

DIN EN ISO 10414-1

ICS 75.180.10

**Erdöl- und Erdgasindustrie –
Feldprüfung von Bohrspülungen –
Teil 1: Flüssigkeiten auf Wasserbasis (ISO 10414-1:2008);
Deutsche Fassung EN ISO 10414-1:2008**

Petroleum and natural gas industries –
Field testing of drilling fluids –
Part 1: Water-based fluids (ISO 10414-1:2008);
German version EN ISO 10414-1:2008

Industries du pétrole et du gaz naturel –
Essais in situ des fluides de forage –
Partie 1: Fluides aqueux (ISO 10414-1:2008);
Version allemande EN ISO 10414-1:2008

Gesamtumfang 106 Seiten

Normenausschuss Erdöl- und Erdgasgewinnung (NÖG) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 10414-1:2008) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 12 „Materialien, Ausrüstungen und Offshore-Bauwerke für die Erdöl-, petrochemische und Erdgasindustrie“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird. Es handelt sich dabei um die unveränderte Übernahme von ISO 10414-1:2008, erarbeitet von ISO/TC 67 „Materials, equipment and offshore structures for petroleum, petrochemical and natural gas industries“, Subkomitee SC 3 „Drilling and completion fluids, and well cements“.

Für Deutschland hat hieran der Arbeitskreis NA 109-00-01-03 AK „Bohrspülung und Zemente“ — Spiegelausschuss zu ISO/TC 67/SC 3“ im Normenausschuss Erdöl- und Erdgasgewinnung (NÖG) mitgearbeitet.

Diese Norm enthält neben den gesetzlichen Einheiten auch die Einheiten „atm“, „bbl“, „cP“, „°F“, „ft“, „gal“, „in“, „lb“, „lb/ft²“, „lb/ft³“, „lb/gal“, „lbf“, „psi“ und „quart“, die im Deutschen Normenwerk nicht zugelassen sind. Es wird jedoch ausdrücklich darauf hingewiesen, dass die Anwendung dieser Einheiten im nationalen amtlichen und geschäftlichen Verkehr aufgrund des Gesetzes über Einheiten im Messwesen nicht zulässig ist.

Umrechnung:

Nicht-SI-Einheit	SI-Einheit	Umrechnung
atm	Pa	1 atm = 1,013 25 · 10 ⁵ Pa
bbl	dm ³	1 bbl = 158,987 dm ³
cP	mPa · s	1 cP = 1 mPa · s
°F	°C	°C = [(5/9) · (°F – 32)]
ft	m	1 ft = 0,304 8 m
gal (gallon)	l	1 gal = 3,785 l
in (inch)	mm	1 inch = 25,4 mm
lb (pound)	kg	1 lb = 0,453 592 37 kg
lb/ft ²	kg/m ²	1 lb/ft ² = 4,882 kg/m ²
lb/ft ³	kg/m ³	1 lb/ft ³ = 16,03 kg/m ³
lb/gal	kg/m ³	1 lb/gal = 119,8 kg/dm ³
lbf	N	1 lbf = 4,448 222 N
psi	kPa	1 psi = 6,894 757 kPa
quart	l	1 quart = 0,946 l

Deutsche Fassung

Erdöl- und Erdgasindustrie —
Feldprüfung von Bohrspülungen —
Teil 1: Flüssigkeiten auf Wasserbasis
(ISO 10414-1:2008)

Petroleum and natural gas industries —
Field testing of drilling fluids —
Part 1: Water-based fluids
(ISO 10414-1:2008)

Industries du pétrole et du gaz naturel —
Essais in situ des fluides de forage —
Partie 1: Fluides aqueux
(ISO 10414-1:2008)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 23. Oktober 2008 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B- 1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Begriffe	7
3 Symbole und Abkürzungen	7
3.1 Symbole	7
3.2 Abkürzungen	10
4 Dichte der Bohrspülung (Spülungsgewicht)	11
4.1 Prinzip	11
4.2 Prüfeinrichtungen	11
4.3 Verfahren	11
4.4 Berechnung	12
5 Alternative Verfahren zur Bestimmung der Dichte der Bohrspülung	14
5.1 Prinzip	14
5.2 Prüfeinrichtungen	14
5.3 Verfahren	14
5.4 Berechnung	15
6 Viskosität und Gelstärke	15
6.1 Prinzip	15
6.2 Bestimmung der Viskosität mit dem Marsh-Trichter	15
6.3 Bestimmung von Viskosität und/oder Gelstärke mit einem Viskosimeter mit Direktanzeige	16
7 Filtrierung	18
7.1 Prinzip	18
7.2 Prüfung bei niedrigem Druck/niedriger Temperatur	19
7.3 Prüfung bei hohem Druck/hoher Temperatur (HTHP-Prüfung)	20
8 Wasser-, Öl- und Feststoffgehalt	24
8.1 Prinzip	24
8.2 Prüfeinrichtungen	24
8.3 Verfahren	25
8.4 Berechnung	26
9 Sandgehalt.....	28
9.1 Prinzip	28
9.2 Prüfeinrichtungen	28
9.3 Verfahren	29
10 Methylenblaukapazität	29
10.1 Prinzip	29
10.2 Reagenzien und Prüfeinrichtungen	29
10.3 Verfahren	30
10.4 Berechnung	32
11 pH-Wert	32
11.1 Prinzip	32
11.2 Reagenzien und Prüfeinrichtungen	33
11.3 Durchführung der pH-Wert-Messung	34
11.4 Behandlung der Elektrode	35

12	Alkalität und Kalkgehalt.....	36
12.1	Prinzip.....	36
12.2	Reagenzien und Prüfeinrichtungen.....	36
12.3	Prüfung — Bestimmung der Alkalität des Filtrats mit Phenolphthalein und Methylorange	37
12.4	Prüfung — Bestimmung der Alkalität der Bohrspülung mit Phenolphthalein.....	37
12.5	Berechnung der Ionenkonzentrationen aus P_f und M_f	38
12.6	Bestimmung des Kalkgehalts	38
13	Chloridionengehalt.....	39
13.1	Prinzip.....	39
13.2	Reagenzien und Prüfeinrichtungen.....	39
13.3	Verfahren.....	39
13.4	Berechnung.....	40
14	Gesamthärte als Calciumhärte.....	40
14.1	Prinzip.....	40
14.2	Reagenzien und Prüfeinrichtungen.....	40
14.3	Verfahren.....	41
14.4	Berechnung.....	42
Anhang A (informativ)	Chemische Analyse von Bohrspülungen auf Wasserbasis.....	43
Anhang B (informativ)	Scherfestigkeitsmessung mit dem Shearometer.....	61
Anhang C (informativ)	Formationswiderstand.....	63
Anhang D (informativ)	Entfernen von Luft oder Gas vor der Prüfung.....	65
Anhang E (informativ)	Bohrgestänge-Korrosionsprüfringe	66
Anhang F (informativ)	Probenahme, Inspektion und Zurückweisung.....	70
Anhang G (informativ)	Vorort-Probenahme	72
Anhang H (informativ)	Kalibrierung und Verifizierung für Glasgeräte, Thermometer, Viskosimeter, Becher des Retorten-Kits und Spülungswaagen.....	75
Anhang I (normativ)	Filtrationsprüfung von Bohrspülungen auf Wasserbasis bei hohen Temperaturen/Drücken mit einem Permeameter (Permeabilitätsmessgerät (PPA), mit durch Gewindestifte gesicherten Abdeckkappen.....	80
Anhang J (normativ)	Filtrationsprüfung von Bohrspülungen auf Wasserbasis bei hohen Temperaturen/Drücken mit einem Permeabilitätsmessgerät (PPA), mit Gewindeabdeckkappen.....	92
Anhang K (informativ)	Formular für den Prüfbericht für Bohrspülungen auf Wasserbasis	103
Literaturhinweise.....		104

Vorwort

Der Text von ISO 10414-1:2008 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 67 „Materials, equipment and offshore structures for petroleum, petrochemical and natural gas industries“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und als EN ISO 10414-1:2008 durch das Technische Komitee CEN/TC 12 „Verfahrenstechnische Anlagen“ übernommen, dessen Sekretariat vom AFNOR gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Mai 2009, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Mai 2009 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 10414-1:2008 wurde vom CEN als EN ISO 10414-1:2008 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Dieser Teil der ISO 10414 basiert auf der 3. Ausgabe der API RP 13B-1 vom Dezember 2003 [2] und ISO 10414 (alle Teile) [6].

Die Anhänge A bis H und K dieses Teil von ISO 10414 dienen nur zur Information. Die Anhänge I und J sind normativ.

In diesem Teil von ISO 10414 werden, wenn durchführbar, die im amerikanischen Sprachraum üblichen Einheiten (USC-Einheiten) zur Information in Klammern angegeben.

GEFAHR — Wie bei allen Laboratoriumsarbeiten, bei denen die Anwendung potenziell gefährlicher Chemikalien unbedingt erforderlich ist, wird erwartet, dass der Anwender entsprechende Kenntnisse hat und für Anwendung und Entsorgung dieser Chemikalien in geeigneter Weise geschult wurde. Der Anwender ist verantwortlich für die Erfüllung aller zutreffenden örtlichen, regionalen und nationalen Anforderungen an das Personal und für die Einhaltung der örtlichen Gesundheits-, Sicherheits- und Umweltschutzmaßnahmen.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 10414 legt Standardverfahren zur Bestimmung der folgenden Kennwerte für Bohrspülungen auf Wasserbasis fest:

- a) Dichte der Bohrspülung (Spülgewicht);
- b) Viskosität und Gelstärke;
- c) Filtration;
- d) Wasser-, Öl- und Feststoffgehalt;
- e) Sandgehalt;
- f) Methylenblaukapazität;
- g) pH-Wert;
- h) Alkalität und Kalkgehalt;
- i) Chloridgehalt;
- j) Gesamthärte, angegeben als die durch Calcium bedingte Härte.

In den Anhängen A bis einschließlich K werden weitere anwendbare Prüfverfahren festgelegt:

- chemische Analyse von Calcium, Magnesium, Calciumsulfat, Sulfid, Carbonat und Kalium;
- Bestimmung der Scherfestigkeit;
- Bestimmung des spezifischen Widerstands;
- Ablassen von Luft;
- Überwachung der Korrosion des Bohrgestänges;
- Probenahme, Inspektion und Zurückweisung;
- Probenahme auf der Bohranlage;
- Kalibrierung und Verifizierung von Glasgeräten, Thermometern, Viskosimetern, Bechern des Retorten-Bausatzes und Waagen für die Bohrspülung;
- Prüfung der Permeabilitätsblockierung bei hoher Temperatur und hohem Druck unter Anwendung von zwei Arten von Prüfapparaturen;
- Beispiel für ein Formular für die Feldprüfung von Bohrspülung auf Wasserbasis.

2 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

2.1

Analysenreinheit nach ACS

Chemikalien, die den von der American Chemical Society (ACS) festgelegten Reinheitsstandards entsprechen

2.2

Darcy

Permeabilität (Durchlässigkeit) eines porösen Mediums, wobei ein Darcy der Strömung einer einphasigen Flüssigkeit mit einer Viskosität von 1 cP entspricht, die alle Hohlräume des porösen Mediums vollständig füllt und unter viskosen Strömungsbedingungen mit einer Strömungsrate von $1 \text{ ml} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$ Querschnittsfläche und unter einem Druck oder einem entsprechenden hydraulischen Gradienten von $1 \text{ atm} \cdot \text{cm}^{-1}$ durch das Medium strömt

ANMERKUNG 1 cP = 1 mPa·s.

2.3

vierteln, vierteilen

Mischen und Teilen in vier Proben, um die Homogenität der Proben sicherzustellen

2.4

Filtrationsverlust

Flüssigkeitsvolumen, das durch das Filtriermittel durchgeht, bevor sich ein Filterkuchen gebildet hat

2.5

Probenahme mit Rohrsonde

Verfahren der Entnahme von pulverförmigen Proben aus einem Sack oder Silo mittels eines Ausstechzylinders, der in die Probe hineingestoßen, verschlossen und herausgezogen wird

3 Symbole und Abkürzungen

3.1 Symbole

ANMERKUNG Der Index „A“ für ein Symbol bezeichnet metrische Einheiten. Der Index „B“ für ein Symbol steht für die Einheiten, die im amerikanischen Sprachraum (USC) gebräuchlich sind.

