

密闭取心示踪剂酚酞的检测 目视比色法

Determination of phenolphthalein as sealing coring tracer—visual colorimetry

2018—11—13 发布

2018—12—13 实施

陕西省质量技术监督局

发 布

目 次

前言..... II

1 范围..... 1

2 规范性引用文件..... 1

3 仪器和试剂..... 1

4 检测及计算方法..... 2

5 检测报告..... 5

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由陕西延长石油（集团）有限责任公司提出

本标准由陕西省环境保护厅归口。

本标准起草单位：陕西延长石油（集团）有限责任公司研究院。

本标准主要起草人：程玉群、王宁、党海龙、王成达、方晓君、吴春燕、沈英、王娟、井文超、吴琳。

本标准由陕西延长石油（集团）有限责任公司负责解释。

本标准首次发布。

联系信息如下：

单位：陕西延长石油（集团）有限责任公司

电话：029-89581691

地址：西安市雁塔区科技二路75号

邮编：710075

密闭取心示踪剂酚酞的检测 目视比色法

1 范围

本标准规定了密闭取心示踪剂酚酞的目视比色检测方法。

本标准适用于水基钻井液密闭取心示踪剂酚酞的检测。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

SY/T 5343—2013 滤液侵入岩心量的测定方法

3 仪器和试剂

3.1 仪器设备

主要仪器设备如下：

- a) 气压式钻井液失水仪（或同类产品）；
- b) 天平：最大称量 200g，最小分度值 0.0001g；
- c) 天平：最大称量 2000g，最小分度值 0.01g；
- d) 振荡器：振荡频率 30 次/min~200 次/min；
- e) 比色管：10mL、25mL（均带比色管架）；
- f) 容量瓶：50mL、100mL、500mL；
- g) pH 试纸：广泛试纸 pH 值为 1~14，精密试纸 pH 值为 8.0~10.5；
- h) 定性中速（或慢速）滤纸：φ90mm；
- i) 药池：体积≥2m³；
- j) 研钵；
- k) 其它：移液管、刻度吸管、烧杯、玻璃漏斗、量筒等玻璃器皿。

3.2 试剂配制

3.2.1 主要试剂及实验用水要求

实验用酚酞、无水乙醇、无水碳酸钠、氯化钾要求均为分析纯，实验所用氢氧化钠为工业纯，实验用水为三级水。

3.2.2 实验溶液

3.2.2.1 缓冲溶液

准确称取无水碳酸钠5.0000g、氯化钾5.0000g放入烧杯中，加入1L蒸馏水，制成浓度分别为0.5%的碳酸钠和氯化钾的混合溶液。

3.2.2.2 酚酞标准溶液

3.2.2.2.1 储备溶液

准确称取酚酞0.5000g放入烧杯中，用无水乙醇溶解后移入500mL容量瓶中，稀释至刻度，制成1.0mg/mL的酚酞储备溶液。

3.2.2.2.2 使用溶液

3.2.2.2.2.1 吸取储备溶液 25.00mL 置于 500mL 容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，制成浓度为 50mg/L 的酚酞使用溶液。

3.2.2.2.2.2 吸取储备溶液 2.00mL 置于 100mL 容量瓶中，用缓冲溶液稀释至刻度，制成浓度为 20mg/L 的酚酞使用溶液。

4 检测及计算方法

4.1 方法原理

根据酚酞在酸性和碱性溶液中呈现不同的颜色，建立不同酚酞浓度的标准系列。在相同实验条件下，将未知酚酞浓度的待测钻井液滤液或岩心浸渍滤液与标准溶液颜色进行比较。若待测溶液与某一标准溶液颜色深度一致，则取标准浓度为其浓度；若待测溶液颜色介于两标准溶液之间，则取其算数平均值作为待测溶液浓度。

4.2 酚酞标准系列的制备

4.2.1 取浓度为 50mg/L 的酚酞使用溶液 2.00mL 置于 50mL 容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度。取 6 支 25mL 的比色管，吸取上述稀释标准溶液，向比色管中依次加入 5.00mL、6.00mL、7.00mL、8.00mL、9.00mL、10.00mL 溶液，而后分别用缓冲溶液稀释至刻度，制成酚酞标准系列 1（见表 1）。

