

悬浮物固体含量实验提高大量滤膜预处理建议总结

肖 霄 赵颖慧 吴晓晓 李 娟 (冀东油田开发技术公司, 河北 唐山 063000)

摘 要: 注水水质悬浮物固体含量测定实验前期大量滤膜预处理制备过程中需要注意的几项内容。虽然说此实验项目简单,但是操作步骤多,且各环节联系紧密,有一项环节出问题,如前期滤膜预处理不到位就直接会影响后期实验的准确性、精密性乃至可比性的大大降低,为了避免实验结果的偏差,确保实验数据的准确度,所以就必须要从实验准备工作的第一步——滤膜预处理的各环节点滴细节入手,用大量实验数据对比的方法,排查出最佳的方案,使得其在提高工作质量的基础上,能更好的实现工作减负,提高工作效率且降低损耗、节约实验耗材,真正实现企业“提质改革,降本增效”的奋斗目标。

关键词: 悬浮物; 滤膜预处理; 提高效率; 节约成本

1 引言

测定水中悬浮固体的方法很多,实验室通常采用重量法,重量法测定水中悬浮物实际是一种条件实验。实验原理是:水样通过已称至恒重的滤膜,根据过滤水的体积和滤膜的增重计算水中悬浮物固体的含量。该方法测量准确,并且操作简单,但测定条件要求严格。滤膜的前期制备恒重及空白对悬浮物的测定也是非常重要的,它的准确度会影响实验的最终结果。在确保实验的准确性和精度的前提下关口前移,从准备工作开始着手,对比每一项工作细节,多次试验对比数据,从中发现一些在制备细节过程中的方法和经验,从而能够实现真真的减少了工作量,节约了大量时间,提高了工作效率和实验数据的精准度。下面就是大量滤膜预处理过程中的几点经验和方法。

常见的微孔滤膜的材质

材质	性能
醋酸纤维素	耐油类、醇类、适合于除菌过滤,可热压消毒
混合纤维素	耐稀酸、稀碱,不耐油基溶液、强酸、强碱,适合于水溶液、油类的过滤。
聚乙烯	耐酸、碱、溶剂,不耐温
聚四氟乙烯	耐酸、碱、溶剂,耐温
硝酸纤维素	耐烃类、除氯甲烷外的氯化烃,适合于水溶液、油类等。

SY/T5329-2012《碎屑岩油藏注水水质指标及分析方法》实验室采用的滤膜为混合纤维素成分的进口滤膜。

滤膜的恒重及空白对悬浮物测定的准确度是相当重要的。一方面,滤膜本身是由有机材料制做而成的,其中残留有部分的有机溶剂是需彻底将其挥发掉的;另一方面,成品的滤膜表面有滑粉类的粉状物和滤膜碎片,这都是在滤膜的生产过程中产生的,这些物质一部分可以在滤膜恒重过程中慢慢的挥发掉,但是这样会使滤膜的恒重次数要相当多,随着滤膜烘干的次数越多,滤膜的柔韧性就会变差,容易破损断裂和变形,就会给后期的实验带来不确定性(由滤膜拿取时破损、抽滤时断裂等所致的重复试验),往往由于滤膜变脆等问题,试验被迫失败中止,为此同样的准备工作和试验工作就必须会要从头来做,这样势必就实实在在的增加了实验人员的工作量,同时滤膜的破损率偏高就意味着生产成本的增加。根据 SY/T5329-2012《碎屑岩油藏注水水质指标及分析方法》的方法要求滤膜在蒸馏水中浸泡 30min。同时记录时间,还是因为滤膜量大的原因,在经过多人的反复试验摸索后,我们发现要想提高

大量滤膜的恒定速度,就要延长蒸馏水浸泡滤膜的时间,以 50 张为例滤膜浸泡的最佳时间是 2h,同时在浸泡过程的中间还要再换水 1-2 次,进一步去除残留杂质和粉末以及滤膜中的水溶性物质,浸泡结束后还要对每张滤膜进行蒸馏水冲洗 3-4 次总用水量控制在 100mL,确保去除水溶性物质,避免对后期实验造成误差。

