 钾含量的测定

称取已在 105℃ 下烘干 4h 的试样 0.2g (称准至 0.1mg)，首先在电炉上灰化好后，放入已烘干的瓷坩埚中，在 600℃ 马弗炉中待样品灰化后，冷却，加数滴盐酸酸化，加蒸馏水溶解，转入 100ml 容量瓶中，加入 20ml 四苯硼钠溶液，20ml 20% 氢氧化钠，5ml 36% 甲醛溶液，稀释至刻度，摇匀放置 15min，过滤。

取四苯硼钠滤液 50ml 于三角瓶中，加 7 滴-8 滴达旦黄指示剂，用十六烷基三甲基溴化铵溶液滴定至溶液由黄色变粉红即可。记下消耗十六烷基三甲基溴化铵溶液的毫升数 V，并按式 (9) 计算钾含量。平行样间测量结果偏差应不大于 0.2%，结果取其算术平均值。

$$H = \frac{V \cdot T}{m} \cdot 100\% \quad (9)$$

式中：

H——钾含量，用百分数表示；

V——试样消耗十六烷基溴化铵的毫升数，单位为毫升 (mL)；

V——四苯硼钠消耗十六烷基溴化铵的毫升数，单位为毫升 (mL)；

T——滴定度，单位为克每毫升 (g/ml)；

m——试样的质量，单位为克 (g)

4.3.8 铵含量的测定

用 150ml 洁净、干燥的烧杯以差减法称取在 105℃ 干燥箱中烘干 3h 冷却后的试样约 0.15g (称准至 0.0001g)，加入经煮沸 5min 冷却后的蒸馏水 50ml，搅拌使试样溶解。加 2 滴酚酞指示剂，用盐酸和氢氧化钠溶液调至刚好出现粉红色，加入 5mL 甲醛溶液，搅匀，放置 2min-3min 后，以氢氧化钠标准溶液滴定至溶液出现粉红色为终点，并按式 (10) 计算

Q/SY 1089-2009

铵含量。平行样间测量结果偏差应不大于 0.2%，结果取其算术平均值。

$47C, V, 18.04 \dots\dots\dots (10) A, , 100\%13m, 1000$

式中：

A——铵含量，用百分数表示；

C——氢氧化钠标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)； 4

V——滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积，单位为毫升(mL)； 7

m——试样的质量，单位为克(g)； 13

4.3.9 氯离子含量的测定

称取 0.1g 经 105??2?干燥 4h 的试样(称准至 0.1mg)于 150ml 烧杯中，加几滴无水乙醇润湿后，加入约 100ml 蒸馏水，在磁力搅拌器上搅拌至完全溶解。然后转移至 500ml 容量瓶中，洗烧杯至样品全部转移，用蒸馏水稀释至刻度，摇匀，此液为试液 A。

用 50ml 移液管移取试液 A 50ml 于 250ml 三角瓶中，加 3%双氧水 5ml，摇匀，并在电炉上煮沸 2min，冷却，加 50g/l 铬酸钾 10 滴，用 0.1mol/l 硝酸银标准溶液滴定至砖红色刚刚出现为滴定终点。

记下消耗硝酸银标准溶液的毫升数有 V，并用试(11)计算氯离子含量，平行样间测量 8

结果偏差应不大于 0.2%，结果取其算术平均值。

$58C, V \dots\dots\dots (11) L, , 0.3544, 100\%14m$

式中：

L——氯离子的含量，用百分数表示；

C——硝酸银标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)； 5

V——滴定中消耗硝酸银标准溶液的体积，单位为毫升(mL)； 8

m——试样的质量，单位为克(g)。 14

4.3.10 钻井液性能的测定

4.3.10.1 淡水钻井液性能的测定

4.3.10.1.1 基浆配制

在两个高速搅拌杯中分别加入 350ml 蒸馏水，1.0g 碳酸钠，8.0g 钻井液试验用钠膨润土，24.5g 钻井液用评价土，在高速搅拌器上高速搅拌 20min，在搅拌过程中应停下两次，刮下粘附于杯壁上的黏土。将其中两个在 24??2?下密闭养护 24h.