A_A	Fläche, in Quadratzentimeter
A_B	Fläche, in Quadratzoll
$c_{b,A}$	Konzentration des Beschwerungsmaterials, in Kilogramm je Kubikmeter
$c_{b,B}$	Konzentration des Beschwerungsmaterials, in Pound je Barrel
$c_{Ca,A}$	Konzentration der Calciumionen, in Milligramm je Liter
$c_{Ca,B}$	Konzentration der Calciumionen, in Masseteilen je 1 Million (USC)
$c_{Ca+Mg,A}$	Konzentration der Calcium- und Magnesiumionen (Gesamthärte), in Milligramm je Liter
$c_{Ca+Mg,B}$	Konzentration der Calcium- und Magnesiumionen (Gesamthärte), in Masseteilen je 1 Million (USC)
$c_{CaSO_4,A}$	Konzentration des Calciumsulfats, in Milligramm je Liter
$c_{CaSO_4,B}$	Konzentration des Calciumsulfats, in Masseteilen je 1 Million (USC)

$c_{\text{CO}_2+\text{CO}_3+\text{HCO}_3,\text{A}}$	Konzentration der gesamten löslichen Carbonate, in Milligramm je Liter
$c_{\text{CO}_2+\text{CO}_3+\text{HCO}_3,\text{B}}$	Konzentration der gesamten löslichen Carbonate, in Masseteilen je 1 Million (USC)
$c_{\text{Cl},\text{A}}$	Konzentration der Chloridionen, in Milligramm je Liter
$c_{\text{Cl},\text{B}}$	Konzentration der Chloridionen, in Masseteilen je 1 Million (USC)
$c_{\text{ex-CaSO}_4,\text{A}}$	Konzentration des überschüssigen, ungelösten Calciumsulfats, in Milligramm je Liter
$c_{\text{ex-CaSO}_4,\text{B}}$	Konzentration des überschüssigen, ungelösten Calciumsulfats, in Masseteilen je 1 Million (USC)
$c_{\text{f,KCl},\text{A}}$	Konzentration des Kaliumchlorids im Filtrat, in Milligramm je Liter
$c_{\text{f,KCl},\text{B}}$	Konzentration des Kaliumchlorids im Filtrat, in Masseteilen je 1 Million (USC)
$c_{\text{K},\text{A}}$	Konzentration der Kaliumionen, in Milligramm je Liter
$c_{\text{K},\text{B}}$	Konzentration der Kaliumionen, in Masseteilen je 1 Million (USC)
$c_{\text{KCl},\text{A}}$	Konzentration des Kaliumchlorids, in Milligramm je Liter
$c_{\text{KCl},\text{B}}$	Konzentration des Kaliumchlorids, in Masseteilen je 1 Million (USC)
$c_{\text{lg},\text{A}}$	Konzentration der Leicht-Feststoffe, in Kilogramm je Kubikmeter
$c_{\text{lg},\text{B}}$	Konzentration der Leicht-Feststoffe, in Pound je Barrel
$c_{\text{Kalk},\text{A}}$	Kalkgehalt der Bohrspülung, in Kilogramm je Kubikmeter
$c_{\text{Kalk},\text{B}}$	Kalkgehalt der Bohrspülung, in Pound je Barrel
$c_{\text{NaCl},\text{A}}$	Konzentration des Natriumchlorids, in Milligramm je Liter
$c_{\text{NaCl},\text{B}}$	Konzentration des Natriumchlorids, in Masseteilen je 1 Million (USC)
$c_{\text{S},\text{A}}$	Konzentration der Sulfidionen, in Milligramm je Liter
$c_{\text{S},\text{B}}$	Konzentration der Sulfidionen, in Masseteilen je 1 Million (USC)
$c_{\text{SS},\text{A}}$	Konzentration der suspendierten Feststoffe, in Kilogramm je Kubikmeter
$c_{\text{SS},\text{B}}$	Konzentration der suspendierten Feststoffe, in Pound je Barrel
c_{MBT}	Methylenblaukapazität
c_{th}	Thermometerkorrektur, die zu der am Arbeitsthermometer abgelesenen Temperatur zu addieren ist
D	Außendurchmesser
$E_{\text{BE},\text{A}}$	Bentonitäquivalent, in Kilogramm je Kubikmeter
$E_{\text{BE},\text{B}}$	Bentonitäquivalent, in Pound je Barrel
f	Rohrfaktor, entweder aus Tabelle A.1 oder aus Tabelle A.2, für Sulfid oder Carbonat
F_{W}	(Volumen-)Anteil des Wassers
k_{cor}	Korrekturfaktor
K	Zellenkonstante, in Quadratmeter je Meter
l_{A}	Eingetauchte Länge des Scherrohrs, in Zentimeter
l_{B}	Eingetauchte Länge des Scherrohrs, in Zoll
l_{st}	Eingefärbte Länge des Dräger-Röhrchens
m_{ds}	Masse der getrockneten Probe, in Gramm
m_{S}	Masse des Methylenblaus, in Gramm
m_{st}	Masse des Scherrohrs, in Gramm
m_{tot}	Gesamte Schermasse (Summe der Plattform und der Gewichte), in Gramm

m_W	Masse des Wassers, in Gramm
Δm	Masseverlust, in Milligramm
M_f	Methylorange-Alkalität des Filtrats
P_{df}	Phenolphthalein-Alkalität der Bohrflüssigkeit
P_f	Phenolphthalein-Alkalität des Filtrats
q_A	Abtragsrate (Korrosionsgeschwindigkeit), in Kilogramm je Quadratmeter und je Jahr
q_B	Abtragsrate (Korrosionsgeschwindigkeit), in Pounds je Quadratfuß und je Jahr
r_{df}	Spezifischer Widerstand der Bohrspülung, in Ohmmeter
r_f	Spezifischer Widerstand des Filtrats, in Ohmmeter
$R_{QAS/STPB}$	Verhältnis der QAS-Konzentration zur STPB-Konzentration
R_r	Ohmmeter-Ablesung, in Ohm
R_1	Mittlere Ablesung am Standard-Thermometer
R_2	Mittlere Ablesung am Arbeitsthermometer
$R_{2,cor}$	Korrigierte Ablesung am Arbeitsthermometer
R_{300}	Ablesung der Viskosimeteranzeige bei 300 min^{-1}
R_{600}	Ablesung der Viskosimeteranzeige bei 600 min^{-1}
t	Beanspruchungsdauer, in Stunden
$t_{7,5}$	Anfangsablesung nach 7,5 min
t_{30}	Endablesung nach 30 min
V_{df}	Volumen der Bohrspülungsprobe, in Milliliter
V_{EDTA}	Volumen der EDTA-Lösung, in Milliliter
$V_{EDTA,df}$	EDTA-Volumen der gesamten Bohrspülung
$V_{EDTA,f}$	EDTA-Volumen des Bohrspülungsfiltrats
V_f	Volumen des Filtrats, in Milliliter
V_{mb}	Volumen der Methylenblaulösung, in Milliliter
V_o	Volumen des Öls, in Milliliter
V_{PPT}	PPT-Volumen, in Milliliter
V_{RC}	Volumen des Retorten-Behälters, in Milliliter
V_s	Volumen der Probe, in Milliliter
V_{sn}	Volumen der Silbernitratlösung, in Milliliter
V_W	Volumen des Wassers, in Milliliter
V_1	Filtrationsverlust, in Milliliter
$V_{7,5}$	Filtratvolumen nach 7,5 min, in Milliliter
V_{30}	Filtratvolumen nach 30 min, in Milliliter
v_{st}	Statische Filtrationsrate (Strömungsgeschwindigkeit), Milliliter je Wurzel aus den Minuten, in Milliliter je Minute
$Y_{P,A}$	Fließgrenze, in Pascal
$Y_{P,B}$	Fließgrenze, in Pound je 100 Quadratfuß
γ_A	Scherfestigkeit, in Pascal

γ_B	Scherfestigkeit, in pound je 100 square feet (Pound je 100 Quadratfuß)
$\Gamma_{DFG,A}$	Gradient der Bohrspülung, in Kilopascal je Meter
$\Gamma_{DFG,B}$	Gradient der Bohrspülung, in Pound je Quadratzoll und je Fuß
η_a	Scheinbare Viskosität, in Millipascalsekunden
$\eta_{p,A}$	Plastische Viskosität, in Millipascalsekunden
$\eta_{p,B}$	Plastische Viskosität, in Pound je 100 Quadratfuß
θ	Temperatur
ρ	Dichte, in Gramm je 1 Milliliter, wenn mit destilliertem Wasser verglichen wird
ρ_A	Dichte, in Kilogramm je Kubikmeter
ρ_{B1}	Dichte, in Pound je Gallone
ρ_{B2}	Dichte, in Pound je Kubikfuß
ρ_b	Dichte des Beschwerungsmaterials, in Gramm je Milliliter
ρ_{df}	Dichte der Bohrspülung, in Gramm je Milliliter
ρ_f	Dichte des Filtrats, in Gramm je Milliliter
ρ_{lg}	Dichte der Leicht-Festkörper, in Gramm je Milliliter (falls unbekannt, ist ein Wert von 2,6 anzuwenden)
ρ_o	Dichte des Öls, in Gramm je Milliliter (falls unbekannt, ist ein Wert von 0,8 anzuwenden)
ρ_W	Dichte des Wassers bei Prüftemperatur, in Gramm je Milliliter
φ_b	Volumenanteil des Beschwerungsmaterials, in Prozent
φ_{lg}	Volumenanteil der Leicht-Feststoffe, in Prozent
φ_o	Volumenanteil des Öls, in Prozent
φ_S	Volumenanteil der Feststoffe in der Retorte, in Prozent
φ_{SS}	Volumenanteil der suspendierten Feststoffe, in Prozent
φ_W	Volumenanteil des Wassers, in Prozent

3.2 Abkürzungen

AA	Atomabsorptionsspektroskopie
ACS	American Chemical Society
API	American Petroleum Institute
ASTM	American Society for Testing and Materials
BE	Bentonitäquivalent
CAS	Chemical Abstracts Service
DFG	Bohrspülungsgradient
DS	Bohr-Feststoffe
EDTA	Ethylendiamintetraessigsäure
HTHP	hohe Temperatur, hoher Druck
LGS	Leicht-Feststoffe

MBT	Methylenblautest/Methylenblaukapazität
meq	Milliäquivalente
OCMA	Oil Companies Materials Association (ursprünglich Gesellschaft im mittleren Osten)
PPA	Permeabilitätsblockiergerät
PPT	Permeabilitätsblockiertest
PTFE	Polytetrafluorethylen
PV	Plastische Viskosität, für die auf dem Ölfeld übliche Terminologie
QAS	Quaternäres Ammoniumsalz
TC	IN (d. h. justiert auf Einguss)
TD	EX (d. h. justiert auf Ablauf)
USC	Im amerikanischen Sprachraum übliche Einheiten, üblich bei Prüfungen auf US-Basis

4 Dichte der Bohrspülung (Spülungsgewicht)

4.1 Prinzip

Nach diesem Verfahren wird die Masse eines bestimmten Volumens der Bohrflüssigkeit (das der Dichte äquivalent ist) bestimmt. Die Dichte der Bohrspülung wird in Gramm je Kubikzentimeter oder Kilogramm je Kubikmeter (Pound je Gallone oder Pound je Kubikfuß) angegeben.

4.2 Prüfeinrichtungen

4.2.1 Gerät zur Messung der Dichte auf 0,01 g/ml oder 10 kg/m³ (0,1 lg/gal oder 0,4 lg/ft³)

Das zur Bestimmung der Dichte der Bohrspülung angewendete Gerät ist im Allgemeinen eine Spülungswaage. Sie ist so gebaut, dass an einem Ende des Wägebalkens ein Behälter zur Aufnahme der Probe angebracht ist, während am anderen Ende des Balkens ein konstantes Gegengewicht vorhanden ist, das als Laufgewichtsstück (Reiter) entlang einer Skala auf dem Hebelarm verschoben wird, bis sich der Wägebalken im Gleichgewicht befindet. Am Wägebalken ist eine Libelle angebracht, die den exakten Gewichtsungleich erleichtert. Wenn erforderlich, darf der Messbereich der Waage erweitert werden.

