

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

РУКОВОДСТВО:**ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРА И ЩЕЛОЧНОСТИ****Каталоговый № 144-50****ПОСУДА И РЕАКТИВЫ**

КОЛИЧЕСТВО	ОПИСАНИЕ	КАТ. №
1	Чашка для титрования, полиэтилен	153-26
2	Мешалка, полиэтилен	153-28
2	1-мл пипетка	153-40
2	10-мл пипетки	153-40
2	Дистиллированная вода, 16 ж. унций	206-02
1	Р-р хромата калия (индикатор), 2 ж. унции	215-00
1	Р-р фенолфталеина (индикатор), 2 ж. унции	220-00
	N/50 серная кислота, 8 ж. унций	230-08
1	Бромкрезол Зеленый—Метиловый Красный (индикаторный р-р), 2 ж. унции	245-00
1	0.0282N р-р нитрата серебра, 8 ж. унций	265-00
1	0.28N р-р нитрата серебра, 8 ж. унций	265-06

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ИОНОВ ХЛОРА

Этот анализ позволяет определить концентрацию ионов хлора растворенных в фильтрате бурового раствора. Ионы хлора попадают в раствор в результате диссоциации хлорида натрия, хлорида кальция или хлорида калия. Кроме того, для получения правильных результатов титрования фильтрат должен быть слабо щелочным (рН 8,3), чтобы обеспечить условия для протекания первой из двух реакций, имеющих место во время титрования:

1. $\text{Ag}(+) + \text{Cl} \rightarrow \text{AgCl}$
2. $2\text{Ag}(+) + \text{CrO}_4 \rightarrow \text{Ag}_2\text{CrO}_4$

Первая реакции (образование хлористого серебра) ведет к появлению белых хлопьев или молочно-белому помутнению раствора. Образование красного хромата серебра начинается лишь тогда, когда все имеющиеся в испытуемом растворе хлорид-ионы будут связаны в хлорид серебра. После этого нитрат серебра вступает в реакцию с хроматом калия из индикаторного раствора, образуя хромат серебра. Таким образом, для того, чтобы две вышеупомянутых реакции происходили, фильтрат должен быть слабо щелочным (рН 8,3). Более высокое значение рН приводит к осаждению оксида серебра.

Порядок действий

1. Отмерьте пипеткой 1,0 мл фильтрата или пробы в чашку для титрования.
2. Добавьте к фильтрату 2-3 капли фенолфталеинового индикатора.
3. При появлении розового цвета, титруйте 0,02N серной кислотой до тех пор, пока розовая окраска не исчезнет. Если розовое окрашивание больше не появляется, анализ можно продолжить.
4. Если необходимо, добавьте 25-50 мл дистиллированной воды. Это делается для того, чтобы разбавить слишком густой цвет фильтрата. При отсутствии хлоридов в дистиллированной воде, разбавление не повлияет на результаты анализа. При использовании недистиллированной воды, содержащиеся в ней хлориды должны быть оттитрованы перед добавлением к фильтрату.
5. Добавьте к фильтрату 10-15 капель хромат-калиевого индикатора, чтобы придать ему ярко-желтый цвет.
6. Добавляйте из пипетки по капле раствор нитрата серебра, постоянно перемешивая мешалкой, пока цвет пробы не изменится из желтого на оранжево-красный.

РАСЧЕТ

1. Миллионная доля (промилле) хлорида = количество миллилитров добавленного раствора нитрата серебра \times 1000 (В случае 0,0282N раствора нитрата серебра, 1 мл = 1000 промилле Cl)
2. Миллионная доля (промилле) хлорида = количество миллилитров использованного нитрата серебра \times 10,000 (В случае 0,28N раствора нитрата серебра , 1 мл = 10,000 промилле Cl)
3. промилле NaCl = промилле хлорида \times 1,65

ПРИМЕЧАНИЯ:

1. Определение хлорида можно проводить на тех же образцах, что были использованы для определения Pf, если анализ на Mf не проводился (см. ниже).
2. Избегайте контакта с нитратом серебра. Если нитрат серебра попадет на кожу или одежду, немедленно промойте эти места водой.
3. Конечной точкой реакции является тот момент, когда начинается образование хромата серебра (красноватый цвет). При использовании слабого раствора нитрата серебра, конечная точка титрования достигается довольно медленно. Поэтому образование нитрата серебра может быть надежно определено по изменению цвета: от желтого до оранжево-красного. Если используется сильный раствор нитрата серебра, то конечная точка титрования достигается намного быстрее, так что начало образования хромата серебра и появление его оранжево-красного цвета можно пропустить из-за больших количеств добавляемого нитрата серебра. Изменение цвета будет происходить от желтого к красному, поэтому при появлении последнего титрование прекращают.
4. Титрование растворов с высокой концентрацией хлористого серебра сопровождается образованием белых хлопьев, что не означает достижения конечной точки титрования.
5. Если концентрация ионов хлора меньше 10 000 промилле, должен применяться слабый раствор нитрата серебра. В противном случае следует использовать концентрированный раствор нитрат серебра.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЩЕЛОЧНОСТИ

I. ЩЕЛОЧНОСТЬ РАСТВОРА (Pm)

Этот анализ позволяет измерить щелочность цельного бурового раствора. Проведение этого анализа одновременно с определением щелочности фильтрата позволяет определить избыточную щелочность известковых буровых растворов как разницу между результатами этих двух измерений.

