

ICS 75.020
E 13
备案号: 10421—2002

SY

中华人民共和国石油天然气行业标准

SY/T 5092—2002
代替 SY/T 5092—93

钻井液用磺化褐煤 (SMC)

Sulfonated lignite for drilling fluid (SMC)

2002 - 05 - 28 发布

2002 - 08 - 01 实施

国家经济贸易委员会 发 布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 要求	1
4 试验方法	1
5 检验规则	4
6 标志、包装、贮存、运输	5
7 产品质量检验单	5
附录 A（规范性附录） 钻井液用磺化褐煤 SMC 试验报告单	6
附录 B（规范性附录） 钻井液用磺化褐煤 SMC 产品质量检验单	7

前 言

本标准是对 SY/T 5092—93《钻井液用磺化褐煤》进行修订。修订后的标准与 SY/T 5092—93 的主要技术差异是改变了干基腐植酸含量测定方法（由分光光度法改为重量分析法），提高了测定的准确度。此外，修改后的标准对技术要求作了调整，将钻井液性能要求由 5 项减至 4 项，理化性能则对铬离子含量规定了上限。

本标准从实施之日起，同时代替 SY/T 5092—93。

本标准的附录 A、附录 B 是规范性附录。

本标准由石油钻井工程专业标准化委员会提出并归口。

本标准负责起草单位：四川石油管理局钻采工艺技术研究院。

本标准参加起草单位：成都川峰化学工程有限公司。

本标准主要起草人：施恩刚、兰霞、王振权、周先成、黄莉、刘登碧、黄凌。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——SY 5092—87，SY/T 5092—93。

钻井液用磺化褐煤 (SMC)

1 范围

本标准规定了钻井液用磺化褐煤的技术要求、试验方法、验收规则及标志、包装、贮存和运输。
本标准适用于水基钻井液用磺化褐煤，代号 SMC。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 16783—1997 水基钻井液现场测试程序

SY 5490—93 钻井液试验用钠膨润土

3 要求

SMC 产品应符合表 1 和表 2 规定的技术要求。

表 1 理化性能

项 目	要 求
水溶性干基腐植酸, %	≥ 50.0
干基全铬, %	1.7~2.1
水 分, %	≥ 15.0
外 观	黑褐色粉末

表 2 钻井液性能

项 目	要 求	
	常温性能	高温后性能
表观粘度, mPa·s	≤ 8	≤ 10
中压滤失量, mL	≤ 10	≤ 11
降粘率, %	≥ 75	≥ 80
1min 静切力, Pa	≤ 1	≤ 1

4 试验方法

4.1 试剂与材料

检验时限用分析纯试剂，除非另有说明。

a) 蒸馏水：三级，符合 GB/T 6682—1992 第 5 章的要求；

- b) 钠膨润土：符合 SY 5490—93 的要求；
- c) 滤纸：定量中速和 whatman50 号或同类产品；
- d) 硫酸： $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2\text{mol/L}$ 溶液；
- e) 过硫酸铵：200g/L 的溶液；
- f) 二苯胺磺酸钠指示剂：称取 0.5g 二苯胺磺酸钠溶于蒸馏水中，加蒸馏水稀释至 100mL；
- g) 硫酸亚铁铵标准溶液 [$c(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0.03\text{mol/L}$]：称取硫酸亚铁铵 12g 溶于蒸馏水中，加 15mL 浓硫酸，用蒸馏水稀释至 1000mL，临用前用 0.01mol/L 重铬酸钾标准溶液标定；
- h) 磷酸；
- i) 硝酸银：25g/L 的溶液；
- j) 盐酸：5%（体积分数）溶液。

4.2 仪器与设备

- a) 离心机：最低转速 2000r/min，离心试管容积 $\geq 100\text{mL}$ ；
- b) 恒温干燥箱：室温 $\sim 250^\circ\text{C}$ ，控温灵敏度 $\pm 2^\circ\text{C}$ ；
- c) 马福炉：高温限 $1000^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ ；
- d) 分析天平：分度值为 0.0001g；
- e) 天平：分度值为 0.1g；
- f) 滤失仪：容积为 300mL $\sim 400\text{mL}$ 、过滤面积为 $4560\text{mm}^2 \pm 60\text{mm}^2$ ；
- g) 直读式粘度计：Fann-35A 型或同类产品；
- h) 滚子炉及养护罐；
- i) 高速搅拌器：负载转速为 $11000\text{r/min} \pm 300\text{r/min}$ ，搅拌器轴装有直径为 25mm 的单个波形叶片，叶片质量 55g；带有样品杯，杯高 180mm，杯口直径 97mm，杯底直径 70mm，用不锈钢或耐腐蚀材料制成。

4.3 钻井液性能试验方法

4.3.1 基浆配制

在高速搅拌杯中加入 400mL 蒸馏水，边搅拌边缓缓加入 24.0g 钠膨润土，高速搅拌 20min，其间至少暂停 2 次，以把杯壁和叶片上的粘土加入基浆中。共配制四杯基浆，在 $24^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 下密闭养护 24h。