Eine Kalibrierung der Spülungswaage mit Süßwasser sollte häufig vorgenommen werden. Bei 21 °C (70 °F) sollte für Süßwasser ein Wert von 1,00 g/ml oder 1 000 kg/m³ (8,33 lb/gal oder 62,3 lb/ft³) abgelesen werden. Wird dieser Wert nicht erreicht, ist je nach Anforderung die Stellschraube zu verstellen oder die Menge des Bleischrots in der Vertiefung am Ende des skalierten Hebelarms zu verändern.

4.2.2 Thermometer, Messbereich 0 °C bis 105 °C (32 °F bis 220 °F).

4.3 Verfahren

4.3.1 Die Spülungswaage sollte auf einer ebenen, nivellierten Fläche aufgestellt werden.

4.3.2 Die Temperatur der Bohrspülung wird gemessen und aufgezeichnet.

4.3.3 Die zu untersuchenden Bohrspülung wird in den sauberen, trockenen Behälter gefüllt; auf den gefüllten Behälter wird eine Abdeckkappe aufgesetzt und so lange gedreht, bis der Behälter fest verschlossen ist. Es ist sicherzustellen, dass durch die in der Kappe vorhandene Öffnung eine kleine Menge Bohrspülung austritt, um eingeschlossene Luft oder eingeschlossenes Gas freizusetzen (Informationen zum Austreiben von Luft oder Gas, siehe Anhang D).

4.3.4 Wenn die Kappe auf dem Bohrspülungsbehälter fest angebracht (und die Öffnung in der Kappe abgedeckt) ist, wird die Außenseite des Behälters gewaschen oder sauber gewischt und abgetrocknet.

4.3.5 Der Wägebalken wird an einer definierten Stelle auf einer Schneide gelagert, dann wird das Laufgewichtsstück entlang der Skala verschoben, bis sich der Wägebalken im Gleichgewicht befindet. Gleichgewicht ist dann erreicht, wenn sich die Libellenblase genau unter der Mittellinie befindet.

4.3.6 Die Dichte der Bohrspülung wird an einer der vier kalibrierten Skalen über dem Pfeil des Laufgewichtsstücks abgelesen. Die Ablesung kann direkt in Gramm je Milliliter (g/ml), Pound je Gallone (lb/gal) und Pound je Kubikfuß (lb/ft³) oder als Gradient der Bohrflüssigkeit in Pound je Quadratzoll (psi) bezogen auf 1 000 Fuß (psi/1 000 ft) erfolgen.

4.4 Berechnung

4.4.1 Die Dichte der Bohrspülung wird auf 0,01 g/ml oder 10 kg/m³ (0,1 lb/gal oder 0,5 lb/ft³) angegeben.

4.4.2 Zur Umrechnung der in Gramm je Kubikzentimeter angegebenen Dichte ρ in andere Einheiten werden die Gleichungen (1) bis (3) angewendet:

$$\rho_A = 1\,000 \times \rho \quad (1)$$

dabei ist ρ_A die in Kilogramm je Kubikmeter angegebene Dichte.

$$\rho_{B1} = 8,33 \times \rho \quad (2)$$

dabei ist ρ_{B1} die in Pound je Gallone angegebene Dichte.

$$\rho_{B2} = 62,3 \times \rho \quad (3)$$

dabei ist ρ_{B2} die in Pound je Kubikfuß angegebene Dichte.

In Tabelle 2 werden Umrechnungsfaktoren in andere Dichteeinheiten angegeben.

Die Gleichungen (4) bis (7) werden zur Umrechnung der Dichte auf den in Kilopascal je Meter (Pounds je Quadratzoll und je Fuß) angegebenen Bohrspülungsgradienten, Γ_{DFG} angewendet:=

$$\Gamma_{DFG,A} = 9,81 \times g/ml \quad (4)$$

$$\Gamma_{DFG,A} = 0,022\,6 \times psi/ft \quad (5)$$

$$\Gamma_{DFG,B} = 0,052\,0 \times lb/gal \quad (6)$$

$$\Gamma_{DFG,B} = 0,006\,94 \times lb/ft^3 \quad (7)$$

Dabei ist

$\Gamma_{DFG,A}$ der Gradient der Bohrspülung, angegeben in Kilopascal je Meter;

$\Gamma_{DFG,B}$ der Gradient der Bohrspülung, angegeben in Pounds je Quadratzoll je Fuß.

Tabelle 1 enthält eine Liste für Dichteumrechnungen.

Tabelle 1 — Dichteumrechnung

Gramm je Kubikzentimeter ^a g/ml	Kilogramm je Kubikmeter kg/m ³	Pound je US-Gallone (lb/US gal)	Pound je Kubikfuß (lb/ft ³)
0,70	700	5,8	43,6
0,80	800	6,7	49,8
0,90	900	7,5	56,1
1,00	1 000	8,345 ^b	62,3
1,10	1 100	9,2	68,5
1,20	1 200	10,0	74,7
1,30	1 300	10,9	81,0
1,40	1 400	11,7	87,2
1,50	1 500	12,5	93,5
1,60	1 600	13,4	99,7
1,70	1 700	14,2	105,9
1,80	1 800	15,0	112,1
1,90	1 900	15,9	118,4
2,00	1 000	16,7	124,6
2,10	1 100	17,5	130,8
2,20	1 200	18,4	137,1
2,30	1 300	19,2	143,3
2,40	1 400	20,0	149,5
2,50	1 500	20,9	155,8
2,60	1 600	21,7	162,0
2,70	1 700	22,5	168,2
2,80	1 800	23,4	174,4
2,90	1 900	24,2	180,7

^a Derselbe Wert wie für die relative Dichte.

^b Genauer Umrechnungsfaktor.

Tabelle 2 — Umrechnung der Dichteeinheiten

Gemessen in	Faktor, um zu erhalten			
	g/ml	kg/m ³	lb/gal	lb/ft ³
g/ml	1	1 000	8,33	62,3
kg/m ³	0,001	1	0,008 3	16,026
lb/gal	0,120	120	1	7,49
lb/ft ³	0,016 0	16,03	0,133 5	1

5 Alternative Verfahren zur Bestimmung der Dichte der Bohrspülung

5.1 Prinzip

Die Dichte einer Bohrspülung, die eingeschlossene Luft oder eingeschlossenes Gas enthält, kann durch Anwendung einer Drückwaage exakter bestimmt werden. Die Drückwaage arbeitet ähnlich wie eine herkömmliche Spülungswaage, kann jedoch die Bohrspülungsprobe in einem Behälter mit einem bestimmten Fassungsvermögen unter Druck aufnehmen.

Der Zweck der Einbringung der Probe unter Druck besteht darin, den Einfluss von eingeschlossener Luft und eingeschlossenem Gas auf die Dichtemessung der Bohrspülung zu verringern. Wenn der Proben-Behälter unter Druck gesetzt wird, verringert sich das Volumen der eingeschlossenen Luft und des eingeschlossenen Gases auf vernachlässigbare Werte, so dass eine Dichte gemessen werden kann, die weitgehend mit der unter Tage ermittelten Dichte übereinstimmt.

5.2 Prüfeinrichtungen

5.2.1 Gerät zur Messung der Dichte auf 0,01 g/ml oder 10 kg/m³ (0,1 lb/gal oder 0,5 lb/ft³)

Im Allgemeinen wird eine Drückwaage zur Dichtebestimmung druckbeaufschlagter Bohrspülung angewendet. Sie ist so gebaut, dass der mit einer Schraubkappe versehene Behälter zur Aufnahme der Bohrspülung an einem Ende des Wägebalkens angebracht wird, während am anderen Ende des Balkens ein konstantes Gegengewicht vorhanden ist, das als Laufgewichtsstück (Reiter) entlang einer Skala auf dem Hebelarm verschoben wird, bis sich der Wägebalken im Gleichgewicht befindet. Am Wägebalken ist eine Libelle angebracht, die den exakten Gewichtsausgleich erleichtert.

Eine Kalibrierung der Drückwaage mit Süßwasser ist häufig vorzunehmen. Bei 21 °C (70 °F) sollte für Süßwasser ein Wert von 1,00 g/ml oder 1 000 kg/m³ (8,33 lb/gal oder 62,3 lb/ft³) abgelesen werden. Wird dieser Wert nicht erreicht, ist je nach Anforderung die Stellschraube zu verstellen oder die Menge des Bleischrots in der Vertiefung am Ende des skalierten Hebelarms zu verändern.

5.2.2 Thermometer, Messbereich 0 °C bis 105 °C (32 °F bis 220 °F).

5.3 Verfahren

5.3.1 Die Temperatur der Bohrspülung wird gemessen und aufgezeichnet.

5.3.2 Proben-Behälter wird bis zu einer Höhe knapp unter der Oberkante des Behälters [etwa 6,5 mm (0,25 in)] gefüllt.

5.3.3 Auf den Behälter wird die Abdeckkappe so aufgesetzt, dass sich das Rückschlagventil in seiner niedergedrückten Stellung (Offenstellung) befindet. Der Deckel wird nach unten in die Behälteröffnung hineingedrückt, bis der Außenrand des Deckels die Behälteroberkante berührt. Überschüssige Bohrspülung wird am Rückschlagventil herausgepresst. Sobald die Kappe auf den Behälter aufgebracht wurde, wird das Rückschlagventil geschlossen, Behälter und Gewinde werden mit Wasser gespült, und die mit Gewinde versehene Abdeckkappe wird aufgeschraubt.

5.3.4 Die Druckpumpe arbeitet nach dem Prinzip einer Spritze. Sie wird gefüllt, indem der Pumpenkopf in die Bohrspülung eingetaucht wird, wenn sich die Kolbenstange in der vollständig eingeschobenen Stellung befindet. Die Kolbenstange wird nun nach oben bewegt, so dass sich der Pumpenzylinder mit Bohrspülung füllt. Dieses Volumen sollte durch den Pumpvorgang herausgepresst werden, und dann sollte eine frische Bohrspülungsprobe eingefüllt werden um sicherzustellen, dass dieses Pumpenvolumen nicht durch Flüssigkeit von der letzten Reinigung der Pumpe verdünnt wird.

5.3.5 Der Pumpenkopf wird auf die O-Ringfläche am Rückschlagventil der Abdeckkappe aufgesetzt. Der Proben-Behälter wird unter Druck gesetzt, indem eine nach unten gerichtete Kraft auf das Gehäuse des Pumpenzylinders ausgeübt wird, um das Rückschlagventil in seiner niedergedrückten Stellung (Offenstellung) zu halten, und gleichzeitig wird die Kolbenstange einwärts geschoben. Auf die Kolbenstange sollte eine Kraft von mindestens etwa 225 N (50 lbf) ausgeübt werden.

5.3.6 Das Rückschlagventil in der Abdeckkappe wird durch Druck betätigt, d. h. wenn im Behälter Druck erzeugt ist, wird das Ventil nach oben in die Schließstellung gedrückt. Zum Schließen des Ventils wird zunächst das Zylindergehäuse der Druckpumpe allmählich nach oben bewegt, während weiterhin Druck auf die Kolbenstange ausgeübt wird. Wenn sich das Ventil geschlossen hat, wird vor dem Abtrennen der Pumpe kein weiterer Druck auf die Kolbenstange ausgeübt.

5.3.7 Die druckbeaufschlagte Bohrspülungsprobe kann nun gewogen werden. Die Außenfläche des Proben-Behälters sollte abgespült und danach abgetrocknet werden. Dann wird der Wägebalken an einer definierten Stelle auf einer Schneide gelagert. Das Laufgewichtsstück wird nach rechts oder links verschoben, bis sich der Wägebalken im Gleichgewicht befindet. Gleichgewicht ist dann erreicht, wenn die Libellenblase genau mittig zwischen den beiden schwarzen Markierungen angeordnet ist. Die Dichte wird an einer der vier kalibrierten Skalen über dem Pfeil des Laufgewichtsstücks abgelesen. Die Ablesung kann direkt in Gramm je Milliliter (g/ml), Pound je Gallone (lb/gal) und Pound je Kubikfuß (lb/ft³) oder als Gradient der Bohrspülung in Pound je Quadratzoll (psi) bezogen auf 1 000 Fuß (psi/1 000 ft) erfolgen.

