

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

## КОМПЛЕКТ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛИЯ И ХЛОРИСТОГО КАЛИЯ OFI ЧАСТЬ № 285-09

**Метод центрифугирования: > 5000 мг/л KCl (1% KCl)**

Ионы калия применяются в буровых растворах для стабилизации глинистых сланцев и контроля набухающих глин. Точное определение содержания ионов калия необходимо для контроля свойств бурового раствора. Данная методика применяется для измерения концентрации ионов калия в фильтрах буровых растворов *при содержании K<sup>+</sup>, превышающем 5000 мг/л или 3,5 фунтов/баррель KCl. Этот метод дает наиболее точные результаты в интервале концентраций от 10.000 мг/л (2%) до 40.000 мг/л (8%) KCl, в то время как измерения в интервале ниже 10.000 мг/л (2%) KCl заслуживают меньшего доверия. Калий осаждают в центрифужной пробирке в виде перхлората с последующим измерением объема осадка. Затем определяют содержание ионов калия по заранее построенной калибровочной кривой.*

### Оборудование:

- #153-21 Центрифужная пробирка Колмера на 10 мл (поставляются 2 пробирки).
- #153-25-2 \*Центрифуга с пусковой рукояткой, двухшпиндельной головкой и защитными экранами.
- #153-38 Пипетка, 5 мл x 1/10 мл, стеклянная

### Реактивы:

- #206-02 Дистиллированная вода, 16 унций (472 мл)
- #285-10 \*Раствор перхлората калия, 16 унций (UN1502)
- #285-11 Раствор хлористого калия (стандартный), 4 унции

### Футляр:

- #151-50 Переносной ящик из пластика, устойчивого к ударным воздействиям.

### Методика построения стандартной калибровочной кривой:

1. Стандартную калибровочную кривую необходимо строить для каждого типа центрифуги. Для получения точного графика требуются, по меньшей мере, три точки или процедуры тестирования (3,5, 10,5 и 17,5 фунтов/баррель).
2. Образцы можно готовить, используя стандартный раствор хлористого калия; 0,5 мл стандартного раствора хлористого калия эквивалентны 3,5 фунтам на 1 баррель KCl.  
***3,5 фунтов/баррель KCl = 1% KCl = 5000 мг/л.  $\approx$  0,5 мл стандартного раствора KCl.***  
Поэтому -
  - A. Для получения эквивалента 3,5 фунтов/баррель KCl или 1% KCl используйте 0,5 мл стандартного раствора хлористого калия.
  - B. Для получения эквивалента 10,5 фунтов/баррель KCl или 3% KCl используйте 1,5 мл стандартного раствора хлористого калия.
  - C. Для получения эквивалента 17,5 фунтов/баррель KCl или 5% KCl используйте 2,5 мл стандартного раствора хлористого калия.
3. Разбавьте образцы дистиллированной водой в пробирке для центрифугирования до отметки 7,0 мл и перемешайте полученную смесь встряхиванием.

4. Добавьте 3 мл стандартного раствора перхлората калия без перемешивания в каждую центрифужную пробирку.
5. Проведите центрифугирование в течение 1 мин при постоянной скорости ~ 1800 об/мин и сразу же определите объем осадка. Перед центрифугированием необходимо уравновесить центрифужную пробирку другой такой же пробиркой, содержащей 10 мл жидкости такого же веса.

Достаточно постоянную скорость в 1800 об/мин можно установить путем определения числа оборотов ротора при каждом полном обороте пусковой рукоятки. Медленно проворачивайте пусковую рукоятку и сосчитайте число оборотов головки ротора при одном полном обороте пусковой рукоятки. Например, 15 оборотов ротора за один оборот рукоятки. Сосчитайте число оборотов пусковой рукоятки, необходимых для получения 1800 оборотов головки ротора. Для получения 1800 оборотов головки в указанном примере потребуется 120 полных оборотов пусковой рукоятки (1800/15). Следовательно, нужно повернуть рукоятку 120 раз в течение 1 мин для достижения скорости в 1800 об/мин. При такой скорости нужно проворачивать рукоятку 10 раз за 5 секунд (120/60) (5). Подсчетом числа оборотов рукоятки за 5 секунд и регулировкой скорости для получения требуемого числа оборотов в минуту следует установить постоянный режим 1800 об/мин за время от 15 до 20 секунд. Временной интервал, необходимый для установления 1800 об/мин, нужно включить в полное время центрифугирования образца.

