



硫化物含量测定仪

型号：1812



使用说明

Instruction Manual

更新 01/06/2020

版本. 2.0

Version 1.0

©版权所有 青岛创梦仪器有限公司
© all rights reserved, Qingdao Chuangmeng Instrument Co., Ltd

请你仔细阅读《使用手册》，正确掌握本产品的安装和使用方法。阅读后请将本《使用手册》妥善保管，以备今后进行检修和维护时使用。

Please read the Instruction Manual carefully, for correctly grasping the installation and using method of this product. Please keep properly this Instruction Manual after reading, for the usage during troubleshooting and maintenance in the future.

联系方式 Contact:

邮编 Zip code: 266100

网址 Website: www.qdcmyq.com

电话 Tel: 86-0532-66993768

传真 Fax: 86-0532-66993744

邮箱 E-mail: cmtech@sina.com

公司地址: 中国·青岛市市北区温州路 7 号

生产基地: 青岛市城阳区流亭街道兴海路 3 号

Address: No. 7 Wenzhou Road, City Northern District, Qingdao City, China

Production base: No. 3 Xinghai Road, Liuting Street, Chengyang District, Qingdao

目录

1、简介.....	2
2、规格	2
3、组件.....	3
4、安装.....	5
5、硫化物测试	7
A、步骤.....	8
B、计算	10
6、碳酸盐测试	11
A、步骤	12
B、计算.....	15
7、油性油体.....	16
A、步骤.....	17
B、计算	19
8、维护.....	20

1、简介

硫化物含量测定仪广泛用于测定钻井液中硫化物和碳酸盐浓度的便携式仪器。

可溶的硫化物包括 H_2S 以及硫化物(S^{2-})和二硫化物(HS^-)离子。可溶性碳酸盐包括 CO_2 以及碳酸盐岩(CO_3^{2-})和重碳酸盐(HCO_3^-)离子。泥浆滤液是在气体分离器中酸化,将所有硫化物转变为 H_2S 或将所有的碳酸盐转化为 CO_2 ,这取决于测试种类。

气体分离器将气体从液体中分离出来,惰性载气通过分离间传输气体。在 3 号腔室,流通过一个与硫化氢 (H_2S) 或二氧化碳 (CO_2) 作用而沿其长度可变褐(黑)的测试管。变褐(黑)的长度正比于钻井液滤液中的硫化物或碳酸盐的总量。

定性 H_2S 分析,插入醋酸铅纸盘来确定是否存在硫化物。硫化物含量测定仪由一个透明的分离器,压力调节器,二氧化碳和一氧化二氮墨盒(选配),检测硫化氢和碳酸盐岩的测试管,流量计,和一个便携手提箱组成。

2、规格:

名称	技术参数	
气体分离体 1 号室	高度 90mm × 直径 38mm	
气体分离体 2 号室	高度 90mm × 直径 30mm	
气体分离体 3 号室	高度 90mm × 直径 30mm	
气体分离体通道	直径 2mm	
分散管	注射杆直径	直径 8mm × 高度 50mm
	熔块直径	直径 30mm
用于低浓度范围的测试 H_2S 分析管	标有 H_2S 100/a	
用于高浓度范围的测试 H_2S 分析管	标有 H_2S 0.2%/a	

为便于硫化物的分析,载气不能和 H_2S 或硫盐、柠檬酸、破乳剂和异丙醇反应。最好选用二氧化碳,但氮气或氦也可以。一氧化二氮只用于碳酸的分析。避免使用压缩空气或氧化气体。流量计:最好选用浮球式,能够测量之间 200 和 400 立方厘米/分钟的载气。注射器和注射管必须是于硫化物和石油泥浆是不反应的玻璃或塑料。

3、组件

S0505	测试管“○”型圈；数量：4
S0506	锁紧螺母/流量计管/测试管“○”型圈；数量：6
P0227	减压器；数量：1
18122	调压阀；数量：1
G0447	硫化氢试纸；100片/包；数量：1
P0129	分散管；数量：2
G0400	测试管；硫化氢 0.1-4%；数量：2
G0411	测试管；硫化氢 50-1500%；数量：2
S01E0	不脱出螺丝；数量：5
181218	流量计管数量：1
S0524	第2和第3腔室“○”型圈；数量：4
S0527	第1腔室“○”型圈；数量：2
P0381	橡胶管； $\varnothing 9 \times 1.5 \times 30$ mm；数量：2
1812106	锁紧螺母；数量：2
P0380	反口橡胶塞；数量：8
G0466	正辛醇（消沫剂）；60mL.
T0205	便携箱
G0262	移液管助吸器；10 mL
G0137	移液管；10 mL x 1/10 mL
G0134	移液管；1 mL x 1/100 mL
G0218	一次性带针管的注射器，20 mL
P0453	磁力搅拌器；1,500 转每分钟；（用于钻井液分析）
P0454	磁力搅拌棒， $\varnothing 6 \times 25$ ；