5.3.8 Der Druck im Behälter wird abgebaut, indem die Pumpe wieder eingerückt und das Gehäuse des Pumpenzylinders nach unten gedrückt wird.

5.3.9 Der Proben-Behälter wird gereinigt und gründlich mit Wasser gespült. Damit das Ventil in Bohrspülung auf Wasserbasis optimal arbeitet, sollte häufig eine Schmierung mit wasserabweisendem Schmierfett durchgeführt werden.

5.4 Berechnung

Die Dichte der Bohrspülung wird auf 0,01 g/ml oder 10 kg/m³ (0,1 lb/gal oder 0,5 lb/ft³) angegeben.

Für Umrechnungen sind die in 4.4.2 angegebenen Gleichungen anzuwenden.

6 Viskosität und Gelstärke

6.1 Prinzip

Zur Bestimmung von Viskosität und Gelstärke werden Messungen durchgeführt, die sich auf die Fließeigenschaften (Rheologie) der Bohrspülungen beziehen. Für die Messung der Viskosität und/oder Gelstärke von Bohrspülungen werden folgende Geräte angewendet:

- a) Marsh-Trichter: ein einfaches Gerät zur Anzeige der Viskosität bei Routinemessungen;
- b) Viskosimeter mit Direktanzeige: ein mechanisches Gerät zur Messung der Viskosität bei veränderlichen Scherraten.

ANMERKUNG Angaben zur Rheologie der Bohrspülungen können im Literaturhinweis [3] gefunden werden.

6.2 Bestimmung der Viskosität mit dem Marsh-Trichter

6.2.1 Prüfeinrichtungen

6.2.1.1 Marsh-Trichter, kalibriert auf einen Ausfluss („EX“) von 946 ml (1 Quart) Süßwasser bei einer Temperatur von $(21 \pm 3) ^\circ\text{C}$ [$(70 \pm 5) ^\circ\text{F}$] in (26 ± 5) s unter Anwendung eines mit einer Maßeinteilung versehenen Auffangbehälters.

6.2.1.1.1 Trichterkonus, mit einer Länge von 305 mm (12,0 in), einem Durchmesser von 152 mm (6,0 in) und mit einem Fassungsvermögen bis zum Boden des in die Öffnung eingehängten Siebes von 1 500 ml (1,6 Quarts).

6.2.1.1.2 Auslaufrohr, mit einer Länge von 50,8 mm (2,0 in) und einem Innendurchmesser von 4,7 mm (0,188 in = 3/16 in).

6.2.1.1.3 Sieb, mit 1,6-mm-Öffnungen (0,063-in- = 1/16-in-Öffnungen) (Siebweite 12), das in der Trichteröffnung 19,0 mm (0,75 in = 3/4 in) unter der Oberkante des Trichters angeordnet ist.

6.2.1.2 Messbecher, Fassungsvermögen mindestens 946 ml (1 Quart).

6.2.1.3 Stoppuhr.

6.2.1.4 Thermometer, Messbereich 0 °C bis 105 °C (32 °F bis 220 °F).

6.2.2 Durchführung

6.2.2.1 Die Trichteröffnung wird mit einem Finger verschlossen, und durch das Sieb wird frisch entnommene Bohrspülung in den sauberen, aufrecht angeordneten Trichter gefüllt. Es ist so viel Bohrspülung einzufüllen, dass die Flüssigkeit den Boden des Siebs erreicht.

6.2.2.2 Die Trichteröffnung wird freigegeben und die Stoppuhr eingeschaltet. Die Trichterauslaufzeit, d. h. die Zeit, die benötigt wird, bis die Bohrspülung die 946-ml-Marke (1-Quart-Marke) des Messbechers erreicht hat, wird gemessen.

6.2.2.3 Die Temperatur der Bohrspülung wird in Grad Celsius (Grad Fahrenheit) gemessen.

6.2.2.4 Die Zeit (6.2.2.2) wird auf die nächste Sekunde angegeben, sie gibt die mit dem Marsh-Trichter bestimmte Viskosität an. Die Temperatur (6.2.2.3) der Bohrspülung wird auf das nächste Grad Celsius (Grad Fahrenheit) angegeben.

6.3 Bestimmung von Viskosität und/oder Gelstärke mit einem Viskosimeter mit Direktanzeige

6.3.1 Prüfeinrichtungen

6.3.1.1 Direkt anzeigendes Viskosimeter

Diese Art Viskosimeter ist ein Gerät mit einem umlaufenden Teil, das durch einen Elektromotor oder eine Handkurbel angetrieben wird. Die Bohrspülung befindet sich im Ringraum zwischen zwei konzentrischen Zylindern. Der äußere Zylinder oder Rotationszylinder (Läufer) wird mit einer konstanten Umdrehungszahl angetrieben. Durch die Drehung des Rotationszylinders wird in der Bohrspülung an der Wand des inneren, mitbewegten Zylinders (des Innenkörpers) oder des Viskosimeter-Druckelements ein Drehmoment erzeugt. Die Bewegung des Innenkörpers wird durch eine Torsionsfeder beschränkt, und eine mit dem Innenkörper verbundene Messuhr zeigt die Bewegung des Innenkörpers an. Die Gerätekonstanten wurden so eingestellt, dass die plastische Viskosität und die Fließgrenze bei Drehzahlen des Rotationszylinders von 300 min⁻¹ und 600 min⁻¹ ermittelt werden.

Ein direkt anzeigendes Viskosimeter muss die folgenden Spezifikationen erfüllen:

a) Äußerer, umlaufender Zylinder:

- Innendurchmesser 36,83 mm (1,450 in);
- Gesamtlänge 87,0 mm (3,425 in);
- Markierungslinie 58,4 mm (2,30 in) über dem Boden des Rotationszylinders, mit zwei Reihen von Löchern, die eine Größe von 3,18 mm (0,125 in) haben und in Abständen von 120° (2,09 Radiant) am Rotationszylinder direkt unterhalb der Markierungslinie angeordnet sind;

- b) Innerer, mitbewegter Zylinder (Druckelement), geschlossen, mit ebener Grundfläche und kegelter Oberseite:
- Durchmesser 34,49 mm (1,358 in);
 - Länge des Zylinders 38,0 mm (1,496 in);
- c) Torsionsfederkonstante:
- 386 dyn-cm/Grad Durchbiegung;
- d) Drehzahl des äußeren Zylinders:
- hohe Drehzahl 600 min⁻¹;
 - niedrige Drehzahl 300 min⁻¹.

ANMERKUNG Viskosimeter von anderen Herstellern bieten andere Drehzahlen.

6.3.1.2 Stoppuhr.

6.3.1.3 **Thermometer**, Messbereich 0 °C bis 105 °C (32 °F bis 220 °F).

6.3.1.4 **Geeigneter Behälter**, z. B. der mit dem Viskosimeter gelieferte Messzylinder.

6.3.2 Verfahren

6.3.2.1 Die Probe wird in einen Behälter gebracht, und der äußere, umlaufende Zylinder wird exakt bis zur Markierungslinie eingetaucht. Feldmessungen sollten möglichst ohne größere Verzögerung (nach Möglichkeit innerhalb von 5 min) und bei einer Temperatur durchgeführt werden, die möglichst wenig, maximal jedoch 6 °C (10 °F) von der Temperatur der Bohrspülung an der Entnahmestelle der Probe abweicht. Die Entnahmestelle der Probe sollte im Prüfbericht angegeben werden.

GEFAHR — Die höchste empfohlene Betriebstemperatur beträgt 90 °C (200 °F). Falls Flüssigkeiten oberhalb dieser Temperatur zu prüfen sind, sollte ein innerer Zylinder (Druckelement) aus massivem Metall oder ein hohler Innenzylinder aus Metall mit vollständig trockener Innenfläche angewendet werden. Flüssigkeit, die in einem hohlen Innenzylinder eingeschlossen ist, kann beim Eintauchen in Bohrspülung mit hoher Temperatur verdampfen und eine Explosion des Innenzylinders veranlassen.

6.3.2.2 Die Temperatur der Probe wird aufgezeichnet.

6.3.2.3 Bei einer Drehzahl des äußeren Zylinders von 600 min⁻¹ ist abzuwarten, bis ein konstanter Wert angezeigt wird (die dazu erforderliche Zeit ist von den Kennwerten der Bohrspülung abhängig). Der für eine Drehzahl von 600 min⁻¹ angezeigte Wert wird aufgezeichnet.

6.3.2.4 Die Drehzahl wird auf 300 min⁻¹ verringert, und dann ist abzuwarten, bis ein konstanter Wert angezeigt wird. Der für eine Drehzahl von 300 min⁻¹ angezeigte Wert wird aufgezeichnet.

6.3.2.5 Die Bohrspülungsprobe ist bei 600 min⁻¹ über eine Dauer von 10 s zu rühren. Dann wird der äußere Zylinder angehalten.

6.3.2.6 Die Bohrspülungsprobe wird 10 s ohne Rührung stengelassen. Das Handrad wird langsam und stetig so gedreht, dass eine positive Anzeige erhalten wird. Die größte Anzeige entspricht der Anfangs-Gelstärke. Für Geräte mit einer Drehzahl von 3 min⁻¹ entspricht die nach dem Starten der Rotation mit 3 Umdrehungen je Minute erreichte maximale Ablesung der Anfangs-Gelstärke. Die Anfangs-Gelstärke (10-Sekunden-Gelstärke) wird in Pound je 100 ft² aufgezeichnet.

ANMERKUNG Für die Umrechnung der Skalanzeige in Pascal gilt: 1 Pa = 0,511 lb/100 ft².

6.3.2.7 Die Bohrspülungsprobe wird bei 600 min^{-1} erneut über eine Dauer von 10 s gerührt, der äußere, umlaufende Zylinder wird angehalten, und die Bohrspülungsprobe wird 10 s ohne Rührung stehengelassen. Die in 6.3.2.6 beschriebenen Messungen sind zu wiederholen, und der größte abgelesene Wert ist als 10-Minuten-Gelstärke in Pound je 100 ft^2 anzugeben.

ANMERKUNG Für die Umrechnung der Skalanzeige in Pascal gilt: $1 \text{ Pa} = 0,511 \text{ lb}/100 \text{ ft}^2$.

6.3.3 Berechnung

Die in Millipascalsekunden (Centipoise) angegebene plastische Viskosität, η_P ist nach Gleichung (8) zu berechnen:

$$\eta_P = R_{600} - R_{300} \quad (9)$$

Dabei ist

R_{600} der bei 600 min^{-1} angezeigte Wert;

R_{300} der bei 300 min^{-1} angezeigte Wert.

ANMERKUNG 1 Die plastische Viskosität wird in der Industrie im Allgemeinen durch die Abkürzung PV bezeichnet.

ANMERKUNG 2 $1 \text{ cP} = 1 \text{ mPa s}$.

Die in Pascal angegebene Fließgrenze, $Y_{P,A}$ ist nach Gleichung (9) zu berechnen:

$$Y_{P,A} = 0,48 \times (R_{300} - \eta_P) \quad (9)$$

Bei Berechnung der Werte in Einheiten, die im amerikanischen Sprachraum gebräuchlich sind, wird die Fließgrenze (in Pound je 100 Quadratfuß) nach der folgenden Gleichung berechnet:

$$Y_{P,B} = R_{300} - \eta_P \quad (10)$$

ANMERKUNG 3 Die in Pound je 100 Quadratfuß angegebene Fließgrenze wird in der Industrie im Allgemeinen durch die Abkürzung YP bezeichnet.

Die in Millipascalsekunden (Centipoise) angegebene scheinbare Viskosität, η_a ist nach Gleichung (11) zu berechnen:

$$\eta_a = \frac{R_{600}}{2} \quad (11)$$

ANMERKUNG 4 Die in Millipascalsekunden angegebene scheinbare Viskosität wird in der Industrie im Allgemeinen durch die Abkürzung AV bezeichnet.

