



JJF XXXX-XXXX

钻井液固相含量测定仪校准规范

Calibration specification of drilling fluid retort assembly

（征求意见稿）

XXXX - XX - XX发布 XXXX - XX - XX实施

国 家 市 场 监 督 管 理 总 局 发 布

钻井液固相含量测定仪校准规范

Calibration specification JJF XXXX-XXXX

of drilling fluid retort assembly

归 口 单 位： 全国石油专用计量测试技术委员会

主要起草单位：中国石油化工股份有限公司山东胜工检测技术有限公司

参加起草单位：中石化胜利石油工程公司、中石化胜利石油工程公司塔里木分公司、中石化胜利石油工程公司黄河钻井总公司、中石化胜利石油工程公司井下作业公司、中国石油化工股份有限公司胜利油田分公司安全环保质量管理部

本规范委托全国石油专用计量测试技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

李子杰（中石化胜利石油工程公司）

葛 磊（中石化胜利石油工程公司塔里木分公司）

赵 波（中石化胜利石油工程公司黄河钻井总公司）

参加起草人：

李 兵（中石化胜利石油工程公司井下作业公司）

宋东旭（山东胜工检测技术有限公司）

王合新（山东胜工检测技术有限公司）

王 伟（中国石油化工股份有限公司胜利油田分公司安全环保质量管理部）

陈丽丽（山东胜工检测技术有限公司）

目 录

[引言 III](#_Toc12025)

[钻井液固相含量测定仪校准规范 1](#_Toc402)

[1 范围 1](#_Toc4139)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc30241)

[3 术语 1](#_Toc24616)

[4 概述 1](#_Toc6858)

[4.1 原理 1](#_Toc23408)

[4.2 结构 1](#_Toc30669)

[5 计量特性 2](#_Toc14331)

[5.1 外观 2](#_Toc26385)

[5.2 玻璃量筒 2](#_Toc15517)

[5.3 绝缘电阻 3](#_Toc15999)

[5.4 绝缘强度 3](#_Toc28790)

[5.5 钻井液杯容量误差 3](#_Toc13863)

[5.6 固相仪仪器误差 3](#_Toc2818)

[6 校准条件 3](#_Toc12444)

[6.1 环境条件 3](#_Toc20864)

[6.2 校准设备 3](#_Toc18656)

[7 校准项目和校准方法 4](#_Toc23281)

[7.1 校准项目 4](#_Toc12899)

[7.2 校准方法 4](#_Toc22988)

[8 校准结果 5](#_Toc21740)

[9 复校时间间隔 5](#_Toc22581)

[附录A 纯水在标准大气压下的密度值 6](#_Toc91162057)

[附录B 钻井液固相含量测定仪示值误差测量不确定度评定与表述 7](#_Toc91162058)

[附录C 钻井液固相含量测定仪校准记录格式 9](#_Toc91162063)

[附录D 钻井液固相含量测定仪校准证书格式 10](#_Toc91162064)

引  言

本规范依据JJF 1071《国家计量校准规范编写规则》、JJF1001《通用计量术语及定义》、JJF 1059《测量不确定度评定与表示》编制。

本规范规定了钻井液固相含量测定仪（以下简称“固相仪”）的使用范围。钻井液固相含量测定仪是在钻井工程中测量钻井液中所含的液相和固相含量（包括内加热式、外加热式）的专用泥浆测试仪器。

钻井液固相含量测定仪校准规范

* 1. 范围

本规范规定了钻井液固相含量测定仪（以下简称“固相仪”）的范围、规范性引用文件、术语、计量特性、校准条件，描述了校准方法，给出了校准结果和校准间隔。

本规范适用于固相仪新制造、使用中和修理后的校准。

* 1. 规范性引用文件

下列规范中的内容通过文中的规范性引用而构成本规范必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本规范；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本规范。