选配:

G0231 气体采集袋; 数量: 2
G0455 手泵; 数量:1

1218104 CO2 穿刺阀芯
1218103 穿刺针固定器垫圈;
G0484 CO2 气弹
G0485 N2O 气弹

测定油性液体中硫化物工具箱:

G0466 辛醇消泡剂; 2 盎司
G0467 柠檬酸;
G0165 玻璃注射器; 2 mL
G0163 玻璃注射器; 5 mL
G0166 玻璃注射器; 10 mL
G0218 一次性注射器; 20 mL

备用配件:

- S0505 测试管“○”型圈; 数量: 8
- S0506 锁紧螺母/流量计管/测试管“○”型圈; 数量:12
- G0447 硫化氢试纸; 100 包装; 数量: 4
- G0400 测试管; 硫化氢 0.1-4%;数量: 6
- G0411 测试管; 硫化氢 50-1500%;数量: 6
- G0231 气体采集袋; 数量: 10
- S0524 第 2 和第 3 腔室“○”型圈; 数量: 10
- S0527 第 1 腔室“○”型圈; 数量: 10
- P0381 橡胶管; $\varnothing 9 \times 1.5 \times 30\text{mm}$; 数量: 6
- 1812106 锁紧螺母; 数量: 4
- P0380 反口橡胶塞; Qty: 12
- P03I1 正辛醇 (消沫剂);60mL.; 数量: 2
- G0137 移液管; 10 mL x 1/10 mL; 数量: 2
- G0134 移液管; 1 mL x 1/100 mL; 数量: 4
- G0218 一次性注射器; 数量: 12

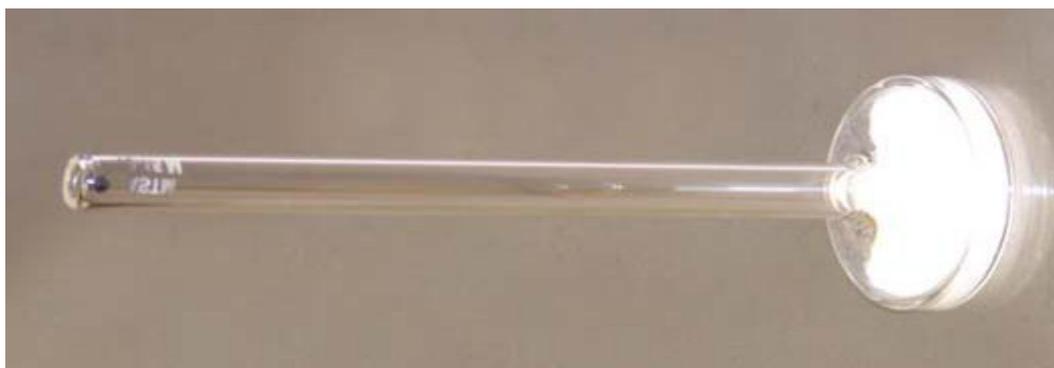
- 1218104 CO2 穿刺阀芯; 数量: 6
- 1218103 穿刺针固定器垫圈; 数量: 4
- G0484 CO2 气弹 10 包; 数量: 30
- G0485 N2O 气弹 10 包;数量: 20

4、安装

1. 使用前确保气体分离器干燥、洁净。分离器里的水分会引起流量计不规律飘浮，可能影响测试管读数的准确性。
- 2 把分离器放在水平面上。移去顶盖
- 3、在 1 号腔室加入 20ml 脱离子水和 5 滴辛基消泡剂。
4. 将流量计插入腔室 2 与 3 之间的孔座中，使“○”型圈均匀密封。
5. 把分散管放入 1 号腔室。把“○”型圈放进 1 号腔室的上盖的孔中。把尼龙管固定器旋进盖中，只要能固定“○”型圈。小心盖上盖子,确保分散管进入 1 号腔室上的孔。盖上盖子时,加紧尼龙管固定器。调节多孔板（腔室 1）到腔室底部以上约 5mm。“○”型圈均匀密封。
- 6.均匀地用手紧固所有密封圈上的螺丝。