Порядок анализа

1. Отмерьте шприцом 1 мл свежеперемешанной пробы бурового раствора в чашку для титрования.
2. Шприц должен иметь объем не менее 3 мл. Наберите в шприц два (а лучше три) мл бурового раствора. Удалите из пробы все воздушные пузырьки. Потом, нажимая на плунжер, введите один мл пробы от отметки 3 мл до отметки 2 мл или от отметки 2 мл до отметки 1 мл, но никогда – от отметки 1 мл до основания шприца.

3. Разбавьте раствор в чашке добавлением 25-50 мл дистиллированной воды.
4. Добавьте не более 4–5 капель раствора фенолфталеина.
5. Если цвет пробы не изменяется, то запишите, что Pm равен 0.
6. Если образец станет розовым, быстро оттитруйте его 0,02N серной кислотой до исчезновения окраски.

РАСЧЕТ

Щелочность раствора по фенолфталеину (Pm) определяется как количество миллилитров 0,02 N раствора серной кислоты, добавленного до полного исчезновения розовой окраски.

ПРИМЕЧАНИЕ:

1. Если проба бурового раствора сильно окрашена химическими разбавителями и изменение цвета трудно увидеть, используйте 0,5 мл раствора. При этом величина Pm равна удвоенному объему 0,02N серной кислоты, добавленной до исчезновения розовой окраски.
2. Если используется 0,1N серная кислота, то величина Pm равна умноженному на 5 объему 0,02N серной кислоты, добавленной к 1 мл раствора.

II. ЩЕЛОЧНОСТЬ ФИЛЬТРАТА (Pf, Mf)

Эти анализы предназначены для измерения щелочности, определяемой содержанием растворимых компонентов раствора. Совместный анализ на Pf и Mf может применяться для того, чтобы определить концентрацию гидроксил-иона (OH^-), гидрокарбонат-иона (HCO_3^-) и карбонат-иона (CO_3^{-2}). Анализ на Pf может также применяться в паре с анализом на Pm для определения избыточного количества извести, присутствующей в известковом буровом растворе.

ПОРЯДОК ОПРЕДЕЛЕНИЯ Pf

1. Отмерьте пипеткой 1 мл фильтрата в чистую титровальную чашку. (Не разбавляйте дистиллированной водой.)
2. Добавьте более 2-3 капель раствора фенолфталеина. При отсутствии окрашивания Pf равен 0 (pH < 8,3). Если появляется розовый цвет, добавляйте пипеткой 0,02N раствор серной кислоты до исчезновения окраски.

РАСЧЕТ Pf

1. Pf равно количеству 0.02 N серной кислоты, которое необходимо добавить для устранения розовой окраски.
2. Избыточное содержание извести, фунт/баррель = $(Pm - Pf)/4$.

ПОРЯДОК ОПРЕДЕЛЕНИЯ Mf

1. К пробе, используемой для определения Pf, добавьте 2-3 капли бромкрезольного индикатора.
2. Снова добавляйте 0,02N раствор серной кислоты до изменения окраски от сине-зеленой в светло-розовую.

РАСЧЕТ Mf

1. Щелочность фильтрата Mf равна общему объему 0,02 N серной кислоты, необходимой для достижения конечной точки титрования включая объем, требуемый для достижения конечной точки титрования при определении Pf .
2. Концентрации гидроксила, гидрокарбоната и карбоната можно определить, используя следующую таблицу.

РАСЧЕТЫ ЩЕЛОЧНОСТИ

<u>Полученный результат</u>	<u>Расчетная формула</u>
Pf = Mf (показывает только OH ⁻),	$Pf \times 340 = \text{мг/л OH}^-$
(2Pf - Mf) – положительно (показывает OH ⁻ и CO ₃ ⁻²)	$(2Pf - Mf) \times 340 = \text{мг/л OH}^-$ $2(Mf - Pf) \times 600 = \text{мг/л HCO}_3^-$
2Pf = Mf (показывает только CO ₃ ⁻²)	$Mf \times 600 = \text{мг/л CO}_3^{-2}$
2(Pf - Mf) – отрицательно (показывает CO ₃ ⁻² и HCO ₃ ⁻)	$2Pf \times 600 = \text{мг/л CO}_3^{-2}$ $(Mf - 2Pf) \times 1220 = \text{мг/л HCO}_3^-$
Pf равно нулю или очень мало (показывает только HCO ₃ ⁻)	$Mf \times 1220 = \text{мг/л HCO}_3^-$

ОБОЗНАЧЕНИЯ

Pf = Конечная точка титрования фильтрата по фенолфталеину с применением 0,02 N серной кислоты

Mf = Конечная точка титрования фильтрата по метилоранжу или бромкрезоловому индикатору с использованием 0,02 N серной кислоты

ОН = Ион гидроксила

CO_3^{-2} = Ион карбоната

HCO_3^{-} = Ион гидрокарбоната