GB/T 15479 工业自动化仪表绝缘电阻、绝缘强度技术要求和试验方法

SY/T 6677 钻井液固相含量测定仪校准方法

* 1. 术语

仪器误差 nstrumentali

整个测试系统装置的整体误差。

绝缘强度 insuiating strength

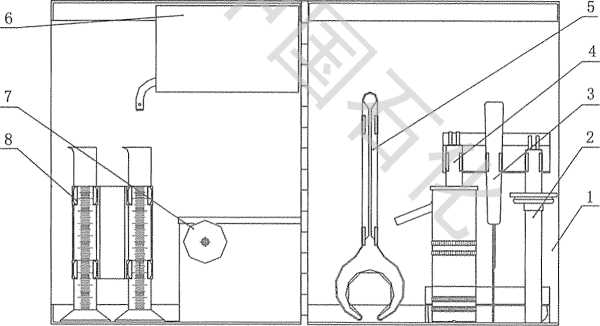
可施加在仪表指定绝缘部分之间不致产生飞弧或跨越绝缘材料的电流不超过某规定电流值的直流或正弦交流电压。

* 1. 概述
     1. 原理

固相仪基于蒸馏原理，取一定量钻井液，用电加热使其中液相组分完全蒸发，经冷凝后收集在量筒内，计算液相和固相的质量分数或体积分数。

* + 1. 结构

结构示意图见图1。



标引序号说明：

1——箱体；

2——加热棒；

3——刮刀；

4——蒸馏器；

5——托夹；

6——冷凝体；

7——钻井液杯盖；

8——量杯。

1. 固相含量测定仪

固相仪规格型号和技术参数见表1。

1. 固相仪规格型号和技术参数

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 分类 | 规格型号  （mL） | 加热器功率  （W） |
| 内热式 | 20 | 120 |
| 50 | 240 |
| 外热式 | 20 | 260 |
| 50 | 360 |

* 1. 计量特性
     1. 外观

固相仪应标明名称、型号、制造厂名、制造编号、制造年月。

固相仪表面应光洁，不得有剥落、碰伤及划痕。

紧固件不得有松动、损伤。

电线插头与加热器插座应配合良好。

钻井液杯、杯盖及加热器应光洁，不得有残留固相。加热器杯盖应有抗高温防水胶圈。

* + 1. 玻璃量筒

玻璃量筒应检定合格。

* + 1. 绝缘电阻

固相仪的电路与外壳间的绝缘电阻应不小于20 MΩ。

* + 1. 绝缘强度

固相仪的绝缘强度应符合GB/T15479中的规定。

* + 1. 钻井液杯容量误差

固相仪钻井液杯容量允许误差应符合表2的规定。

1. 固相仪钻井液杯容量允许误差

| 钻井液杯标称容量 /mL | 容量允许误差 /mL |
| --- | --- |
| 20 | ±0.10 |
| 50 | ±0.15 |

* + 1. 固相仪仪器误差

固相仪仪器误差应≤±3%。

* 1. 校准条件

6.1 环境条件

环境温度：20 ℃±5 ℃

环境湿度：≤75%

**6.2 校准设备**

1. 固相仪校准设备

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 项目 | 名称 | 技术要求 |
| 标准器 | 电子天平 | 最大量程500g，最小称量0.02g，读数精度0.001g |
| 配套设备 | 耐压试验装置 | 电压220V,输出功率≤0.5 kW |
| 兆欧表 | 500 V，500 MΩ，10级 |
| 玻璃量筒 | 量入式：50 mL±0.25 mL，20 mL±0.25 mL，10 mL±0.10 mL |
| 温度计 | 最小分度值：0.1 ℃，量限0 ℃～50 ℃，允差±0.2 ℃ |
| 介质 | 纯水 | ≥500 mL |

* 1. 校准项目和校准方法
     1. 校准项目

校准项目见表4。

1. 固相仪校准项目表

| 序号 | 项目 | 新制造 | | 使用中 | | 修理后 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 外观 | + | | + | | + |
| 2 | 绝缘电阻 | + | | - | | - |
| 3 | 绝缘强度 | + | - | | - | |
| 4 | 钻井液杯容量误差 | + | + | | + | |
| 5 | 系统误差 | + | + | | + | |
| 1. “+”表示应校准，“-”表示可不校准。 | | | | | | |