7. 旋松(逆时针)减压器 T 型螺杆，连接气源。
注：用气弹时，移除气弹固定器并放进一个新的气弹。拧紧气弹固定器直到其内部被刺破。对硫化物分析,用 CO_2 气体。对于碳酸盐分析,用 N_2O 气体。
- 8 用橡胶软管将调节器连接到分散管上。连接其他橡胶软管到 3 号腔室的尼龙装置上。
9. 拧紧减压器的 T 型螺杆，使流动的气体缓慢流过系统 30 秒。这将清除系统中剩余的空气。检查是否泄漏,然后关闭气流。



分散管
(P0129)

5、硫化物测定

可溶的硫化物浓度,包括硫化氢(H_2S)、硫化物(S^{2-})和(HS^-)离子可以用硫化物含量测定仪测定。泥浆滤液在气体分离器中被酸化,使所有硫化物转变为硫化氢。然后被通过样品并发泡的载气所带出,通常是二氧化碳(CO_2)。硫化物含量测定仪把气体从液体中分离出来。气流通过一个与硫化氢(H_2S)作用而沿其长度可变褐(黑)的测试管。变褐(黑)的长度正比于钻井液滤液中的硫化物总量。用于低浓度范围的测试管从白色变为褐(黑)色。通常钻井液中的污染物不会引起这种颜色变化。

醋酸铅纸用于定性测定硫化物与是否存在。如果醋酸铅纸变黑,表明存在硫化物,测试管用于定量分析。

A、硫化物测定步骤:

1. 使用下面的表格,确定样本体积和测试需要的测试管类型。

硫化物含量范围 (mg/L)	样本体积 (ml)	测试管选择 (见管体)	测试管当量换算因数(管系数)
1.2--2.4	10.0	H_2S 100/a	0.12
2.4--48	5.0	H_2S 100/a	0.12
4.8--96	2.5	H_2S 100/a	0.12
60—1020	10.0	H_2S 0.2%/A	1500
120-2040	5.0	H_2S 0.2%/A	1500
240--4080	2.5	H_2S 0.2%/A	1500

2. 打开测试管的两端，按箭头方向插入腔室 3 旁的孔座中。确保管上的箭头向下，确保“○”型圈均匀密封。
3. 把橡胶管从 3 号腔室连到测试管。
4. 用滤失仪收集足够数量的无固体滤液用于分析。如果要检测到低浓度的可溶性硫化物，则需要大量的滤液。可用上表做为指导。在取样、过滤和制备过程中，样品不应长时间暴露在空气中，因为硫化物会由于在空气的氧化作用而迅速流失。
5. 按照上表，用注射器通过 1 号室旁的注射口将无固体滤液注入到 1 号腔室内。在 1 号腔室上的样品入口点放一个反口橡胶塞。
6. 用皮下注射器和针头通过 1 号室旁反口橡胶塞向 1 号腔室慢慢注入 10 毫升 5N 硫酸溶液。
7. 立即启动 CO₂ 气源。调节流速，使流量计中的球保持在两条线之间。（一个 CO₂ 气弹以这种速度可以提供大约 15 到 20 分钟的流量。）
8. 观察测试管的外观变化，在褐（黑）色向前扩散到产生“羽毛状或污点”之前，记录下变褐（黑）的最大长度（按管上所标出的单位记录），继续注入载气达到总时间 15min，尽管前端也许会出现颜色扩散或羽毛状颜色，用高量程测试管时，SO₂ 导致橘黄色，如样品中含有硫化物，也许出现在褐（黑）色之前。当记录褐（黑）色长度时，橘黄色 SO₂ 区域应该被忽略，为使测试管达到最高精度变褐（黑）的长度应该大于测试管总长度的一半，所以滤液样品体积必须精心选择。

注：为达到最好的精度，“变褐（黑）长度”应大于测试管长度的一半，因此必须精心选择“样品体积”。

9. 用合适的醋酸铅纸盘装入 3 号腔室密封圈的下方或许可以代替腔室列的测试管，醋酸铅纸能够定性测试出样品中硫化物的存在与否，变黑的试纸证明存在硫化物。确定样品中存在硫化物后就可以用测试管定量测定样品中硫离子的含量了。