4.3.2 常温性能测定

取其中两份基浆高速搅拌 5min，在 $24^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 下按 GB/T 16783 的规定测定 $\Phi 600$ 和 $\Phi 100$ 值，两个平行样的 $\Phi 600$ 和 $\Phi 100$ 值应分别为 25 ~ 35 和 13 ~ 18 。

将另两份基浆，边搅拌边缓缓加入磺化褐煤 12g（以干基计），高速搅拌 20min，其间至少中断 2 次，以刮下粘附在杯壁上的试验浆，在 $24^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 条件下，按 GB/T 16783 的规定测定试验浆 $\Phi 600$ ， $\Phi 100$ 值，1min 静切力值和中压滤失量。

4.3.3 高温后性能测定

把经过常温试验后的基浆和加样的试验浆转入老化罐中，通入氮气至 1MPa，置于滚子炉中在 180°C 下滚动 16h 取出，冷却后高速搅拌 5min，在 $24^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 下，按 GB/T 16783 的规定测定 $\Phi 600$ ， $\Phi 100$ 值，1min 静切力值和中压滤失量。基浆的两个平行样的 $\Phi 600$ 和 $\Phi 100$ 值应分别为 40 ~ 52 和 22 ~ 32 。

4.3.4 计算

按式 (1)、式 (2) 和式 (3) 计算表观粘度、1min 静切力和降粘率

$$\Delta v = \frac{1}{2} \times \Phi 600 \quad \dots \dots \dots (1)$$

$$G = \frac{1}{2} \times \Phi 3 \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$D = \frac{n_0 - n_1}{n_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

AV——表观粘度, 单位为毫帕·秒 (mPa·s);

Φ600——600r/min 的读值;

Φ3——3r/min 的读值;

G——1min 静切力, 单位为帕 (Pa);

D——降粘率;

n_0 ——基浆 100r/min 的读值;

n_1 ——试验浆 100r/min 的读值。

4.4 理化性能的测定

4.4.1 外观

在自然光下用肉眼观察。

4.4.2 水分的测定

4.4.2.1 称取试样 $3g \pm 0.1g$ 放入已知质量的称量瓶中 (称准至 $0.0001g$), 于 $105^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$ 的烘箱内烘至恒重。

4.4.2.2 用质量分数表示的水分含量 X 按下式计算:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

X ——水分, 用百分数表示;

m_0 ——烘前试样质量, 单位为克 (g);

m_1 ——烘前试样质量加称量瓶质量, 单位为克 (g);

m_2 ——烘后试样质量加称量瓶质量, 单位为克 (g)。

4.4.3 干基腐植酸含量的测定

4.4.3.1 溶解: 称量 $1.0g$ 干样 (准确到 $0.0002g$), 放入 250mL 锥形瓶 A 中, 加入 100mL 水, 在沸水浴中加热 30min , 冷却至室温, 然后将试液转入离心试管中, 并以 2000r/min 转速离心 30min , 将溶液倾析到另一个 500mL 的锥形瓶 B 中, 用 200mL 水分两次洗涤不溶物。每次洗涤之后离心, 将洗涤液全部收集到锥形瓶 B 中。

4.4.3.2 沉淀: 将锥形瓶 B 溶液转入 500mL 容量瓶中, 加水至刻度, 摇均, 取 200mL 溶液到烧杯中, 加 20mL (5%) 盐酸, 使腐植酸沉淀, 离心悬浮液, 倾析上部清液。

4.4.3.3 称量: 预先将中速定量滤纸和称量瓶在 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥箱中干燥 2h , 在干燥器中冷却后称量。用滤纸过滤得到的沉淀物, 把带沉淀物的滤纸移至称量瓶中, 于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥箱中干燥 2h , 取出, 在干燥器中冷却至室温 (约 20min), 称量, 重复干燥、冷却和称量。计算腐植酸的质量 (m_1)。

4.4.3.4 灼烧: 将沉淀物连同滤纸移入已知质量的瓷坩埚中, 先在低温 ($200^\circ\text{C} \sim 250^\circ\text{C}$ 左右) 下灰化, 然后在 $600^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ 的马福炉中灼烧 1.5h , 取出坩埚, 在空气中冷却 5min 后, 再放入干燥器中冷却至室温, 称量。反复灼烧、冷却和称量。计算腐植酸灼烧残渣的质量 (m_2)。

4.4.3.5 用质量分数表示的干基腐植酸含量 Y 按下式计算:

$$Y = \frac{V}{V_1} \cdot \frac{(m_1 - m_2)}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

Y ——干基腐植酸含量，用百分数表示；

m_1 ——腐植酸的质量，单位为克（g）；

m_2 ——腐植酸灼烧残渣的质量，单位为克（g）；

V ——试样溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——测定时所取部分试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m_0 ——试样的质量，单位为克（g）。