7 Filtrierung

7.1 Prinzip

Die Messung des Filtrierverhaltens und die Kennwerte bei der Filterkuchenbildung einer Bohrspülung sind für Überprüfung und Behandlung der Bohrspülung ebenso grundlegend wie die Kennwerte des Filtrats, d. h. der Öl-, Wasser- oder Emulsionsanteil. Diese Kennwerte werden durch Art und Größe der Feststoffe in der Flüssigkeit und ihre physikalischen und chemischen Wechselwirkungen beeinflusst, die wiederum von Temperatur und Druck abhängen. Daher werden Prüfungen sowohl bei niedrigem Druck/niedriger Temperatur als auch bei hohem Druck/hoher Temperatur durchgeführt, wofür jeweils andere Prüfeinrichtungen und -verfahren notwendig sind.

7.2 Prüfung bei niedrigem Druck/niedriger Temperatur

7.2.1 Prüfeinrichtungen

7.2.1.1 Filterpresse, die eine zylindrische Zelle zur Aufnahme der Bohrspülung mit einem Innendurchmesser von 76,2 mm (3 in) und einer Höhe von mindestens 64 mm (2,5 in) enthält.

Diese Prüfzelle wird aus Werkstoffen hergestellt, die gegen stark alkalische Lösungen beständig sind; sie ist so ausgestattet, dass ein Druckmedium bequem von oben eingebracht und auch nach oben abgeführt werden kann. Sie muss ferner so ausgestattet sein, dass ein Blatt Filterpapier mit einem Durchmesser von 90 mm (3,54 in) am Boden der Zelle auf einer geeigneten Auflage angeordnet werden kann. Die Filtrierfläche beträgt $(45,8 \pm 0,6) \text{ cm}^2$ [$(7,1 \pm 0,1) \text{ in}^2$]. Unterhalb der Auflage ist ein Auslaufrohr zum Abführen des Filtrats in einen Messzylinder vorhanden. Zur Abdichtung werden Dichtungen verwendet, und die gesamte Anordnung wird an einem Ständer angebracht. Druck kann mit Hilfe eines ungefährlichen flüssigen Mittels aufgebracht werden. Die Filterpressen werden mit Druckreglern ausgestattet, sie können mit tragbaren Druckflaschen, Mini-Druckpatronen oder Einrichtungen zur Anwendung von hydraulischem Druck bezogen werden. Um vergleichbare Ergebnisse zu erhalten, muss das verwendete Filterpapier für alle Tests einen Durchmesser von exakt 90 mm (z. B. Whatman Nr 50, S&S Nr 576¹⁾ oder anderes geeignetes Filterpapier) und die gleiche Dicke haben.

Die Filterpresse für niedrige Temperatur/niedrigen Druck sollte eine Filtrierfläche von (45,24 bis 46,4) cm^2 (7,0 bis 7,2) in^2 haben, d. h. einen Durchmesser von 75,86 mm bis 76,86 mm (2,987 in bis 3,036 in). Die wichtigste Einflussgröße für die Filtrierfläche ist die Dichtung der Filterpresse. Es wird empfohlen, für die anzuwendenden Dichtungen eine Prüfung mit einer konischen Lehre (Schablone) durchzuführen, auf der sowohl der größte Durchmesser von 76,86 mm (3,025 in) als auch der kleinste Durchmesser von 75,86 mm (2,987 in) gekennzeichnet sind. Die Dichtungen, deren Durchmesser außerhalb dieser gekennzeichneten Bereiche liegen (entweder größer oder kleiner) müssen verworfen werden.

ANMERKUNG Ergebnisse von Filterpressen mit anderen Filtrierflächen sind nicht mit den Ergebnissen zu korrelieren, die der genormten Filterpresse ermittelt werden.

7.2.1.2 Zeitgeber, mit mindestens 30 min Intervall.

7.2.1.3 Messzylinder, Volumen 10 ml („IN“) oder 25 ml („IN“).

7.2.2 Verfahren

7.2.2.1 Es ist sicherzustellen, dass alle Teile der Zelle, besonders das Sieb, sauber und trocken und die Dichtungen nicht verformt oder verschlissen sind. Die Bohrspülungsprobe ist so in die Zelle einzufüllen, dass ein Füllstand von 1 cm bis 1,5 cm (0,4 in bis 0,6 in) unterhalb der Oberkante erreicht wird (um eine Verunreinigung des Filtrats mit CO_2 zu verringern), und der Prüfaufbau wird durch Einlegen des Filterpapiers vervollständigt.

7.2.2.2 Unter das Auslaufrohr wird ein trockener Messzylinder gestellt, in dem das Filtrat aufgefangen wird. Das Sicherheitsventil wird geschlossen und der Regler so eingestellt, dass innerhalb von höchstens 30 s ein Druck von $(690 \pm 35) \text{ kPa}$ ($(100 \pm 5) \text{ psi}$) aufgebracht wird. Die Prüfung beginnt mit der Druckbeaufschlagung.

7.2.2.3 Nach Ablauf der 30 min wird das Volumen des aufgefangenen Filtrats gemessen. Der Durchsatz durch den Druckregler wird unterbunden, und das Sicherheitsventil wird vorsichtig geöffnet. Wenn eine andere Zeit als 30 min angewendet wurde, muss sie angegeben werden.

1) Whatman Nr 50 und S&S Nr 576 sind Beispiele für geeignete handelsübliche Produkte. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Teils von ISO 10414 und bedeutet keine Anerkennung dieser Produkte durch die ISO.

7.2.2.4 Das in Milliliter angegebene Volumen des aufgefangenen Filtrats wird (auf 0,1 ml) angegeben, und die Anfangstemperatur der Bohrspülung in Grad Celsius (Grad Fahrenheit) wird ebenfalls angegeben. Das Filtrat ist für die chemische Analyse aufzubewahren.

7.2.2.5 Die Zelle wird aus dem Ständer entnommen, wobei zunächst sicherzustellen ist, dass der gesamte Druck abgelassen wurde. Das Filterpapier wird vorsichtig so entnommen dass der Filterkuchen möglichst wenig beeinträchtigt wird, die Zelle wird auseinander genommen, und die Bohrspülung wird verworfen. Der Filterkuchen wird auf dem Filterpapier unter einem sanften Wasserstrom ausgewaschen.

7.2.2.6 Die Dicke des Filterkuchens wird auf den nächsten Millimeter (1/32 in) gemessen und angegeben.

7.2.2.7 Obwohl Beschreibungen des Filterkuchens subjektiv sind, können Bezeichnungen wie hart, weich, zäh, gummiartig, fest usw. wichtige Informationen zur Qualität des Filterkuchens liefern.

7.3 Prüfung bei hohem Druck/hoher Temperatur (HTHP-Prüfung)

7.3.1 Prüfeinrichtungen

7.3.1.1 HT/HP-Filterpresse (für hohe Temperatur/hohen Druck), die aus einer geregelten Druckquelle (CO₂ oder Stickstoff), Druckreglern, einer für Betriebsdrücke von 4 000 kPa bis 8 900 kPa (600 psi bis 1 300 psi) ausgelegten Zelle zur Aufnahme der Bohrspülung, einer Heizeinrichtung für die Zelle, einem Druckspeicherbehälter zur Aufrechterhaltung eines Gegendrucks (siehe Tabelle 3), durch den ein Verpuffen oder Verdampfen des Filtrats verhindert wird, und einem geeigneten Ständer besteht. Die Bohrspülungszelle ist mit einem Thermometerschutzrohr, ölbeständigen Dichtungen, einer Auflage für das Filtermittel und einem Ventil am Filtratauslaufrohr zur Regelung der Filtratströmung aus der Zelle ausgestattet. Ein häufiges Ersetzen der Dichtungen kann gefordert werden.

Außerdem gehören Sicherheitseinrichtungen zur HT/HP-Filterpresse, wie z. B. eine Schmelzsicherung gegen Überhitzung des Heizmantels und ein Druckanzeiger an der Filtrationszelle. Es gibt Einrichtungen, die das Auseinanderbauen der Zelle vereinfachen, wenn zu vermuten ist, dass keine vollständige Druckentlastung erfolgte.

GEFAHR — Es ist sehr wichtig, die Empfehlungen des Herstellers hinsichtlich der Probenvolumina, der Temperaturen und Drücke der Filterpresse exakt einzuhalten. Anderenfalls können schwere Verletzungen auftreten.

GEFAHR — Für das Filtrieren bei hoher Temperatur/hohem Druck dürfen keine Stickstoffmonoxidpatronen als Druckquellen verwendet werden. Stickstoffmonoxid kann unter hoher Temperatur und hohem Druck explodieren, wenn Fett, Öl oder kohlenstoffhaltige Materialien vorhanden sind. Stickstoffmonoxidpatronen dürfen nur für die Carbonatanalyse mit einem Garrett-Gas-Train verwendet werden.

7.3.1.2 Filtermedium²⁾.

7.3.1.2.1 Filterpapier, Whatman Nr 50 oder ein entsprechendes Filterpapier, das für Temperaturen bis 190 °C (375 °F) geeignet ist.

7.3.1.2.2 Poröse Scheibe, aus Dynalloy X-5 oder einem äquivalenten Material, für Temperaturen über 200 °C (400 °F) geeignet. Für jede Prüfung wird eine neue Scheibe benötigt.

7.3.1.3 Zeitgeber mit mindestens 30 min Intervall.

7.3.1.4 Thermometer, Messbereich bis 260 °C (500 °F).

2) Filterpapier Whatman Nr 50 und Filterscheiben aus Dynalloy X-5 sind Beispiele für geeignete handelsübliche Produkte. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Teils von ISO 10414 und bedeutet keine Anerkennung dieser Produkte durch die ISO.

7.3.1.5 Messzylinder, Fassungsvermögen 25 ml („IN“) oder 50 ml („IN“).

7.3.1.6 Mischeinrichtung, die mit hoher Drehzahl arbeitet.

7.3.2 Durchführung für Temperaturen bis 150 °C (300 °F)

7.3.2.1 Das Thermometer wird im Schutzrohr im Heizmantel angeordnet, dann wird auf eine Temperatur erhitzt, die 6 °C (10 °F) über der gewünschten Temperatur liegt. Der Thermostat wird eingestellt, um die gewünschte Temperatur beizubehalten.

7.3.2.2 Die Bohrspülungsprobe wird 10 min in einer Mischeinrichtung bei einer hohen Drehzahl gerührt. Das Ventil an der Bohrspülungszelle wird geschlossen; dann wird die Bohrspülungsprobe in die Zelle gefüllt, wobei darauf zu achten ist, dass mindestens ein Abstand von 1,5 cm (0,6 in) bis zur Oberkante der Zelle bleibt, um die Ausdehnung der Bohrspülung zu berücksichtigen. Das Filterpapier wird eingelegt.

7.3.2.3 Die Zelle wird vollständig zusammengebaut und in den Heizmantel gebracht, wobei sowohl das obere als auch das untere Ventil geschlossen ist. Das Thermometer wird in das Schutzrohr in der Zelle eingesteckt.

7.3.2.4 Der Hochdruckspeicherbehälter wird an das untere Ventil angeschlossen und dort fest angebracht.

7.3.2.5 An das obere Ventil werden eine geregelte Druckquelle und der Hochdruckspeicherbehälter angeschlossen und dort fest angebracht.

7.3.2.6 Während die Ventile geschlossen bleiben, werden der obere und der untere Druckregler auf 690 kPa (100 psi) eingestellt. Das obere Ventil wird geöffnet, so dass ein Druck von 690 kPa (100 psi) auf die Bohrspülung ausgeübt wird. Dieser Druck wird 1 h beibehalten. Wenn die Temperatur der Bohrspülungszelle nach 1 h nicht die Prüftemperatur erreicht hat, sollte die Prüfung beendet und die Prüfeinrichtung repariert werden.