硫化物测定

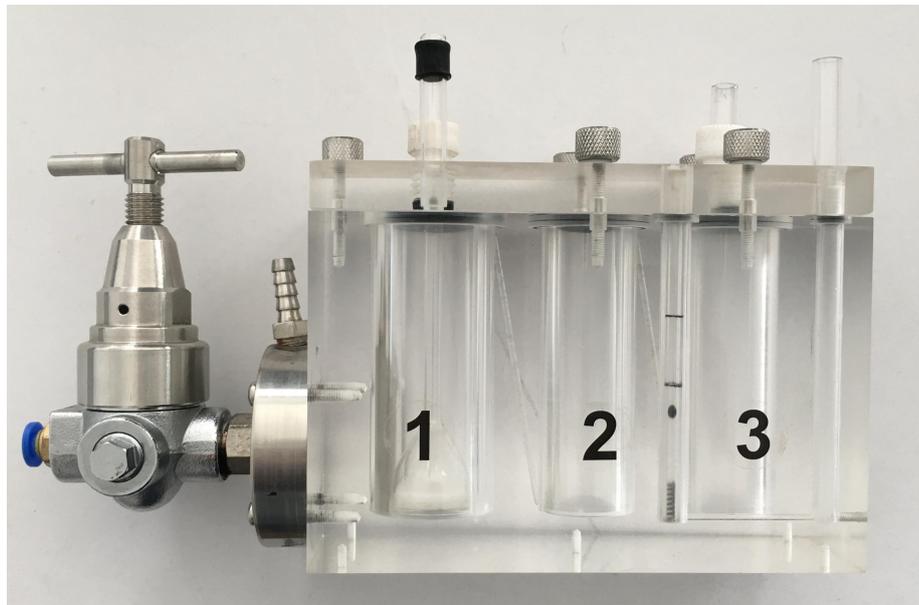
B、计算

用测量的样品体积，测试管最大变褐（黑）长度和表格中测试管系数，计算样本中的硫化物含量。

硫化物(mg/L) = (最大变褐（黑）长度) × (管系数) / 样本体积(mL)

6、碳酸盐测试

钻井液滤液中的碳酸盐浓度，包括 CO_2 ，碳酸盐(CO_3^{2-})和碳酸氢盐(HCO_3^-)离子可用硫化物含量测定仪气体分离器测定。泥浆滤液在气体分离器中被酸化，使所有碳酸盐转变为 CO_2 。然后被通过样品并发泡的载气所带出，通常是一氧化碳。气体分离器把气体从液体中分离出来，收集在一个使 CO_2 最大程度混合的 1 公升气袋中，随后以恒定流速通过测试管。气流通过一个与 CO_2 作用而沿其长度可变紫的测试管。 CO_2 和联氨的化学反应使结晶紫指示器变紫，变紫的长度正比于钻井液滤液中的碳酸盐总量。



A、碳酸盐测试步骤

1. 检查气袋是否泄漏。压缩袋子,然后把袋和活塞连接到手动泵,用一个丢弃测试管作为连接。彻底按下和释放手泵。当气包是空的,并没有泄漏,泵将保持按下的状态几分钟。如果检测到泄漏,检查手泵和所有连接。单独检查手泵时,插入一个密封的测试管进入打开的泵并按下波纹管。如果泵没有泄漏它将保持按下的状态。

2. 用完全收缩的气袋,关闭活塞和从 3 号腔室引出橡胶管连接到关闭的活塞。

3. 使用下面的表格,确定样本体积和测试需要的硫化物含量测定仪管类型。

碳酸盐浓度 (mg/L)	取样体积 (mL)	测试管规格 (见管体)	管系数 (用于方程式)
25~750	10.0	CO ₂ 0.01%/a	2.5
50~1500	5.0	CO ₂ 0.01%/a	2.5
100~3000	2.5	CO ₂ 0.01%/a	2.5
250~7500	10.0	CO ₂ 0.01%/a	2.5