表 1 酚酞标准比色系列 1

编号	1	2	3	4	5	6
酚酞浓度 (mg/L)	0.40	0.48	0.56	0.64	0.72	0.80

4.2.2 取浓度为 20mg/L 的酚酞使用溶液 12.50mL 置于 50mL 容量瓶，用缓冲溶液稀释至刻度，取该稀释溶液 0.00mL、0.10mL、0.12mL、0.14mL、0.16mL、0.18mL、0.20mL、0.40mL、0.80mL、1.60mL，分别置于 10 支 10mL 比色管中，并用缓冲溶液稀释至刻度，制成酚酞标准系列 2（见表 2）。

表 2 酚酞标准比色系列 2

编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
酚酞浓度 (mg/L)	0.00	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09	0.10	0.20	0.40	0.80

4.3 加样要求

4.3.1 钻井液酚酞示踪剂浓度应按照 SY/T 5343—2013 中 5.1 酚酞示踪剂推荐使用浓度 50mg/L～100mg/L，计算需要加入的酚酞示踪剂的量。

4.3.2 准备酚酞示踪剂药池，接好给水管线，检查药池下端闸门是否渗漏。

4.3.3 按照 5kg/m³ 的比例向药池中加入氢氧化钠，缓慢加入清水，并不断搅拌使之完全溶解。

4.3.4 在循环钻井液时，将酚酞示踪剂溶液缓慢加入并控制其流速，当入井钻井液循环一周时，酚酞示踪剂溶液全部加完。继续循环钻井液，确保酚酞示踪剂均匀分布其中。

4.4 取样要求

4.4.1 钻井液代表样取样按照 SY/T 5343—2013 中 5.3.2 执行，各钻井取心阶段钻井液取样量均为 600mL。

4.4.2 岩样取样按照 SY/T 5343—2013 中 5.3.4 执行。

4.5 滤液的制备

4.5.1 钻井液滤液的制备：取钻井液样品 600mL，放入泥浆失水仪样品筒内，在滤液出口处放置一支 25mL 比色管，压出滤液 5mL~10mL。

4.5.2 岩样浸泡滤液的制备：选岩心中心部位岩样放入研钵中磨碎、混匀，称取 10g 左右岩样，置于 100mL 烧杯中，取缓冲溶液 20.00mL 置于烧杯，使岩样全部没入浸泡液中，并用玻璃棒搅匀，振荡 30min，静置 5min~10min 后过滤，记录岩样质量 m (g)。

4.6 示踪钻井液的检测及检查

4.6.1 钻井液酚酞示踪剂浓度的检测

4.6.1.1 取心前按照 4.5.1 规定制备钻井液滤液。

4.6.1.2 吸取 1mL 钻井液滤液置于 25mL 比色管中，并用缓冲溶液稀释至刻度。

4.6.1.3 另取一支 25mL 比色管，移入 25mL 缓冲溶液，吸取浓度为 50mg/L 的酚酞使用溶液 5mL，并向比色管中逐滴加入，当该比色管溶液颜色与 4.6.1.2 比色管溶液颜色一致时，停止加入，记录酚酞用量 V_b (mL)。

4.6.1.4 计算取心前钻井液滤液酚酞示踪剂的浓度，见公式 (1)。

$$C_s = \frac{1250 \times V_b}{25 \times V_s} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

C_s ——取心前钻井液滤液示踪剂浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

V_b ——加入的标准溶液的体积，单位为毫升 (mL)。

4.6.2 钻井液酚酞示踪剂浓度的检查

4.6.2.1 取心钻进中，按照 4.5.1 规定制备钻井液滤液。

4.6.2.2 吸取钻井液滤液 0.50mL 置于 25mL 比色管中，并用缓冲溶液稀释至刻度。

4.6.2.3 另取 25mL 比色管一支，吸取浓度为 50mg/L 的酚酞使用溶液 0.50mL 置于比色管中，用缓冲溶液稀释至刻度。

4.6.2.4 将上述步骤 4.6.2.2 与 4.6.2.3 两支比色管进行目视比色，当钻井液滤液色度低于标准使用溶液的色度时，要及时补加酚酞溶液，确保钻井液滤液酚酞示踪剂浓度不低于 50mg/L。