ANMERKUNG Bei einer von API geförderten Untersuchung wurde ermittelt, dass in einigen für die Filtrierprüfung bei hoher Temperatur verwendeten Prüfeinrichtungen die Bohrspülung nicht ausreichend bis zu der festgelegten Prüftemperatur erwärmt wird. Um dieses Problem zu beseitigen, kann eine Modifizierung der Zelle durch Anwendung eines internen Kühlkörpers und einer geeigneten Isolation durchgeführt werden [7]. Um die Temperatur der Bohrspülung während der Prüfung beim Aufheizen genau messen zu können, wird ein Thermoelement eingebaut, das eine direkte Messung der Bohrspülungstemperatur in der Zelle sicherstellt.

7.3.2.7 Nach 1 h wird der Druck am oberen Druckanschluss auf 4 140 kPa (600 psi) erhöht, und das Bodenventil wird geöffnet, um die Filtration einzuleiten. Das Filtrat wird 30 min unter Beibehaltung der ausgewählten Temperatur innerhalb von Abweichungen von ± 3 °C (± 5 °F) gesammelt. Falls der Gegendruck während der Prüfung auf über 690 kPa (100 psi) steigt, ist er durch vorsichtiges Ablassen eines kleinen Anteils des Filtrats zu verringern. Das gesamte Volumen des aufgefangenen Filtrats, die Temperatur, der Druck und die Zeit werden aufgezeichnet.

7.3.2.8 Das Filtratvolumen wird auf eine Filtrierfläche von 45,8 cm² (7,1 in²) korrigiert. Wenn z. B. die Filtrierfläche 22,6 cm² (3,5 in²) beträgt, ist das angegebene Filtratvolumen zu verdoppeln.

7.3.2.9 Am Ende der Prüfung werden das obere und das untere Ventil der Bohrspülungszelle geschlossen. Von den Reglern wird Druck abgelassen.

GEFAHR — Der Druck in der Bohrspülungszelle beträgt noch immer etwa 4 140 kPa (600 psi). Zur Vermeidung möglicher schwerer Verletzungen ist die Zelle aufrecht zu halten und auf Raumtemperatur abzukühlen, dann erfolgt die Druckentlastung der Zelle, bevor sie demontiert wird. Schwierigkeiten beim Ausschrauben der Gewindestifte können ein Hinweis dafür sein, dass die Zelle noch unter Druck steht. Es sind auch Zellen mit Druckanzeigern verfügbar, die einen zusätzlichen Sicherheitsfaktor bieten können. Es gibt Einrichtungen, die das Auseinanderbauen der Zelle vereinfachen, wenn zu vermuten ist, dass keine vollständige Druckentlastung erfolgte.

7.3.2.10 Die Zelle wird aus dem Heizmantel entnommen, wobei zunächst sicherzustellen ist, dass sowohl das untere als auch das obere Ventil fest geschlossen ist und der gesamte Druck von den Reglern abgeführt ist. Die Zelle wird aufrecht angeordnet, das Druckentlastungsventil der Zelle wird geöffnet, und dann wird die Zelle besonders vorsichtig geöffnet, um das Filterpapier nicht zu beeinträchtigen. Die Bohrspülung wird verworfen, und der Filterkuchen wird herausgezogen. Der Filterkuchen wird auf dem Papier unter einem sanften Wasserstrom ausgewaschen.

7.3.2.11 Die Dicke des Filterkuchens wird auf den nächsten Millimeter (1/32 in) gemessen und protokolliert.

7.3.2.12 Obwohl Beschreibungen des Filterkuchens subjektiv sind, können Bezeichnungen wie hart, weich, zäh, gummiartig, fest usw. wichtige Informationen zur Qualität des Filterkuchens liefern.

7.3.3 Durchführung für Temperaturen über 150 °C (300 °F)

7.3.3.1 Das Thermometer wird im Schutzrohr im Heizmantel angeordnet, dann wird auf eine Temperatur erhitzt, die 6 °C (10 °F) über der gewünschten Temperatur liegt. Der Thermostat wird eingestellt, um die gewünschte Temperatur beizubehalten.

7.3.3.2 Die Bohrspülungsprobe wird 10 min in einer Mischeinrichtung mit hoher Drehzahl gerührt. Das Ventil an der Bohrspülungszelle wird geschlossen; dann wird die Bohrspülungsprobe in die Zelle gefüllt, wobei darauf zu achten ist, dass mindestens ein Abstand von 4 cm (1,5 in) bis zur Oberkante der Zelle bleibt, um die Ausdehnung der Bohrspülung zu berücksichtigen. Das geeignete Filtermittel wird eingelegt.

GEFAHR — Bei Temperaturen über 150 °C (300 °F) können nicht alle von den Herstellern angebotenen Prüfeinrichtungen angewendet werden. Unkenntnis der Druck-/Temperaturzuordnung der verwendeten Prüfeinrichtung kann zu schweren Verletzungen führen. Die Prüfung bei hoher Temperatur und hohem Druck erfordert zusätzliche Sicherheitsmaßnahmen.

Alle Druckzellen sollten mit manuellen Überdruckventilen ausgestattet sein. Die Heizmäntel sollten sowohl mit einer Überhitzungssicherung als auch mit einer thermostatischen Ausschaltung ausgestattet sein. Der Dampfdruck der flüssigen Phase der Bohrspülung wird ein zunehmend kritischerer Gestaltungsfaktor, wenn höhere Prüftemperaturen angewendet werden. Die Wasserdampfdrücke bei verschiedenen Temperaturen werden in Tabelle 3 angegeben.

7.3.3.3 Die Zelle wird vollständig zusammengebaut und in den Heizmantel gebracht, wobei das obere und das untere Ventil geschlossen sind. Das Thermometer wird in das Schutzrohr in der Zelle eingesteckt.

7.3.3.4 Der Hochdruckspeicherbehälter wird an das untere Ventil angeschlossen und dort fest angebracht.

7.3.3.5 An das obere Ventil werden eine geregelte Druckquelle und der Hochdruckspeicherbehälter angeschlossen und dort fest angebracht.

7.3.3.6 Während die Ventile geschlossen bleiben, wird der für die Prüftemperatur empfohlene Gegendruck (siehe Tabelle 3) sowohl für den oberen als auch für den unteren Druckanschluss eingestellt. Das obere Ventil wird geöffnet, und der gleiche Druck wird während des Erhitzens auf die Bohrspülungszelle aufgebracht. Dieser Druck wird 1 h beibehalten. Wenn die Temperatur der Bohrspülungszelle nach 1 h nicht die Prüftemperatur erreicht hat, sollte die Prüfung beendet und die Prüfeinrichtung repariert werden.

ANMERKUNG Bei einer von API geförderten Untersuchung wurde ermittelt, dass in einigen für die Filtrierprüfung bei hoher Temperatur verwendeten Prüfeinrichtungen die Bohrspülung nicht ausreichend bis zu der festgelegten Prüftemperatur erwärmt wird. Um dieses Problem zu beseitigen, kann eine Modifizierung der Zelle durch Anwendung eines internen Kühlkörpers und einer geeigneten Isolation durchgeführt werden [7]. Um die Temperatur der Bohrspülung während der Prüfung beim Aufheizen genau messen zu können, wird ein Thermoelement eingebaut, das eine direkte Messung der Bohrspülungstemperatur in der Zelle sicherstellt.

7.3.3.7 Nach 1 h wird der Druck am oberen Druckanschluss um 3 450 kPa (500 psi) über den zu haltenden Gegendruck erhöht, und das Bodenventil wird geöffnet, um die Filtration einzuleiten. Das Filtrat wird 30 min unter Beibehaltung der Prüftemperatur mit Abweichungen von ± 3 °C (± 5 °F) und unter Einhaltung des entsprechenden Gegendrucks gesammelt. Sollte der Gegendruck einen Anstieg zeigen, kann er durch vorsichtiges Ablassen eines kleinen Anteils des Filtrats verringert werden. Die Bohrspülungsprobe in der Zelle sollte niemals über eine insgesamt 1 h überschreitende Dauer erhitzt werden.

7.3.3.8 Am Ende der Prüfung werden das obere und das untere Ventil der Bohrspülungszelle geschlossen, und von den Reglern wird der Druck abgelassen. Mindestens 5 min ist zu warten, bis sich das Filtrat abgekühlt hat, um ein Verdampfen zu vermeiden, dann wird es vorsichtig abgelassen, und das gesamte Filtratvolumen wird aufgezeichnet. Temperatur, Drücke und Zeit werden ebenfalls aufgezeichnet.

GEFAHR — Der Druck in der Zelle kann bis zu 6 500 kPa (950 psi) betragen. Zur Vermeidung möglicher schwerer Verletzungen ist die Zelle aufrecht zu halten und auf Raumtemperatur abzukühlen, dann erfolgt die Druckentlastung der Zelle, bevor sie demontiert wird. Schwierigkeiten beim Ausschrauben der Gewindestifte können ein Hinweis dafür sein, dass die Zelle noch unter Druck steht. Es sind auch Zellen mit Druckanzeigern verfügbar, die einen zusätzlichen Sicherheitsfaktor bieten können. Es gibt Einrichtungen, die das Auseinanderbauen der Zelle vereinfachen, wenn zu vermuten ist, dass keine vollständige Druckentlastung erfolgte.

7.3.3.9 Am Ende der Prüfung werden das obere und das untere Ventil der Bohrspülungszelle geschlossen, und von den Reglern wird der Druck abgelassen.

7.3.3.10 Das Filtratvolumen wird auf eine Filtrierfläche von 45,8 cm² (7,1 in²) korrigiert. Wenn z. B. die Filtrierfläche 22,6 cm² (3,5 in²) beträgt, ist das angegebene Filtratvolumen zu verdoppeln.

7.3.3.11 Die Zelle wird aus dem Heizmantel entnommen, wobei zunächst sicherzustellen ist, dass sowohl das untere als auch das obere Ventil fest geschlossen ist und der gesamte Druck von den Reglern abgeführt ist. Die Zelle wird aufrecht angeordnet, das Druckentlastungsventil der Zelle wird geöffnet, und dann wird die Zelle besonders vorsichtig geöffnet, um das Filterpapier nicht zu beeinträchtigen. Die Bohrspülung wird verworfen, und der Filterkuchen wird herausgezogen. Der Filterkuchen wird auf dem Papier unter einem sanften Wasserstrom ausgewaschen.

7.3.3.12 Die Dicke des Filterkuchens wird auf den nächsten Millimeter (1/32 in) gemessen und protokolliert.

7.3.3.13 Obwohl Beschreibungen des Filterkuchens subjektiv sind, können Bezeichnungen wie hart, weich, zäh, gummiartig, fest usw. wichtige Informationen zur Qualität des Filterkuchens liefern.

Tabelle 3 — Empfohlener Mindest-Gegendruck

Prüftemperatur		Dampfdruck		Mindest-Gegendruck	
°C	°F	kPa	psi	kPa	psi
100	212	101	14,7	690	100
120	250	207	30	690	100
150	300	462	67	690	100
Grenze bei der „normalen“ Feldprüfung					
175	350	932	135	1 104	160
200	400	1 704	247	1 898	275
230	450	2 912	422	3 105	450

8 Wasser-, Öl- und Feststoffgehalt

8.1 Prinzip

Eine Retorte stellt eine Möglichkeit dar, die in einer Probe der Bohrspülung auf Wasserbasis enthaltenen Volumina Wasser, Öl und Feststoffe abzutrennen und zu messen. In der Retorte wird ein bekanntes Volumen einer kompletten Bohrspülungsprobe erhitzt, um die flüssigen Bestandteile zu verdampfen, die dann kondensieren und in einem Messbehälter aufgefangen werden. Die flüssigen Volumina werden aus der Ablesung der Öl- und Wasserphasen im Messbehälter direkt bestimmt. Das Gesamtvolumen der Feststoffe (suspendiert und gelöst) wird aus der Differenz (Gesamtvolumen der Probe abzüglich des Volumens der flüssigen Bestandteile) bestimmt. Zur Ermittlung des Volumens der suspendierten Feststoffe sind Berechnungen erforderlich, weil die gelösten Feststoffe in der Retorte zurückbleiben. Die relativen Volumina von Leicht-Feststoffen und Beschwerungsmaterialien können ebenfalls berechnet werden. Um in Bohrspülungen auf Wasserbasis die Viskosität und die Filtrierung zu kontrollieren, müssen Konzentration und Zusammensetzung der Feststoffe bekannt sein.

