

Буровые растворы на ВОДНОЙ основе

Данный тест предназначен для измерения суммарной концентрации растворимых хлоридов в *фильтрате* бурового раствора. Источниками ионов хлора в растворе служат хлористый натрий, хлористый кальций и хлористый калий. Для получения правильных результатов титрования фильтрат должен иметь слегка щелочную реакцию - pH около 8,3. В процессе титрования одновременно протекают две химические реакции.

1. $\text{Ag}^+ + \text{Cl}^- \longrightarrow \text{AgCl}$
2. $2\text{Ag}^+ + \text{CrO}_4^{2-} \longrightarrow \text{Ag}_2\text{CrO}_4$

Результатом первой реакции (образование хлористого серебра) служит появление белых вкраплений или молочное окрашивание раствора. Образование красного хромата серебра начинается лишь после того, как все ионы хлора оказываются связанными в хлористом серебре. После этого нитрат серебра вступает в реакцию с индикаторным раствором хромата калия, в результате чего образуется хромат серебра. Таким образом, для нормального протекания обеих реакций фильтрат должен иметь слабощелочную реакцию, (pH = 8.3). При высоком pH происходит выпадение осадка окиси серебра.

ОБОРУДОВАНИЕ:

| | |
|---------|---|
| #153-26 | Кювета для титрования полиэтиленовая |
| #153-28 | Палочка-мешалка полиэтиленовая |
| #153-34 | Пипетка, 1 мл x 1/100 мл, стеклянная |
| #153-40 | Пипетка, 10 мл x 1/10 мл, стеклянная |
| | Реактивы: |
| #206-01 | Дистиллированная вода, 8 унций (472 мл) |
| #215-00 | *Индикаторный раствор хромата калия, 2 унции (59 мл) (UN3082) |
| #220-00 | Индикаторный раствор фенолфталеина, 2 унции (59 мл) |
| #230-08 | Серная кислота, 0,02N (N/50), 8 унций (236 мл) |
| #265-02 | Раствор нитрата серебра, 0,001G, 0,0282N, 16 унций (472 мл) |
| #265-06 | Раствор нитрата серебра, 0,01G, 0,282N, 8 унций (236 мл) |
| #285-00 | Карбонат кальция, осажденный. 35 граммов |
| | Футляр: |
| #144-35 | Футляр Multi Kit, диагональная конструкция, нерж. сталь |

For more information, please contact us:

[ExpotechUSA](#)
[10700 Rockley Road](#)
[Houston, Texas 77099](#)
[USA](#)

[281-496-0900 \[voice\]](#)

[281-496-0400 \[fax\]](#)

E-mail: sales@expotechusa.com

Website: www.ExpotechUSA.com

ПРОЦЕДУРА - буровые растворы на водной основе:

1. Внесите пипеткой один (или больше) миллилитр (см^3) фильтрата в кювету для титрования.
2. Добавьте 2-3 капли индикаторного раствора фенолфталеина.
При появлении розовой окраски - проведите титрование N/50 серной кислотой до ее исчезновения.
В случае интенсивного окрашивания фильтрата добавьте еще 2 мл N/50 серной кислоты, перемешайте.
Добавьте 1 грамм карбоната кальция, перемешайте.
3. Добавьте 25-50 мл дистиллированной воды. Если вместо дистиллированной воды используется какая-то другая вода, присутствующие в ней хлориды необходимо учесть, оттитровав эту воду перед добавлением фильтрата.
4. Добавьте 5-10 капель индикаторного раствора хромата калия.
5. С помощью пипетки добавляйте по капле раствор нитрата серебра, непрерывно помешивая смесь палочкой-мешалкой, до тех пор, пока цвет раствора не изменится с желтого на оранжево-красный и не будет оставаться таким в течение 30 секунд. Запишите количество миллилитров (см^3) раствора нитрата серебра, потребовавшегося для достижения конечной точки.

А. Если концентрация ионов хлора в фильтрате превышает 10000 мг/л, воспользуйтесь раствором с концентрацией ионов хлора 0,1 г/куб. см (0,282N).

В. Если на титрование ушло больше 10 мл (см^3) нитрата серебра, повторите анализ с меньшим количеством фильтрата.

РАСЧЕТ:

$$\text{Хлорид, мг/л} = \frac{*1000 \times \text{мл раствора нитрата серебра, затраченного на титрование}}{\text{Образец фильтрата, мл}}$$

Преобразование единиц измерения:

$$\text{Хлориды, частей на млн.} = \frac{\text{Хлориды, мг/л}}{\text{Удельная плотность фильтрата}}$$

$$\text{Соль (NaCl), мг/л} = (1,65) \text{ Хлорид, мг/л}$$

* Для 0,0282N (0,001-г) хлоридного раствора используется коэффициент 1000, а для 0,282N (0,01-г) раствора AgNO_3 - коэффициент 10000.

