

## Буровые растворы на водной основе

При определении жесткости титрующий раствор (EDTA) добавляется к воде или фильтрату буровой жидкости, которые содержат и кальций и магний; при этом EDTA реагирует в первую очередь с кальцием. Только кальций может быть определен с помощью EDTA, когда pH образца достаточно высокий и магний осаждается в виде гидроксида; в этом случае используют специфический для кальция индикатор. Несколько индикаторов могут давать цветные реакции, когда весь кальций образует комплекс с EDTA при pH в диапазоне от 12 до 13. Конечная точка, затеняемая темными органическими компонентами, может быть проявлена путем окисления гипохлоритом натрия.

### Оборудование

#153-14	Стекланный градуированный цилиндр 50 мл x 1,0 мл
#153-34	Пипетка, 1.0 мл x 1/100 мл, стеклянная
#153-36	Пипетка, 2.0 мл x 1/10 мл, стеклянная
#153-38	Пипетка, 5.0 мл x 1/10 мл, стеклянная
#153-40	Пипетка, 10.0 мл x 1/10 мл, стеклянная
#153-51	Мерный стакан, 250 мл, стеклянный
#168-01	Электроплитка с термостатом, 115 вольт (требуется в случае окрашенных фильтратов) Или
#168-01-1	Электроплитка с термостатом, 230 вольт
	<b>Реактивы:</b>
#205-12	Титрующий раствор (EDTA), Вариант высокой жесткости, 0.01M, 400 Mg/L, 16 oz
#205-14	Буферный раствор кальция (NaOH, 1N), 2 унции
#206-02	Дистиллированная вода, 16 унций (472 мл)
#210-00	Индикаторный порошок Кальвера® II, 10 граммов
#230-25	Уксусная кислота ледяная, 8 унций (236 мл) (UN2789)
#261-00	Раствор гипохлорита натрия, 8 унций (236 мл) (UN1791)
#261-50	Экранирующий агент, смесь (1:1:2 (об.)) Триэтаноламин : Тетраэтиленпентамин : Вода, 16 унций

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](mailto:sales@expotechusa.com)

Website: [www.ExpotechUSA.com](http://www.ExpotechUSA.com)

**Процедура:**

1. Добавить не менее 1,0 мл образца в химический стакан.  
*Если фильтрат бесцветный или только слегка окрашен, то стадии 2 – 5 не проводятся.*
2. Добавьте 10,0 мл гипохлорита натрия, перемешайте.
3. Добавьте 1,0 мл ледяной уксусной кислоты, перемешайте.
4. Кипятите образец в течение 5 мин и поддерживайте постоянным объем образца, добавляя при кипячении дистиллированную воду по мере надобности. Кипячение удаляет избыточный хлор, и это можно проверить, погрузив полоску рН-чувствительной бумаги в раствор образца. Если полоска побелела, продолжайте кипячение. Кипячение считается достаточным, когда рН образца будет равно 5.0
5. Остудите образец, ополосните стенки мерного стакана деионизированной (дистиллированной) водой.
6. Разбавьте образец дистиллированной водой примерно до 50 мл.
7. Добавьте от 10 до 15 мл буферного раствора кальция или достаточный объем буферного раствора для доведения рН до 12 – 13.
8. Необязательно: Правильному определению конечной точки может помешать присутствие растворимого железа. Если есть подозрения о присутствии растворимого железа, то подходящим маскирующим агентом является смесь тетраэтиленпентамина, триэтанолamina и воды (1:1:2 по объему).
9. Добавьте достаточное количество индикаторного порошка Кальвера® II (от 0.1 до 0.2 г.) для получения в случае присутствия кальция окрашивания от розового до винно-красного. Слишком большое количество индикатора затемнит конечную точку. Примечание: Добавление нескольких капель метил-оранжевого индикатора может улучшить видимость конечной точки.
10. Помешивая раствор, оттитруйте его раствором EDTA до конечной точки. Индикаторы кальция изменяют цвет раствора от Красного до Синего, и конечная точка лучше всего определяется моментом, когда титрующий раствор перестает менять окраску от Красной до Синей. Объем титрующего раствора используется далее в расчетах.

**Расчет:**

$$\text{Кальций, мг/л} = \frac{400 (\text{раствор титрования, мл})}{\text{Объем образца, мл}}$$

**Буровые жидкости на нефтяной основе****Оборудование**

#153-53	Магнитная мешалка с перемешивающим магнитиком
#153-64	Одноразовый шприц на 5 мл
#154-75	Латунный совок длиной в 4 дюйма
#297-05	Банка Мейсона с крышкой, 16 унций

**Реактивы:**

#205-17-3	Раствор для титрования (EDTA), 4000 мг/л Ca <sup>+2</sup> , 0.1 M, 200 EPM, 16 унций
#206-04	Дистиллированная вода, галлон
#210-00-1	Индикаторный порошок Кальвера® II, 100 г.
#260-05	Буферный раствор гидроокиси натрия, 0,1 N, 8 унций (UN1824)
#280-30	Растворитель Arcosolv PNP, 1 галлон (4,54 л) (UN1993)

**Процедура:**

1. Добавьте в банку на 16 унций 100 мл растворителя Arcosolv PNP.
2. Заполните неиспользованный шприц на 5 мл необработанной буровой жидкостью за отметку 3 мл.
3. Перенесите 2,0 мл бурового раствора на нефтяной основе в банку с раствором Arcosolv.
4. Закройте банку крышкой и энергично встряхивайте ее вручную в течение 1 мин.
5. Добавьте в банку 200 мл дистиллированной воды
6. Добавьте к смеси \*6,0 мл буферного раствора гидроокиси натрия, 1 N
7. Добавьте от \*0,7 до 1,0 г. индикаторного порошка Кальвера® II (Примечание: суммарный вес порций, отмеряемый 5-ю мерными совками = 0,7 граммам)
8. Плотно закройте банку и снова энергично встряхивайте ее в течение 2 мин. Отставьте банку на несколько секунд для того, чтобы произошло разделение верхней и нижней фаз. Появление красноватой окраски в водной (нижней) фазе свидетельствует о присутствии кальция.
9. Проведите перемешивание, поместив банку на магнитную мешалку и опустив в нее перемешивающий магнитик.
10. Титрование проводите очень медленно, добавляя EDTA по каплям из пипетки, с минимальным помешиванием, достаточным для перемешивания только водной (нижней) фазы без смешения ее с верхней фазой. В конечной точке титрования происходит отчетливое изменение цвета с красноватого в сине-зеленый. Запишите объем добавленного титровального раствора
11. Количество миллилитров титровального раствора, требуемое для достижения конечной точки, используется в расчете содержания кальция в сыром буровом растворе.

**Расчет:**

$$C_{\text{буровой раствор на нефтяной основе}} \frac{\text{Ca, мг}}{\text{Проба бурового раствора на нефтяной основе, л}} = \frac{4000 (0,1 \text{ M EDTA, мл})}{2,0 \text{ мл.}}$$

\*Используемые количества были пересмотрены после выхода последнего номера API - «R.P. 13B-2», Третье издание, датированное февралем 1998.