4. 将注射器注入测量过的无固相滤液。在 1 号腔室上的样本入口点放置一个反口橡胶塞。

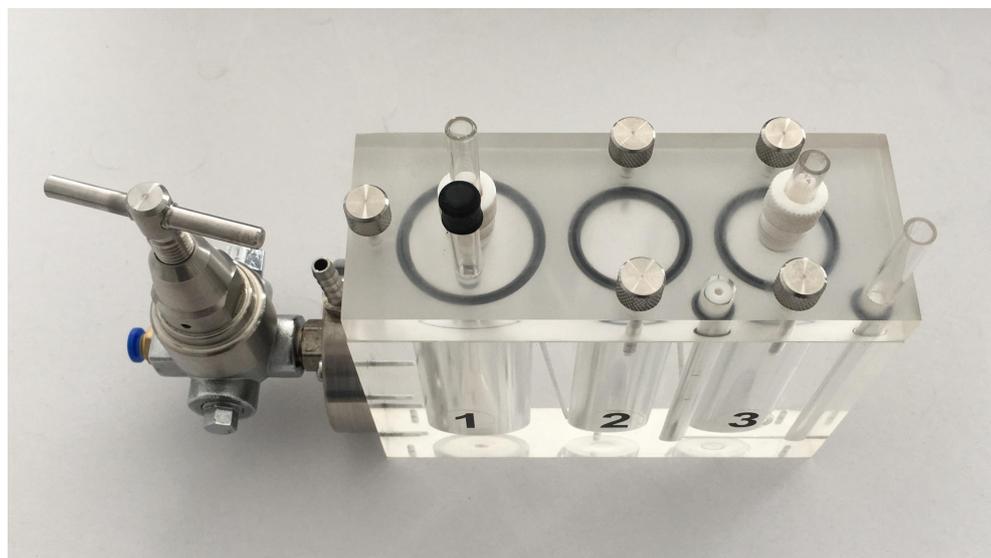
5. 用皮下注射器和针头通过 1 号室旁反口橡胶塞向 1 号腔室慢慢注入 10 毫升 5N 硫酸溶液。

6. 松开尼龙管夹和低浓度分散管到腔室的底部。

7. 打开气袋上的活塞。旋紧调节阀的 T 型螺杆,重新启动 N₂O 流。慢慢充满气袋,持续大概十分钟。当袋子触摸起来结实时,拧松调节器的 T 型螺杆。关闭活塞密封气袋。

8. 立即打开测试管两端。从 3 号腔室连接物中移除橡胶管,把软管的尾部连接到测试管尾部的上面。测试管上的箭头显示了气流的方向。把手泵连到测试管的另一端。测试管上的箭头应该从气袋指向手泵。

9. 打开气袋上的活塞。用稳定的手压,按下手泵。松开手泵,使气体流出气袋并通过测试管。运转手泵和计数要求的充气到空袋子里的次数。如果需要超过十次空袋子可能有个裂缝,测试将会失效。



10. 如果气袋中存在二氧化碳, 测试管会变紫。记录测试管上变色长度, 任何微弱的淡蓝色长度可能成为整体变色读数的一部分。为了更准确, 变褐 (黑) 的长度应该充满超过管总长度的一半。因此, 滤液样本体积必须仔细选择。

B、计算:

利用标准样本体积测试管变色长度和管系数 2.5 计算滤液样本中总可溶碳酸盐 ($\text{CO}_2 + \text{CO}_3^{2-} + \text{HCO}_3^-$)

使用以下方程:

$$\text{碳酸盐 (mg/L)} = 2.5(\text{变褐 (黑) 长度}) / \text{样本体积 (mL)}$$

7、油性流体

为获得所有的“活跃的硫化物”, 应该分析石油泥浆(不是滤液)。液体的石油泥浆组成和“活跃的硫化物”的固相组成, 通常中和硫化氢(H_2S) 和加上未反应的硫化氢石灰的产物。用 **2M** 柠檬酸这是弱酸, 不用测量惰性硫化物(如固体的 ZnS 、 CuS 、或 PbS)只分析了活跃的硫化物。

A、油性流体步骤

1. 将磁力搅拌棒放入 1 号腔室。
2. 组装气体分离器用于常规硫化气体测试。
3. 把气体分离器放在电磁搅拌器上。
4. 使用下面的表格, 确定样本体积和测试需要的测试管类型

硫化物范围(mg/L)	样本体积(mL)	测试管选择	管系数 (方程中使用)
1.2 to 24	10.0	H_2S 100/a	.12
2.4 to 48	5.0	H_2S 100/a	.12
4.8 to 96	2.5	H_2S 100/a	.12
60 to 1,020	10.0	H_2S 0.2%/A	1500
120 to 2,040	5.0	H_2S 0.2%/A	1500
240 to 4,080	2.5	H_2S 0.2%/A	1500