8.2 Prüfeinrichtungen

8.2.1 Retorte

Im Allgemeinen sind Retorten in drei Größen (10 ml, 20 ml und 50 ml) verfügbar. Für diese Retorten gelten die nachfolgend angegebenen Spezifikationen.

8.2.1.1 Proben-Behälter, in Standardgrößen von 10 ml (Präzision $\pm 0,05$ ml), 20 ml (Präzision $\pm 0,10$ ml) oder 50 ml (Präzision $\pm 0,25$ ml).

ANMERKUNG Von den Herstellern der Retorte können auch Proben-Behälter in anderen Größen bezogen werden.

8.2.1.2 Flüssigkeitskühler mit ausreichender Masse, um Öl- und Wasserdämpfe vor dem Verlassen des Kühlers unter ihre Verdampfungstemperatur abzukühlen.

8.2.1.3 Heizelement mit ausreichender Leistung, um die Temperatur der Probe innerhalb von 15 min über die Verdampfungstemperatur der flüssigen Bestandteile zu erhöhen, ohne ein Überkochen der Feststoffe zu veranlassen.

8.2.1.4 Temperaturreglung (wahlweise), mit der die Temperatur der Retorte auf $(500 \pm 40) ^\circ\text{C}$ [$(930 \pm 70) ^\circ\text{F}$] begrenzt werden kann.

8.2.2 Behälter zum Auffangen der Flüssigkeit („IN“), d. h. ein speziell gestaltetes zylindrisches Glasgefäß, das für eine leichtere Reinigung mit einem Rundboden versehen ist und ein trichterförmiges Oberteil hat, um die herabfallenden Tropfen aufzufangen; dieser Auffangbehälter muss den folgenden Spezifikationen entsprechen:

Gesamtfassungsvermögen, in Milliliter:	10	20	50
Präzision (0 % bis 100 %), in Milliliter:	$\pm 0,05$	$\pm 0,05$	$\pm 0,25$
Skalenteilung (0 % bis 100 %), in Milliliter	0,10	0,10	0,10

Kalibrierung: auf Einlauf („IN“), bei $20 ^\circ\text{C}$ ($68 ^\circ\text{F}$):

Skale: Milliliter oder Volumenanteil (in Prozent)

Werkstoff: Transparent und inert gegenüber Öl, Wasser und Salzlösungen bei Temperaturen bis $32 ^\circ\text{C}$ ($90 ^\circ\text{F}$)

Das Fassungsvermögen des Auffangbehälters sollte gravimetrisch verifiziert werden. Durchführung und Berechnungen werden in Anhang H für Auffangbehälter mit einem Fassungsvermögen von 10 ml, 20 ml und 50 ml angegeben.

8.2.3 Feine Stahlwolle, ölfrei.

„Flüssige“ Stahlwolle oder ähnliche Produkte sollten zu diesem Zweck nicht angewendet werden.

8.2.4 Hochtemperatursiliconfett, anzuwenden zur Gewindeabdichtung und als Schmiermittel.

8.2.5 Rohrreiniger.

8.2.6 Kittmesser oder Spachtel, mit einer Klinge, die so geformt ist, dass sie für die Innenmaße des Proben-Behälters der Retorte geeignet ist.

8.2.7 Marsh-Trichter.

8.2.8 Schaumverhinderungsmittel.

8.2.9 Korkenzieher.

8.3 Verfahren

8.3.1 Es ist sicherzustellen, dass der Proben-Behälter der Retorte, der Durchlass am Kühler und der Flüssigkeitsauffangbehälter sauber, trocken und, wenn zuvor bereits verwendet, wieder abgekühlt sind. Innen-seite und Deckel des Proben-Behälters müssen vor der Prüfung mit einem Kittmesser oder Spachtel gründlich gereinigt werden. Die Innenfläche des Proben-Behälters sollte in regelmäßigen Abständen mit Stahlwolle leicht poliert werden. Der Kühler-Durchlass sollte ebenfalls vor jeder Prüfung mit Hilfe eines Rohrreinigers gereinigt und anschließend getrocknet werden. Wenn sich bei einer Prüfung Material im Kühler sammelt, kann die Wirksamkeit der Kondensation verringert werden, so dass für die flüssigen Anteile fehlerhafte Ablesungen erhalten werden.

ANMERKUNG Die Durchführungen können sich in Abhängigkeit von der Art der verwendeten Retorte leicht unterscheiden. Das komplette Verfahren ist den Herstelleranweisungen zu entnehmen.

8.3.2 Aus der Bohrspülung auf Wasserbasis wird eine repräsentative Probe entnommen, die auf etwa 27 °C (80 °F) abzukühlen ist. Die Probe wird auf das 1,68 mm-Sieb (0,066 in-Sieb) (Siebweite 12) im Marsh-Trichter gegeben, um Verstopfungsmaterial, größere Abriebteilchen oder Bohrklein abzutrennen.

8.3.3 Falls eine Bohrspülungsprobe Gas oder Luft enthält, sind zu etwa 300 ml Bohrspülung zwei oder drei Tropfen des Schaumverhinderungsmittels hinzuzufügen, und 2 min bis 3 min ist zu rühren, um die Gase freizusetzen.

8.3.4 Die Gewinde am Proben-Behälter und am Rohr des Kühlers sind mit etwas Siliconfett zu schmieren. Durch die Schmierung wird zum einen der Dampfverlust durch die Gewinde verhindert und zum anderen die Demontage der Prüfeinrichtung sowie ihre Reinigung nach Beendigung der Prüfung erleichtert.

8.3.5 Ein Ring Stahlwolle ist locker in die Kammer über dem Proben-Behälter zu packen. Es ist nur so viel Stahlwolle zu verwenden, dass ein Überkochen von Feststoffen in den Flüssigkeits-Auffangbehälter verhindert wird.

ANMERKUNG Die Menge der zu verwendenden Stahlwolle basiert auf Erfahrungswerten.

8.3.6 Der Proben-Behälter der Retorte wird mit entgaster Bohrspülung auf Wasserbasis gefüllt, siehe 8.3.3. Angaben zum Austreiben von Luft oder Gas, siehe Anhang D.

8.3.7 Der Deckel wird vorsichtig auf dem Proben-Behälter so aufgesetzt, dass eine kleine Menge der Probe durch die Öffnung im Deckel austritt, wodurch sichergestellt wird, dass der Behälter das exakte Volumen der Probe enthält.

8.3.8 Bei festgehaltenem Deckel wird die übergeflossene Bohrspülung von Proben-Behälter und Deckel abgewischt. Es ist sicherzustellen, dass die Gewinde des Proben-Behälters nach dem Wischen noch immer mit einer dünnen Schicht Siliconfett versehen sind und dass die Öffnung im Deckel nicht verstopft ist.

8.3.9 Der Proben-Behälter und sein Kühler werden auf die Retortenkammer geschraubt.

8.3.10 Unter dem Auslassrohr des Kühlers wird ein sauberer, trockener Auffangbehälter für die Flüssigkeit angeordnet.

8.3.11 Die Retorte wird erhitzt, und die vom Kühler abtropfende Flüssigkeit wird beobachtet. Nach Auffangen des letzten Kondensats wird für weitere 10 min erhitzt.

8.3.12 Der Flüssigkeitsauffangbehälter wird aus der Retorte entnommen. Es ist zu protokollieren, ob sich Feststoffe in der aufgefundenen Flüssigkeit befinden. Wenn Feststoffe vorhanden sind, dann ist die noch nicht getrennte Bohrspülungsprobe aus dem Proben-Behälter übergekocht, und die Prüfung muss ab dem in 8.3.6 beschriebenen Arbeitsschritt wiederholt werden.

8.3.13 Die Volumina für Wasser und Öl im Flüssigkeitsauffangbehälter werden abgelesen, nachdem eine Abkühlung auf Umgebungstemperatur erfolgte. Die Volumina (oder die Anteile in Volumenprozent) für das aufgefangene Wasser und Öl werden protokolliert.

8.3.14 Die Retorte wird abgekühlt, die Stahlwolle mit dem Korkenzieher entfernt und der Proben-Behälter mit einem Kittmesser oder Spachtel gereinigt.

8.4 Berechnung

8.4.1 Unter Anwendung der für Öl und Wasser gemessenen Volumina und des Volumens der gesamten ursprünglich vorhandenen Bohrspülungsprobe (10 ml, 20 ml oder 50 ml) sind die Volumenprozentanteile des Wassers, des Öls und die Gesamtanteile der Feststoffe in der Bohrspülung zu berechnen.

a) Volumenanteil Wasser:

Der in Prozent des gesamten Probenvolumens angegebene Volumenanteil Wasser, φ_W wird nach Gleichung (12) berechnet:

$$\varphi_W = 100 \times \frac{V_W}{V_{df}} \quad (12)$$

Dabei ist

V_W das Volumen des Wassers, in Milliliter;

V_{df} das Volumen der Bohrspülungsprobe, in Milliliter.

b) Volumenanteil Öl:

Der in Prozent des gesamten Probenvolumens angegebene Volumenanteil Öl, φ_O wird nach Gleichung (13) berechnet:

$$\varphi_O = 100 \times \frac{V_O}{V_{df}} \quad (13)$$

Dabei ist

V_O das Volumen des Öls, in Milliliter;

V_{df} das Volumen der Bohrspülungsprobe, in Milliliter.

c) Volumenanteil der Feststoffe in der Retorte:

Der in Prozent des gesamten Probenvolumens angegebene Volumenanteil der Feststoffe in der Retorte, φ_S wird nach Gleichung (14) berechnet:

$$\varphi_S = 100 - (\varphi_W + \varphi_O) \quad (14)$$

ANMERKUNG Der nach Gleichung (14) berechnete Prozentanteil (Volumenanteil) der Feststoffe in der Retorte ist lediglich die Differenz zwischen Wasser plus Öl und dem Gesamtvolumen der Probe (10 ml, 20 ml oder 50 ml). Diese Differenz enthält sowohl suspendierte Feststoffe (Beschwerungsmaterial und Leicht-Feststoffe) sowie gelöste Materialien (z. B. Salz). Dieser Prozentanteil (Volumenanteil) der Feststoffe in der Retorte entspricht nur den suspendierten Feststoffen, wenn die Bohrspülung aus unbehandeltem Süßwasser besteht.

8.4.2 Um den Prozentanteil (Volumenanteil) der suspendierten Feststoffe zu ermitteln und ihn auf die relativen Volumina der Leicht-Feststoffe und des Beschwerungsmaterials zu beziehen, sind weitere Berechnungen erforderlich. Zur Durchführung dieser Berechnungen müssen die exakte Dichte der Bohrspülung und die Chloridkonzentration bekannt sein. Der als Prozentanteil des gesamten Probenvolumens angegebene Prozentanteil (Volumenanteil) der suspendierten Feststoffe, φ_{SS} wird nach Gleichung (15) berechnet:

$$\varphi_{SS} = \varphi_S - \left(\frac{\varphi_W \times c_{Cl}}{1680\,000 - 1,21\,c_{Cl}} \right) \quad (15)$$

Dabei ist

c_{Cl} die Chloridkonzentration, in Milligramm je Liter;

φ_W der Prozentanteil (Volumenanteil) Wasser;

φ_{WS} der Prozentanteil (Volumenanteil) Feststoffe.