ПРИМЕЧАНИЯ:

1. Избегайте попадания нитрата серебра на кожу или одежду; в случае попадания нитрата серебра на кожу или одежду немедленно промойте загрязненный участок водой.
2. За конечную точку реакции принимается начальный момент образования хромата серебра, которому сопутствует появление красноватого оттенка. В случае использования слабого, т. е. 0,001-г раствора, достижение конечной точки происходит очень плавно. Поэтому об образовании хромата серебра судят по изменению цвета с желтого на оранжево-красный. При использовании концентрированного (0,01-г) раствора конечная точка достигается значительно быстрее, и окраска может сразу поменяться с желтой на красную. Как только появится красное окрашивание, титрование можно считать законченным.
3. Титрование растворов с высокой концентрацией хлористого серебра сопровождается образованием белых комочков. Этот момент не следует принимать за конечную точку титрования.

Буровые растворы на нефтяной основе - определение ионов хлора в цельном растворе

Определение содержания хлоридов в цельном буровом растворе на нефтяной основе проводится с помощью титрования, в ходе которого измеряется объем стандартного раствора нитрата серебра, прореагировавшего с ионами хлора с образованием нерастворимой соли хлористого серебра. Результат определения концентрации хлоридов в цельном буровом растворе вплоть до точки насыщения относят к водной фазе раствора. Концентрация водорастворимой соли служит показателем того, насколько эффективно буровой раствор на нефтяной основе влияет на содержание глинистой фракции. Теоретической основой этого эффекта является принцип "активности водной фазы". Сведения о степени минерализации водной фазы нужны также для того, чтобы, внося соответствующую поправку в результаты мультиметрического анализа, получить верные данные о содержании твердой фазы в буровом растворе на нефтяной основе. Для проверки используются такие же образцы, как и в случае определения щелочности цельного бурового раствора, при условии, что они имеют кислую реакцию ($\text{pH} < 7$).

Оборудование - буровые растворы на нефтяной основе:

| | |
|-----------|---|
| #153-29-1 | Шприц со стеклянным наконечником, 5 мл |
| #153-51-1 | Мерный стакан, 400 мл, стеклянный |
| #153-53 | Магнитная мешалка с "микромешалками" |
| | Реактивы: |
| #206-02 | Дистиллированная вода, 16 унций (472 мл) |
| #215-02 | Раствор хромата калия, 8 унций (236 мл) (UN3082) |
| #220-01 | Индикаторный раствор фенолфталеина, 8 унции (236 мл) |
| #230-10 | Раствор серной кислоты, N/10, 8 унций (236 мл) |
| #265-08 | Раствор нитрата серебра, 0,01g, 0,282N, 16 унций (472 мл) |
| #280-30 | Растворитель Arcosolv PNP, 1 галлон (3,79 л) |

Процедура - буровые растворы на нефтяной основе

Для начала определите щелочность цельного бурового раствора по следующей схеме:

1. Внесите 100 мл растворителя Arcosolv PNP в 400-мл мерный стакан.
2. Наберите в 5-мл шприц не менее 3 мл цельного бурового раствора и введите 2 мл в мерный стакан. Взбалтывайте смесь круговыми движениями до достижения однородности.
3. Добавьте 200 мл дистиллированной воды.
4. Добавьте 15 капель индикаторного раствора фенолфталеина.
5. Перемешивая смесь магнитной мешалкой, медленно титруйте N/10 серной кислотой до начала исчезновения розовой окраски. Продолжайте перемешивать смесь в течение еще одной минуты и, если розовая окраска не появится вновь, прекратите перемешивание. Иногда бывает необходимо прекратить перемешивание, чтобы обеспечить разделение обеих фаз и возможность более четкого визуального определения цвета водной фазы.
6. Оставьте образец на 5 минут, и если розовая окраска не появится вновь, то это будет свидетельствовать о достижении конечной точки титрования. В случае возобновления розовой окраски проведите повторное титрование серной кислотой. Если розовая окраска окончательно не исчезает, оттитруйте смесь в третий раз, однако в случае возобновления окраски после третьего титрования следует прекратить дальнейшие попытки и принять полученный результат за конечную точку.
7. Закончив определение щелочности, обеспечьте наличие кислой реакции ($\text{pH} < 7$) у смеси, которую предполагается титровать на содержание хлоридов, путем добавления 10-20 капель N/10 серной кислоты.
8. Добавьте *3,0 мл индикаторного раствора хромата калия.
9. Перемешивая смесь с помощью магнитной мешалки, медленно титруйте ее 0.282N раствором нитрата серебра до появления оранжево-розовой окраски, сохраняющейся на протяжении как минимум одной минуты. Иногда бывает необходимо прекратить перемешивание, чтобы обеспечить разделение обеих фаз и возможность более четкого визуального определения цвета водной фазы.
10. Расчет содержания хлоридов в цельном буровом растворе основывается на суммарном количестве миллилитров 0,282N нитрата серебра, потребовавшемся для достижения конечной точки.

Расчет:

$$\text{Хлориды,} \quad = \frac{10000 \text{ (мл раствора нитрата серебра, затраченного на титрование)}}{\text{цельный буровой раствор (Cl}_{\text{om}}) \text{ мг/л}} \quad \text{мл образца}$$

*Количество было изменено после выхода последнего выпуска API - *R.P. 13B-2*, Третье издание, датированное февралем 1998.