4.4.4 干基全铬的测定

4.4.4.1 称取 $0.50\text{g} \pm 0.02\text{g}$ （称准至 0.0001g ）试样于瓷坩埚中。轻轻振动坩埚使试样摊平，将盛样的坩埚放入马福炉内，升温至 800°C ，恒温 30min ，冷却至 300°C 取出。将坩埚夹入 250mL 烧杯中，加入 25mL 硫酸溶液（ 2mol/L ）于坩埚中，用玻棒将坩埚挑起洗净取出，加入 25mL 过硫酸铵溶液（ 200g/L ）和 10mL 硝酸银溶液（ 25g/L ），加蒸馏水稀释至 150mL ，在电炉上加热至沸 10min ，取下冷却至室温。加入 10mL 磷酸，混匀。用硫酸亚铁铵标准溶液（ 0.03mol/L ）滴定至淡黄色时，加入 4 滴二苯胺磺酸钠指示剂继续滴至紫红色变绿色为终点。

4.4.4.2 用质量分数表示的干基全铬含量 Z 按下式计算：

$$Z = \frac{51.996}{3000} \times \frac{c \cdot V}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

Z ——干基全铬含量，用百分数表示；

c ——硫酸亚铁铵标准溶液浓度，单位为摩尔每升（ mol/L ）；

V ——消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积，单位为毫升（mL）；

m ——干基试样质量，单位为克（g）；

51.996—— 1mol 铬离子质量，单位为克每摩尔（ g/mol ）。

4.5 精度

各项平行测定值的绝对误差在下列规定的允差范围内时取其算术平均值。

4.5.1 理化性能平行测定允差值

- a) 水分：1.0%；
- b) 干基全铬：0.2%；
- c) 干基腐植酸：3.0%。

4.5.2 试验浆性能平行测定允差值（高温养护前/高温养护后）

- a) 100r/min 读值：1.0/1.0；
- b) 表观粘度： $0.5\text{mPa}\cdot\text{s}/1.0\text{mPa}\cdot\text{s}$ 。

4.6 试验报告单

该产品的试验报告单格式见附录 A。

5 检验规则

5.1 生产厂应按本标准对产品进行检验，合格后应附有产品质量检验单方能出厂。

5.2 每批（以 40t 为上限）袋装磺化褐煤应根据堆码高度、形状和数量，在其每一面上按“米”字形确定抽样点，每批不得少于 15 个点，用抽样器插入不同深度抽样，每袋抽样约 80g 。

5.3 将采集的试样充分混合，用四分法缩分为两份，每份重约 400g ，分别装入洁净干燥的密封容器中，贴上标签，注明产品名称、生产厂家、批号、抽样日期、抽样人，一份送交检验，一份保留三个月以备仲裁。

5.4 抽样和检验工作应在供需双方签订合同规定期限内完成。当产品有某项指标不符合本标准规定

的技术要求时，应加倍抽样；复检若仍不合格，需方应在规定期限内向供方提出报告。

5.5 供需双方发生质量异议需要仲裁，应按国家标准局国标发〔1985〕035号《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定仲裁，仲裁时应按照本标准规定的检验方法进行仲裁。

6 标志、包装、贮存、运输

6.1 标志

包装外层应印有产品标准编号、产品名称、净含量、生产厂名称、生产厂址、商标和防潮标志。

每批出厂的产品应附有质量合格证，内容包括：产品名称、批号、生产班组、生产日期和检验员号（姓名）。

6.2 包装

包装袋内层用塑料薄膜袋密封，外层用含塑料纺织袋的牛皮纸复合袋封装。

每袋净含量为 25kg，允许差值为 0.5kg，随机抽检 50 袋，其平均值应不少于 25kg。

6.3 贮存和运输

在贮存和运输过程中，应防潮、防晒、防破裂。

产品有效期为两年（以出厂日期为准）。

7 产品质量检验单

每批产品应附产品质量检验单，其格式见附录 B。

附 录 A

(规范性附录)

钻井液用磺化褐煤 SMC 试验报告单

委托单位：_____
 报告编号：_____
 试样编号：_____
 收样日期：____年__月__日
 生产厂名：_____
 试验日期：____年__月__日
 抽（送）样日期：____年__月__日
 抽（送）样人：_____

钻井液性能

项 目	常 温		高 温	
	要 求	测 定 值	要 求	测 定 值
表观粘度, mPa·s	≤8		≤10	
中压滤失量, mL	≤10		≤11	
降粘率, %	≥75		≥80	

理化性能

项 目	要 求	测 定 值
水分, %	≤15.0	
水溶性干基腐植酸, %	≥50.0	
干基全铬, %	1.7~2.1	
外观	黑褐色粉末	

批准：_____
 审核：_____
 主检：_____

____年__月__日

附 录 B
(规范性附录)

钻井液用磺化褐煤 SMC 产品质量检验单

发往单位:

合 同 号:

数 量:

运输方式:

出厂批号:

生产厂名:

产品标准:

项 目		要 求	结 果
外观		黑褐色粉末	
水分, %		≤ 15.0	
干基全铬, %		1.7~2.1	
水溶性干基腐植酸, %		≥ 50.0	
降粘率, %	常温	≥ 75	
	高温	≥ 80	
表观粘度, mPa·s	常温	≤ 8	
	高温	≤ 10	
中压滤失量, mL	常温	≤ 10	
	高温	≤ 11	

结论:

批准:

审核:

主检:

年 月 日