将浸泡时间调整为 2h,冲洗,烘干,恒重的方法制备空白滤膜。考察滤膜质量达到恒定的次数。

第二步就是烘干。严格按照 SY/T5329-2012《碎屑岩油藏注水水质指标及分析方法》的方法要求进行烘干滤膜,在不改变烘干温度的前提下适当延长烘干时间。分析方法要求浸泡过的滤膜在 90℃ 的恒温干燥箱中烘干 30min,我们经过实验发现大量浸泡完的滤膜同一时间放入 90℃ 的恒温干燥箱内 30min 是不能使滤膜完全干燥的,所以在滤膜量大的情况下就要延长烘干时间,从标准要求的 30min 逐渐延长,最终我们确定的 1 次烘干时间在 2-3h (视环境湿度),冷却至室温 (视环境温度和滤膜量而定,约需 30-40min) 后称量,再烘干 1h。冷却、称量直至恒重,通过我们多次试验两次烘干称重滤膜的恒重率都在 85% 以上,完好使用率在 95% 以上。在同时大量制备空白滤膜的前提下,延长烘干时间的两次称量的恒重率和完好率都远远高于分析方法要求的,对比以实验标准方法进行大量制备空白滤膜的数据来看,因为每次烘干时间相对较短,多出现滤膜干燥程度不一,以致烘干次数加多,冷却次数增多,多次恒重困难,最终恒中率不足 70%,也由于烘干次数过多,滤膜柔韧性差,所以滤膜的完好率会更低,最终符合标准可以使用的空白滤膜不足 50%。从提高效率,降低成本的目标来说此方法不占优势。改进方法我们可以大大提高劳动效率,节约材料,降低成本。在烘干细节上需要注意的是:滤膜在放入恒温干燥箱内时一定要避免相互之间的叠压,使得滤膜能够干燥均匀;避免滤膜过于贴近发热装置,以防止滤膜过热引发着火;同时要避免过长时间的烘烤,因为过长时间的烘烤虽然易达到恒重,但是会使滤膜烤焦,使滤膜成分发生变化,从而引起重量的改变。另外前后称量滤膜烘干要用同一烘箱;滤膜每次烘干放入烘箱位置大概相同。

在冷却细节上需要注意的是:SY/T5329-2012《碎屑岩油藏注水水质指标及分析方法》的方法要(下转第 246 页)

2 技术对策

因为使钻井液保持碱性的无机离子除了 OH^- 根外, 还可能含有 CO_3^{2-} 和 HCO_3^- 等离子, 而 pH 值并不能完全反映钻井液中这些离子的种类和质量浓度。因此在实际应用中, 除使用 pH 值外, 还常使用碱度来表示钻井液的酸碱性。

碱度是指溶液或悬浮体对酸的中和效果, 为了建立统一的标准, API 采用酚酞和甲基橙两种指示剂来评估钻井液及其滤液碱性的。钻井液及滤液的酚酞碱度分别运用符号 P_m 和 P_f 呈现。钻井液及滤液的甲基橙碱度分别用符号 M_m 和 M_f 呈现。

按 API 推荐的试验方法, 要求对 P_m 、 P_f 和 M_f 分别进行测定。并规定, 以上三种碱度的值, 均以滴定 1mL 样品所需 0.02N (0.01m) H_2SO_4 的毫升数来表示。由测出的 P_f 和 M_f 可计算出钻井液滤液中 OH^- 、 CO_3^{2-} 和 HCO_3^- 的浓度。见下表。

表 3 P_f 、 M_f 值与离子浓度之间的关系

条件	$[\text{OH}^-]/\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	$[\text{CO}_3^{2-}]/\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$	$[\text{HCO}_3^-]/\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$
$P_f=0$	0	0	$1220M_f$
$2P_f < M_f$	0	$1220P_f$	$1220(M_f - 2P_f)$
$2P_f = M_f$	0	$1220P_f$	0
$2P_f > M_f$	$340(2P_f - M_f)$	$1220(M_f - P_f)$	0
$P_f = M_f$	$340M_f$	0	0

在钻井液中 CO_3^{2-} 和 HCO_3^- 均为有害离子, 它们会影响钻井液的流变和降滤失效果, 因此就尽量予以清除。用 M_f 与 P_f 的比值可相对表示它们的污染程度。当 $M_f/P_f=3$ 时, 表示 CO_3^{2-} 浓度较高, 即已出现 CO_3^{2-} 污染; 如果 $M_f/P_f \geq 5$, 则为严重的 CO_3^{2-} 污染。根据其污染程度, 可采取相应的处理措施。

2.1 $\text{CO}_3^{2-}/\text{HCO}_3^-$ 的源头及其污染情况

钻井液中碳酸根和碳酸氢根的源头主要有以下几个方面:

处理钙或水泥污染时处理数值较大; 从地层气、配浆泵和灌注泵融入钻井液的 CO_2 气的累积; 有机化合物如铁络盐、木质素等在高温时的热降解; 钻井液用水中蕴含高浓度的碳酸根离子。