* + 1. 校准方法
       1. 外观

新制造的固相仪应符合5.1的规定；使用中和修理后的固相仪不能有影响计量性能的缺陷。

* + - 1. 绝缘电阻

用兆欧表测试电路与外壳间的绝缘电阻，测量结果应符合5.3的规定。

* + - 1. 绝缘强度

固相仪绝缘强度试验时，仪表应不接通电源而处于非工作状态，但仪表若有电源开关，则应位于接通位置。将仪表的输入端子、输出端子、电源端子分别短接，然后用交流耐电压试验仪（或耐压绝缘测试装置）在端子之间和与外壳（或与地）之间施加与主电源频率相同的试验电压。试验电压应由零逐步上升到规定值，上升过程中不允许出现电压明显的瞬变。在规定的电压值上保持1min，试验期间应无击穿或飞弧现象，最后将电压平稳地降至零，并切断设备电源。

* + - 1. 钻井液杯容量误差校准

将钻井液杯和杯盖清洗自然晾干用天平秤其质量。

将在钻井液杯内缓慢注在室温条件下放置30min的蒸馏水，除去气泡，轻轻旋紧杯盖，擦干溢出的水，再用天平称量其总质量。

取下杯盖，用温度计测量杯内水温，查表A.1（参见附录A）得杯内蒸馏水的密度值。钻井液杯容量按式（1）计算：

()

式中：

 ——钻井液杯容量，单位为毫升（mL）；

——钻井液杯和杯内蒸馏水的总质量，单位为克（g）；

——钻井液杯和杯盖质量，单位为克（g）；

 ——钻井液杯内蒸馏水的密度值，单位为克每立方厘米（g/cm3）。

测得值与标称值之差应符合表2的规定。

* + - 1. 仪器误差校准

7.2.5.1将冷凝器管、蒸馏器（包括钻井液杯、套筒、加热棒）、杯盖和量筒清洗干净，晾干后，用天平称量钻井液杯质量、量筒质量。

7.2.5.2步骤：

a)用量筒量取试验所需要的20 mL或50 mL蒸馏水，用天平称量20 mL或50 mL蒸馏水的质量。

b)将称量好的蒸馏水缓慢注入钻井液杯内，用天平称量钻井液杯和杯内蒸馏水的总质量，减去钻井液杯质量，得出杯内蒸馏水的质量，用表示。

c)连接套筒和加热棒，装配好蒸馏器，保持其竖直，将导流管插入冷凝器侧端孔内旋紧，并保持竖直，将量筒放在冷凝器排放口下方，接通电源进行蒸馏，直至冷凝液停止流出。

d)继续加热10 min，切断电源冷却至室温，称量量筒内冷凝液的质量，用表示。

7.2.5.3仪器误差按式（2）计算：

()

式中：

 ——仪器误差，单位表述为（%）；

——杯内蒸馏水的质量，单位为克（g）；

——量筒中所收集冷凝液质量，单位为克（g）。

7.2.5.4重复测量后的仪器误差应符合5.6的规定。

* 1. 校准结果

8.1 固相仪校准结果应符合附录C的格式，属于资料性附录。

8.2 固相仪校准证书应符合附录D的格式，属于资料性附录。

* 1. 复校时间间隔

建议复校时间间隔为12个月。由于复效时间间隔的长短是由仪器的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸多因素所决定，因此，送校单位可根据实际使用情况自主决定复效时间间隔。

附录A

纯水在标准大气压下的密度值

纯水在标准大气压下的密度值见表A.1。

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 温度 /℃ | 密度值 /（g/cm3） |  | 温度 /℃ | 密度值 /（g/cm3） |
| 4 | 0.99997 |  | 25 | 0.99704 |
| 5 | 0.99996 |  | 26 | 0.99678 |
| 6 | 0.99994 |  | 27 | 0.99651 |
| 7 | 0.99990 |  | 28 | 0.99623 |
| 8 | 0.99985 |  | 29 | 0.99594 |
| 9 | 0.99978 |  | 30 | 0.99565 |
| 10 | 0.99970 |  | 31 | 0.99534 |
| 11 | 0.99960 |  | 32 | 0.99502 |
| 12 | 0.99950 |  | 33 | 0.99470 |
| 13 | 0.99938 |  | 34 | 0.99437 |
| 14 | 0.99924 |  | 35 | 0.99403 |
| 15 | 0.99910 |  | 36 | 0.99368 |
| 16 | 0.99894 |  | 37 | 0.99333 |
| 17 | 0.99877 |  | 38 | 0.99296 |
| 18 | 0.99859 |  | 39 | 0.99259 |
| 19 | 0.99840 |  | 40 | 0.99221 |
| 20 | 0.99820 |  | 41 | 0.99183 |
| 21 | 0.99799 |  | 42 | 0.99143 |
| 22 | 0.99777 |  | 43 | 0.99103 |
| 23 | 0.99754 |  | 44 | 0.99063 |
| 24 | 0.99730 |  | 45 | 0.99021 |