基浆的表观粘度、滤失量应符合表 2 的要求，否则按比例增减两种土的加量，直至达到要求。

4.3.10.1.2 样品浆制备

取两份基浆，分别加入试样 1.75g，用玻璃棒边加边搅拌，放入高速搅拌器高速搅拌 20min，使其均匀分散于基浆中。在 24??2?下密闭养护 24h.

4.3.10.1.3 样品浆测试

取养护后的样品浆，在高速搅拌器上搅拌 5min，按 GB/T 16783.1 的要求测试其表观粘度和滤失量。平行样间 ϕ 的读值偏差允许在 2 格范围内，7.5min-30min 之间的滤液体积 600

偏差允许在 0.5ml 范围内，结果取其算术平均值。

4.3.10.2 盐水钻井液性能的测定

4.3.10.2.1 基浆配制

在两个高速搅拌杯中分别加入 350ml4%的盐水，1.0g 碳酸氢钠，40.0g 钻井液试验用钠膨润

土，24.5g 钻井液用评价土，在高速搅拌器上高速搅拌 20min，在搅拌过程中应停下两

次，刮下粘附于杯壁上的黏土，将其中两个在 24??2?下密闭养护 24h。

基浆的表观粘度、滤失量应符合表 2 的要求，否则按比例增减两种土的加量，直至达到要求。

4.3.10.2.2 样品浆制备

取两份基浆，分别加入试样 5.25g，用玻璃棒边加边搅拌，放入高速搅拌器高速搅拌 20min，使其均匀分散于基浆中。在 24??2?下密闭养护 24h。

4.3.10.2.3 样品浆测试

取养护后的样品浆，在高速搅拌器上搅拌 5min，按 GB/T 16783.1 的要求测试其表观粘度和滤失量。平行样间 ϕ 的读值偏差允许在 2 格范围内，7.5min-30min 之间的滤液体积 600

偏差允许在 0.5ml 范围内，结果取其算术平均值。

4.3.10.3 计算

按式(12)、式(13)和式(14)计算表观粘度和及滤扔量降低率。

$$1 \phi \dots\dots\dots (12) \text{ AV, } 600 \text{ } 2$$

$$\text{FL}=2 \text{ FL}' \dots\dots\dots (13)$$

$$12\text{FL, FL} \dots\dots\dots (14) \text{ f, } 100\%1\text{FL}$$

式中：

AV——表观粘度，单位为毫帕秒(mpa?s)；

ϕ ——电动旋转粘度计在 600r/min 转速下的稳定读数； 600

FL——滤失量，单位为毫升(ml)；

FL' ——7.5min-30min 之间的滤失量，单位为毫升(ml)；

f——滤失量降低率，用百分数表示；

FL——基浆滤失量，单位为毫升(ml)； 1

FL——加入试样后滤失量，单位为毫升(ml)。 2

5 检验规则

5.1 取样方法

用取样器从每批(不大于 30t)袋数的 1%-5%按米字形确定取样点(不小于 10 点),插入不同深度取样。每袋取样约 100g,充分混匀后,以四分法缩分成两份,分别装在两个洁净、干燥的玻璃瓶中,封存,每瓶试样重量不小于 500g,一瓶作检验,另一瓶保存三个月,备仲裁用。

5.2 验收方法

5.2.1 生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求,并附有合格证及产品质量验收报告单,否则用刻拒收或拒付款。

5.2.2 用户按取样方法取样,按本标准规定的试验方法进行检验,当发现某项技术要求不符合本标准时,应用原样进行复检,以保证结果可靠,复检结果不符合标准时,即为不合格产品。供需双方若有争议,送仲裁单检验,以仲裁结果为准。

5.2.3 货到后 5d 内取样检验,若有不合格,货到后 20d 内必须通知厂家。 6 标志、包装及储运

6.1 标志、包装

包装袋为纸塑三合一包装袋(即牛皮纸、聚丙烯编织袋、聚丙烯薄膜三种材料复合成一体),内衬塑料袋,每袋净重量 25kg,顶口缝合后,用胶带将顶口粘结。

包装袋上印有注册商标、品名、代号、净重量、执行标准号、批号、生产日期、生产

Q/SY 1089-2009 厂名、防潮标记、标志等字样。

6.2 储运

在储运中防潮,防水浸,堆码不能过高,防止受压过量而结块;运输中防止包装袋破损。