6. Отмойте центрифужную пробирку сразу же после ее использования для облегчения самого процесса очистки.
7. Постройте график зависимости объема осадка от количества KCl в фунтах/баррель KCl или процентного содержания хлористого калия, используя миллиметровую бумагу, как указано ниже.

### Порядок тестирования образца

1. Отмерьте и влейте надлежащий объем фильтрата в центрифужную пробирку. Используйте приводимую ниже таблицу для определения объема:

<b>Объемы фильтратов, которые нужно брать при различных концентрациях KCl</b>		
<b>Концентрация Интервал KCl (фунтов/баррель)</b>	<b>K<sup>+</sup> (мг/л)</b>	<b>Объем фильтрата для использования (мл)</b>
3,5 - 18	5.250 – 27.000	7,0
18 - 35	27.000 – 52.500	3,5
35 - 70	52.500 – 105.000	2,0
более 70	более 105.000	1,0

2. В случае необходимости проведите разбавление дистиллированной водой в центрифужной пробирке до объема в 7,0 мл и перемешайте полученную смесь встряхиванием.
3. Добавьте 3,0 мл стандартного раствора перхлората калия без перемешивания встряхиванием. В случае присутствия калия происходит незамедлительное выпадение осадка.
4. Проведите центрифугирование с постоянной скоростью приблизительно в 1800 об/мин в течение 1 минуты. Незамедлительно определите объем осадка и запишите его величину.
5. Добавьте в пробирку 2-3 капли раствора перхлората калия. Если при этом произойдет образование осадка, то это будет означать, что не все количество калия было измерено. Обратитесь к вышеприведенной таблице и используйте меньший последующий объем фильтрата. Повторите операции, указанные выше в пунктах 1-5.
6. Определите концентрацию хлористого калия путем сравнения измеренного объема осадка с построенной выше стандартной калибровочной кривой. Представьте концентрацию калия в фунтах/баррель KCl. Концентрацию калия можно также выразить в миллиграммах/литр раствора ионов калия. Если концентрация хлористого калия в фильтрате, определенная по стандартной калибровочной кривой, превышает 18 фунтов/баррель, то это приводит к меньшей точности получаемых результатов. Для получения более точных результатов используйте меньший последующий объем фильтрата и повторите операции, указанные в пунктах 1-5.

### Расчет:

**KCl в фильтрате в фунтах/баррель =  $\frac{7}{\text{используемый фильтрат, мл}}$  (Значение по стандартной калибровочной кривой).**

**K<sup>+</sup> в фильтрате, мг/л = 1500 (KCl в фильтрате в фунтах/баррель)**

## Высокие концентрации хлористого калия

Если концентрации калия в фильтрате превышает 35.000 мг/л (7%) KCl, то можно провести разбавление следующим образом:

1. Внесите пипеткой 2,0, 3,0 или 4,0 мл фильтрата в центрифужную пробирку и проведите разбавление дистиллированной водой до отметки 7,0 мл.
2. Внесите поправку в результаты умножением % KCl на 7 и делением на использованный объем фильтрата (2,0, 3,0 или 4,0 мл).

## Примечания:

1. Тест на присутствие ионов калия нужно проводить с помощью центрифуги, которая использовалась для получения данных для построения стандартной калибровочной кривой. Вращайте центрифугу с постоянной скоростью в 1800 об/мин.
2. Перхлораты натрия и калия взрывоопасны в сухом состоянии при нагревании до высокой температуры или при контакте с органическими восстановителями. Перхлораты не создают опасности при их хранении в смоченном (водой) состоянии. Перхлораты разлагаются без вредных последствий при их диспергировании в ведре воды.
3. Присутствие солей, лигносульфонатов, полимеров, глины и величина pH не мешают проведению теста.
4. Осадок может слегка обесцвечиваться при высоких концентрациях лигносульфонатов, но это не оказывает негативного влияния на результаты теста.
5. Для тестирования подходят только пробирки типа Колмера для клинического центрифугирования.
6. Нет необходимости в построении новой калибровочной кривой для каждого определения содержания калия; однако, достоверность калибровочной кривой следует регулярно проверять путем определения по меньшей мере одного стандартного значения.
7. При использовании центрифуги другого типа стандартная калибровочная кривая должна быть построена заново.