在施工过程中, 当发生以下情况时, 证实水基钻井液有可能遭到了 $\text{CO}_3^{2-}/\text{HCO}_3^-$ 的污染: ①钻井液的颜色出现改变, 发灰、发黑; ②钻井液的黏度和切力提高、流变性较低、触变性增强; ③钻井液的滤失量递增, 泥饼虚厚, 并且添加降滤失剂处理无效; ④泥浆起泡, 且消泡困难; ⑤ pH 值无法稳定, 容易减少^[3]。

(上接第 244 页) 求中要求冷却至室温后称量, 但没有具体要求冷却时间的规定。冷却时间与周围环境温度和干燥器内滤膜数量有关。当滤膜放满干燥器或超过 2/3 干燥器容积时, 滤膜不可能在 30min 内冷却至室温。所以滤膜在干燥器内冷却时只应放慢干燥器容积的 1/3, 冷却时间以 30min 为宜。滤膜的前后几次冷却时间要一至。

2 结论

重量法的水中悬浮物固体含量的测定原理虽然说是非常的简单, 但是实际需要操作的步骤很多, 所以影响因素

2.2 $\text{CO}_3^{2-}/\text{HCO}_3^-$ 污染处理的常用方法

一旦表明钻井液流变性和滤失量把持难题是由于 $\text{CO}_3^{2-}/\text{HCO}_3^-$ 的污染所导致的, 可通过加石灰、石膏、氯化钙等方式供给 Ca^{2+} ; 或者直接采用含 Ca^{2+} 的钙基钻井液; 一旦采用石膏提供 Ca^{2+} , 务必同时添加烧碱提高钻井液的 pH 值, 使 HCO_3^- 转变为 CO_3^{2-} , 若使用 CaCl_2 提供 Ca^{2+} 也要这般。这一方式由于存在操作困难, 现场运用较少。在现场处理过程中, 通常运用加熟石灰 (CaO) 的方式, 运用其与水反应构成的 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 提供 Ca^{2+} , 在碱性因素下与钻井液滤液中的 CO_3^{2-} 生成 CaCO_3 沉淀, 该处理方式直接, 且十分有效; 需要注意的是, 在了解到钻井液流变性较差、滤失量大且处理艰难时, 应当落实综合的常规性能和滤液剖析实验, 只有在判断正确的状况下, 添加石灰才能取得突出的效果, 不然将会适得其反, 引起人为的 Ca^{2+} 污染问题出现。一般判断不合理, 添加石灰会导致水基钻井液出现絮凝, 导致钻井液黏度和滤失量的提高, 引起钻井液性能恶化^[4]。

3 结论

大多数钻井液的 pH 值要求控制在 8~11 之间, 即维持一个较弱的碱性环境; 钻井液的 pH 值受阳离子交换吸附、温度、压力、盐类等的作用而改变, 在钻进过程中为有效预防 pH 值突变和 $\text{CO}_3^{2-}/\text{HCO}_3^-$ 的污染, 应把 pH 值和碱度参数作为一个常规性能来检测; 在了解到钻井液流变性较差、滤失量大且处理艰难时, 应当落实综合的常规性能与滤液剖析试验, 只有在判断合理的状况下, 添加石灰才能够获得突出的效果, 不然容易引起负面影响, 致使人为的 Ca^{2+} 污染出现。一旦判断不合理, 添加石灰会导致水基钻井液存在絮凝, 使得钻井液黏度和滤失量的提高, 促使钻井液性能恶化。

参考文献:

- [1] 郝捷年. 钻井液工艺学 [M]. 石油大学出版社, 2001:8-10.
- [2] 马运庆, 王伟忠, 杨俊贞等. 浅谈钻井液 pH 值对处理剂的影响 [J]. 钻井液与完井液, 2008, 25(3):77-78.
- [3] 周光正, 王伟忠, 穆剑雷等. 钻井液受碳酸根 / 碳酸氢根污染的探讨 [J]. 钻井液与完井液, 2010, 27(6):42-45.
- [4] 李敏. 浅谈碳酸根、碳酸氢根污染及对策 [J]. 西部探矿工程, 2011(2):87-90.

作者简介:

陈胜, 工程师, 2009 年毕业于原大庆石油学院, 现从事钻井液技术工作。

相应就会增加。以上我们交流了水中悬浮物固体检测项目中大量快速滤膜的制备和预处理的几点经验和常见的注意事项。只有严格把控实验要求的每项操作, 得出的监测数据才能符合代表性、准确性、精密性和可比性。

参考文献:

- [1] 吴国强, 郭一令. 悬浮物测定时应注意的问题 [J]. 山西建筑, 2007, 33(22):17-18.
- [2] 张晶华, 崔晓宁. 提高悬浮物测定准确度的探讨 [J]. 计量与测试技术, 2005, 32(7):30-31.