4.6.3 钻井液 pH 值的检查

4.6.3.1 在钻进前，钻井液 pH 值控制范围参照 SY/T 5343—2013 中 5.1 相关规定执行。

4.6.3.2 钻进过程中，对钻井液 pH 值进行不定时监测，当 pH 值低于 8.5 时，要及时加入氢氧化钠，以调整 pH 值至规定范围。

4.7 钻井液滤液酚酞示踪剂含量的测定及计算

4.7.1 按照 4.5.1 规定制备钻井液滤液，吸取钻井液滤液 2.00mL 置于 50mL 容量瓶中，并用缓冲溶液稀释至刻度，混合均匀后，吸取 5.00mL 稀释滤液置于 25mL 比色管中，以缓冲溶液稀释至刻度，摇匀静置 1min 后与 4.2.1 中酚酞标准系列进行目视比色，确定钻井液滤液稀释后酚酞的浓度 C_1 (mg/L)。

4.7.2 计算钻井液滤液酚酞的含量，见公式 (2)。

$$C = 125 \times C_1 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

C ——钻井液滤液示踪剂浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

C_1 ——相当标准溶液的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)。

4.8 岩心密闭程度检测及结果判定

4.8.1 岩心密闭程度检测

取岩样浸泡滤液 10.00mL 置于 10mL 比色管中，将其与 4.2.2 中的酚酞标准比色系列 2 进行目视比色，确定岩样浸泡滤液中酚酞示踪剂的浓度 C_2 (mg/L)。

4.8.2 结果计算

4.8.2.1 岩样中酚酞含量计算，见公式 (3)。

$$C_f = \frac{20 \times C_2}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

C_f ——岩样中酚酞的含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

C_2 ——相当标准溶液的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

m ——岩心样品的质量，单位为克 (g)。

4.8.2.2 钻井液滤液侵入岩样中的量的计算，见公式 (4)。

$$V_A = \frac{C_f}{C} \times 10^3 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

V_A ——钻井液滤液侵入岩心量，单位为毫升每千克 (mL/kg)；

C_f ——岩心中酚酞含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

C ——钻井液滤液示踪剂浓度，单位为毫克每升 (mg/L)。

4.8.3 岩心密闭性判定

密闭取心岩心密闭性的评价以钻井液滤液侵入岩心量（ V_A ）为标准：当 $V_A \leq 2.0$ mL/kg时，岩心密闭合格；当 $V_A > 2.0$ mL/kg时，岩心密闭不合格。

5 检测报告

检测报告格式见表3，检测过程中应做好并保存原始记录，原始记录格式见表4。

表 3 密闭取心岩心示踪剂酚酞检测报告

井号：

筒号	样号	井段 m	距顶 m	层位	钻井液滤液侵入 岩心量（ V_A ） mL/kg	密闭性判定结果	备注

注：密闭性评价标准为 $V_A \leq 2.0$ 时密闭合格、 $V_A > 2.0$ 时密闭不合格

分析人：

审核人：

表 4 钻井液滤液侵入岩心量测定原始记录表

井号				示踪剂		
筒号				收样时间		
加入标准溶液的体积 （ V_b ） mL				取心前钻井液滤液酚 酞含量（ C_s ） mg/L		
岩心号	岩样质量 （ m ） g	钻井液滤液比色 读数（ C_1 ） mg/L	钻井液滤液酚酞 含量（ C ） mg/L	岩样浸泡滤液比 色读数（ C_2 ） mg/L	岩样中浸入酚酞 的量（ C_f ） mg/kg	钻井液滤液侵入岩 心量（ V_A ） mL/kg

分析人：

审核人：