8.4.3 Der als Prozentanteil des gesamten Probenvolumens angegebene Volumenanteil der Leicht-Feststoffe, φ_g wird nach Gleichung (16) in SI-Einheiten und nach Gleichung (17) in USC-Einheiten (im amerikanischen Sprachraum übliche Einheiten) berechnet:

$$\varphi_g = \frac{1}{(\rho_b - \rho_{lg})} [100 \rho_f + (\rho_b - \rho_f) \times \varphi_{SS} - 100 \rho_{df,A} - (\rho_f - \rho_o) \times \varphi_o] \quad (16)$$

$$\varphi_g = \frac{1}{(\rho_b - \rho_{lg})} [100 \rho_f + (\rho_b - \rho_f) \times \varphi_{SS} - 12 \rho_{df,B} - (\rho_f - \rho_o) \times \varphi_o] \quad (17)$$

Dabei ist

$\rho_{df,A}$ die Dichte der Bohrspülung, in Gramm je Kubikzentimeter;

$\rho_{df,B}$ die Dichte der Bohrspülung, in Pound je Gallone;

ρ_f die nach Gleichung (18) berechnete Dichte des Filtrats, in Gramm je Kubikzentimeter;

$$\rho_f = 1 + 0,000\,001\,09 \varphi_S \times c_{Cl} \quad (18)$$

ρ_b die Dichte des Beschwerungsmaterials, in Gramm je Kubikzentimeter;

ρ_{lg} die Dichte der Leicht-Feststoffe, in Gramm je Kubikzentimeter (falls unbekannt, ist 2,6 anzuwenden);

ρ_o die Dichte des Öls, in Gramm je Kubikzentimeter (falls unbekannt, ist 0,8 anzuwenden);

ANMERKUNG Die Berechnung der Dichte ρ_f nach Gleichung (18) basiert auf der Natriumchloridkonzentration.

8.4.4 Der als Prozentanteil angegebene Volumenanteil des Beschwerungsmaterials, φ_b wird nach Gleichung (19) berechnet:

$$\rho_b = \varphi_{SS} - \varphi_g \quad (19)$$

8.4.5 Die in Kilogramm je Kubikmeter angegebene Konzentration der Leicht-Feststoffe, $c_{lg,A}$, des Beschwerungsmaterials, $c_{b,A}$ und der suspendierten Feststoffe, $c_{SS,A}$ kann nach den Gleichungen (20), (21) bzw. (22) berechnet werden.

$$c_{lg,A} = 10 \rho_g \times \varphi_g \quad (20)$$

$$c_{b,A} = 10 \rho_b \times \varphi_b \quad (21)$$

$$c_{SS,A} = 10 \rho_{lg,A} + c_{b,A} \quad (22)$$

Dabei ist

φ_g der Volumenanteil der Leicht-Feststoffe, in Prozent;

φ_b der Volumenanteil des Baryts, in Prozent.

8.4.6 Die in Pound je Barrel angegebene Konzentration der Leicht-Feststoffe, $c_{lg,B}$, des Beschwerungsmaterials, $c_{b,B}$ und der suspendierten Feststoffe, $c_{SS,B}$ kann nach den Gleichungen (23), (24) bzw. (25) berechnet werden.

$$c_{lg,B} = 3,49 \rho_g \times \varphi_g \quad (23)$$

$$c_{b,B} = 3,49 \rho_b \times \varphi_b \quad (24)$$

$$c_{SS,B} = c_{lg,B} + c_{b,B} \quad (25)$$

Dabei ist

φ_g der Volumenanteil der Leicht-Feststoffe, in Prozent;

φ_b der Volumenanteil des Baryts, in Prozent.

9 Sandgehalt

9.1 Prinzip

Der Sandgehalt der Bohrspülung ist der Prozentanteil (Volumenanteil) der Teilchen mit einem Durchmesser größer als 74 μm . Er wird gemessen, indem ein Satz von Sandsieben zum Einsatz kommt.

9.2 Prüfeinrichtungen

9.2.1 Sieb, 74 μm (Siebweite 200) und 63,5 mm (2,5 in) Durchmesser.

9.2.2 Trichter, passend zum Sieb.

9.2.3 Messrohr aus Glas, mit einer Marke für das Volumen der zuzufügenden Bohrspülung und mit einer Skalenteilung von 0 % bis 20 %, um den Prozentanteil des Sandes direkt ablesen zu können.

9.3 Verfahren

9.3.1 Das Glasmessrohr wird bis zur „Bohrspülungs-Einfüllmarke“ mit der Bohrflüssigkeit gefüllt. Dann wird bis zur nächsten Marke Wasser hinzugefügt. Das Messrohr ist, nachdem seine Öffnung verschlossen wurde, kräftig zu schütteln.

9.3.2 Das Gemisch wird auf ein sauberes, feuchtes Sieb gegossen. Die durch das Sieb fließende Flüssigkeit wird verworfen. In das Messrohr wird mehr Wasser gegeben, es wird erneut geschüttelt und der Inhalt wieder auf das Sieb gegossen. Diese Arbeitsschritte werden wiederholt, bis die Flüssigkeit im Messrohr klar ist. Der auf dem Sieb zurückgebliebene Sand wird gewaschen, um die noch vorhandene Bohrspülung zu entfernen.

9.3.3 Der Trichter wird mit der Oberseite nach unten über das Sieb gestülpt. Dann wird diese Kombination Trichter/Sieb vorsichtig umgedreht, und die Spitze des Trichters wird in die Öffnung des Glasrohrs eingeführt. Der Sand wird durch Spritzen eines feinen Sprühwasserstrahls durch das Sieb in das Messrohr gewaschen. Es ist Zeit für das Absetzen des Sandes zu lassen. An den Teilstrichen auf dem Röhrchen wird der Anteil des Sandes in Volumenprozent abgelesen.

9.3.4 Der Sandgehalt der Bohrspülung wird in Prozent (als Volumenanteil) angegeben. Ferner wird angegeben, woher die Bohrspülungsprobe kommt, d. h. von über dem Schüttelsieb, dem Saugloch usw. Feststoffe, die gröber als Sand sind (z. B. Verstopfungsmaterial), bleiben auf dem Sieb zurück; wenn diese gröberen Feststoffe vorhanden sind, sollte das im Bericht vermerkt werden.

10 Methylenblaukapazität

10.1 Prinzip

10.1.1 Die nach dem Methylenblautest bestimmte Methylenblaukapazität der Bohrspülung dient als Hinweis auf die Menge des vorhandenen reaktiven Tons (Bentonit und/oder Feststoffe beim Bohren). Die Methylenblaukapazität ermöglicht eine Abschätzung der gesamten Kationenaustauschkapazität der Feststoffe in der Bohrspülung. Methylenblaukapazität und Kationenaustauschkapazität sind nicht unbedingt äquivalent, sondern die Methylenblaukapazität ist etwas niedriger als die tatsächliche Kationenaustauschkapazität.

10.1.2 Zu der Bohrspülungsprobe (die mit Wasserstoffperoxid behandelt und angesäuert wurde) wird bis zur Sättigung Methylenblaulösung hinzugefügt, d. h. bis sich um einen Tropfen der Feststoffsuspension auf Filterpapier ein farbiger „Hof“ bildet. Abwandlungen des für Bohrspülungen verwendeten Verfahrens können an Bohr-Feststoffen und an handelsüblichem Bentonit durchgeführt werden, um die Menge aller Arten von Feststoffen zu bestimmen, die in der Flüssigkeit vorhanden sind (siehe ISO 10416 [4] oder API RP 13 [5]).

10.1.3 Bohrspülungen enthalten oftmals außer reaktiven Tonen Stoffe, die Methylenblau absorbieren. Eine Vorbehandlung mit Wasserstoffperoxid (siehe 10.3.2) dient dazu, den Einfluss organischer Materialien zu beseitigen, z. B. Lignosulfonate, Lignite, Zellulose-Polymere, Polyacrylate usw.

10.2 Reagenzien und Prüfeinrichtungen

10.2.1 Methylenblaulösung, analytisch reines Methylenblau (CAS Nr 61-73-4), 3,20 g/l (1 ml = 0,01 meq).

Der Feuchtegehalt des analytisch reinen Methylenblaus muss jedes Mal bestimmt werden, wenn die Lösung angesetzt wird. Eine Menge des Methylenblaus von 1,000 g wird bei $(93 \pm 3)^\circ\text{C}$ $[(200 \pm 5)^\circ\text{F}]$ bis zur Massenkonstanz getrocknet. Zum Ansetzen der Lösung nach Gleichung (26) ist eine entsprechende Korrektur für die in Gramm angegebene Masse m_S des Methylenblaus vorzunehmen:

$$m_S = \frac{3,2}{m_{ds}} \quad (26)$$

wobei m_{ds} die in Gramm angegebene Masse der getrockneten Probe ist.

10.2.2 Wasserstoffperoxid (CAS Nr 7722-88-5), Lösung mit 3 %.

GEFAHR — H_2O_2 ist ein starker Oxidator. Hautkontakt sollte vermieden werden.

10.2.3 Schwefelsäure (CAS Nr 7664-93-9), verdünnt, etwa 2,5 mol/l (5 N).

GEFAHR — H_2SO_4 ist eine starke und giftige Säure.

ANMERKUNG Die Normalität (N) ist keine anerkannte Benennung, obwohl viele Hersteller von Geräten für die Prüfung von Bohrspülungen die Titrations-, die Indikator- und die Pufferlösungen durch die Normalität kennzeichnen.

10.2.4 Spritze, 2,5 ml („EX“) oder 3 ml („EX“).

10.2.5 Erlenmeyerkolben, Fassungsvermögen 250 ml.

10.2.6 Bürette, 10 ml („EX“); Mikropipette, 0,5 ml („EX“) oder Messpipette, 1 ml („EX“).

10.2.7 Messzylinder, 50 ml („EX“).

10.2.8 Rührstab.

10.2.9 Heizplatte.

10.2.10 Filterpapier, Whatman Nr 1³⁾ oder ein gleichwertiges Filterpapier.

10.3 Verfahren

10.3.1 In einen Erlenmeyerkolben, der 10 ml Wasser enthält, werden 2,0 ml der Bohrflüssigkeit (oder ein Volumen, für das 2 ml bis 10 ml Methylenblaulösung erforderlich sind) gegeben. Die verwendete Spritze sollte ein Fassungsvermögen von mehr als 2 ml haben, in der Regel 2,5 ml oder 3 ml. Bei Anwendung einer größeren Spritze ist es nicht notwendig, die in der Spritze enthaltene Luft zu entfernen. Um sicherzustellen, dass genau 2,0 ml Bohrspülung zugegeben werden, ist das folgende Verfahren anzuwenden.

- Die Luft oder das Gas, die/das in der Bohrspülung enthalten ist (Angaben zur Entfernung von Luft oder Gas, siehe Anhang D), wird entfernt. Die Bohrspülung wird gerührt, um das Gel aufzubrechen, dann wird sie rasch in die Spritze gezogen. Anschließend wird der Inhalt der Spritze langsam wieder zurück in die Bohrspülung gegeben, wobei die Spitze eingetaucht bleibt.
- Es wird erneut Bohrspülung in die Spritze hineingezogen, bis das Kolbenende die letzte Skalenmarke auf der Spritze erreicht (z. B. bei einer 3-ml-Spritze bis zum 3-ml-Teilstrich).
- 2,0 ml Bohrspülung werden aus der Spritze abgegeben, indem der Kolben so weit nach innen gedrückt wird, dass er ab der letzten Skalenmarke auf der Spritze einen Weg zurücklegt, der exakt 2 ml entspricht. Bei einer 3-ml-Spritze ist er demzufolge beim 1-ml-Teilstrich anzuhalten.

10.3.2 15 ml des 3%igen Wasserstoffperoxids und 0,5 ml Schwefelsäure werden hinzugefügt. Für 10 min ist vorsichtig sieden zu lassen, jedoch nicht bis zur Trockne. Die Lösung wird mit Wasser auf etwa 50 ml verdünnt.

10.3.3 In den Kolben wird Methylenblaulösung in Teilmengen von jeweils 0,5 ml eingebracht. Falls die zum Erreichen des Endpunkts benötigte ungefähre Menge der Methylenblaulösung aus vorherigen Prüfungen bekannt ist, können zu Beginn der Titration größere Teilmengen (1 ml bis 2 ml) angewendet werden. Nach jeder Zugabe von Methylenblaulösung wird der Kolben etwa 30 s geschwenkt. Während sich die Feststoffe noch in Suspension befinden, wird mit dem Rührstab ein Tropfen Flüssigkeit entnommen und auf das Filterpapier überführt. Der anfängliche Titrationsendpunkt ist erreicht, wenn sich ein blauer oder türkisfarbener Ring um die gefärbten Feststoffe herum zeigt, wie im Punkt 4 der Legende zu Bild 1 dargestellt.

3) Whatman Nr 1 ist ein Beispiel für ein geeignetes handelsübliches Produkt. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Teils von ISO 10414 und bedeutet keine Anerkennung dieses Produktes durch die ISO.