5. 打开测试管的两端, 按箭头向下插入 3 号腔室旁的孔座中。确保管上的箭头向下指, 测试管密封。
6. 通过 1 号腔室顶部的反口橡胶塞插入样品注射管, 确保密封。
7. 加 20ml 2M 柠檬酸破乳剂和异丙醇混合物入 1 号腔室。

8. 1号腔室加入 10 滴辛醇消泡剂。

9. 用中等速度操作磁力搅拌器，小心地将分散管放入循环液体中，直到刚好位于旋转搅拌棒上方。

10. 用一注射器慢慢注入正确体积量的样品，允许混入搅拌棒旋涡中，至少搅拌 2min。

注：注射器中样品至少要多 0.5mL，这样才能保证注入更为准确。

11. 立即启动 CO₂ 气源。调节流速，使流量计中的球保持在两条线之间。（一个 CO₂ 气弹以这种速度可以提供大约 15 到 20 分钟的流量。）

12. 观察测试管的外观变化，在褐（黑）色向前起跑到产生“羽毛状或污点”之前，记录下变褐（黑）的最大长度，继续注入气体持续 15min，尽管前端也许会出现颜色扩散或羽毛状色调，用高量程测试管的情况下，由 SO₂ 引起的橘黄色污点（来自泥浆中的硫酸盐），也许在出现褐（黑）色的前方--如样硫化物存在于样品中时，当记录褐（黑）色长度时，橘黄色 SO₂ 区域应该被忽略，为使测试管达到最高精度，变褐（黑）的长度应该大于测试管总长度的一半，所以滤液样品体积必须精心选择。

B、油性流体计算

利用标准样本体积测试管的最大变色长度和表中对应的管系数，计算样本中的硫化物。

硫化物含量 (mg/L) = 测试管变褐（黑）长度 × 测试管换算因数 / 样品体积 (mL)

8、仪器的维护与保养

1. 每次测试后彻底清洁仪器。

a. 清洗腔室列，拆下橡胶管，然后拆下顶盖。

b. 从座孔中取下测试管和流量计用塞子将孔塞住以保持其干燥。

c. 用温水，中性清洁剂和软刷冲洗腔室列。

d. 用洗管器将腔室间的通道清洗干净。

e. 冲洗干净分散管。用空气或者 CO₂ 将多盘孔吹干。

f. 用脱离子水冲洗整套设备并将水排干。

2. 定期更换气袋，避免泄漏和污染系统。通常最好是 10 次测试后替换一次。

3. 清洁分散管熔块和注射管,首先清洗剂清洗，然后用清水冲洗。用气体吹熔块。定期将分散管放在强酸溶液(HCL - 20%)中浸泡，除去碳酸钙沉淀物。

青岛创梦仪器有限公司 装箱单

Qingdao Chuangmeng Instrument Co., Ltd. Packing list

生产企业：青岛创梦仪器有限公司

Manufacturing enterprise: Qingdao Chuangmeng Instrument Co.,Ltd.

生产地址：青岛市城阳区流亭街道兴海路 3 号

Production address:No. 3 Xinghai Road, Liuting Street, Chengyang District, Qingdao

主机型号：

Model of the main motor:

出厂编号：

Manufacturing No:

序号	编号	名称及规格	单位	数量
1		分离体组件	套	1
2		气瓶减压器	套	1
3		磁力搅拌器	只	1
4		醋酸铅试纸	片	100
5		消泡剂（正辛醇）（60ml）	瓶	1
6		H ₂ S 分析管 100/A	盒	1
7		H ₂ S 分析管 0.02%/a	盒	1
8		开管器	只	1
9		分散管	只	1
10		移液管（1ml）	只	1
11		移液管（10ml）	只	1
12		“○”型圈（ $\phi 11 \times 2.4$ ）	只	4
13		“○”型圈（ $\phi 12 \times 2.4$ ）	只	4
14		“○”型圈（ $\phi 7.5 \times 1.8$ ）	只	4
15		“○”型圈（ $\phi 30 \times 3.55$ ）	只	4
16		“○”型圈（ $\phi 37.5 \times 3.55$ ）	只	4
17		毛刷	把	1
18		一次性注射器（20ml）	只	1
19		一次性注射器（5ml）	只	1
20		移液管助吸器 10ml	只	1
21		反口堵	只	6
22		乳胶管	根	1
23		使用手册	份	1
24		合格证	份	1