附录B

钻井液固相含量测定仪示值误差测量不确定度评定与表述

钻井液固相含量测定仪示值误差测量不确定度评定

测量方法

用天平秤钻井液杯和杯盖的质量,用天平秤钻井液杯、杯盖、的质量,计算钻井液杯容量误差。用天平称量钻井液杯和量筒质量。在钻井液杯内缓慢注满蒸馏水，除去气泡，轻轻旋转，盖严杯盖，擦干净溢出的蒸馏水。取下杯盖，将杯盖底面的蒸馏水刮入杯内，称量钻井液杯和杯内蒸馏水的总质量，减去钻井液杯质量，得出杯内蒸馏水的质量。连接套筒和加热棒，装配好蒸馏器，保持其竖直，将导流管插入冷凝器侧端孔内旋紧，并保持竖直，将量筒放在冷凝器排放口下方盖好密封盖，接通电源进行蒸馏，直至冷凝液停止流出。继续加热10min,切断电源冷却至室温，称量量筒内冷凝液的质量。

测量条件

1. 环境温度：20 ℃±5 ℃；

相对湿度：≤75%；

校准介质：纯水。

钻井液固相含量测定仪示值误差测量模型

测量模型以基本误差的形式给出：

(B.1)

式中：

——示值误差，单位为毫升（mL）；

——校准点上的被校示值，单位为毫升（mL）；

 ——校准点上的标准值，单位为毫升（mL）。

示值误差不确定度评定

示值误差测量不确定度的来源为以下三方面：

1. 钻井液固相含量测定仪示值引入的标准不确定度；

天平溯源引入的标准不确定度；

环境温度引入的不确定度。

钻井液固相含量测定仪示值引入的标准不确定度。

以钻井液杯容量20 mL为例，在重复性条件下进行6次测量，测量结果见表B.1。

* 1. 测量结果

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 示值 /mL | 19.92 | 19.98 | 19.98 | 19.92 | 19.92 | 19.92 |

各点测量值的算术平均值为：

(B.2)

式中：

 ——算数平均值，单位为毫升（mL）；

——校准点上的被校示值，单位为毫升（mL）。

由贝塞尔公式，得出单次实验标准偏差：

(B.3)

式中：

——单次实验标准偏差，单位为毫升（mL）；

­——校准点上的被校示值，单位为毫升（mL）；

——算数平均值，单位为毫升（mL）。

由示值重复性引入的标准不确定度分量如下所示，均为正态分布：

×100% (B.4)

天平溯源引入的标准不确定度

根据电子天平校准证书最大允许误差为±0.001 g，最大量程为500 g，可视为矩形分布，即 ，因为称量采用的是直接法，所以称量的相对不确定度为：

×100% (B.5)

环境温度引入的不确定度

环境温度因素包括：温度测量误差和测量过程中的环境温度波动两个方面，环境温度变化对钻井液固相含量测定仪测量值影响不显著，此项可以忽略，即：

(B.6)

合成标准不确定度

上述标准不确定度分量是互不相关的，合成标准不确定度为：

(B.7)

相对扩展不确定度

计算钻井液固相含量测定仪示值误差扩展不确定度，包含概率p95%，取包含因子，则误差相对扩展不确定度为：

(B.8)

附录C

钻井液固相含量测定仪校准记录格式

钻井液固相含量测定仪校准记录格式见表C.1。

* 1. 钻井液固相含量测定仪校准记录

样品编号： 记录编号：

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **计量器具信息** | | | | | | | | | | | | |
| 计量器具名称 | |  | | | | | 校准编号 | | | |  | |
| 委托单位 | |  | | | | | | | | | | |
| 型号/规格 | |  | | | | | 制造厂家 | | | |  | |
| 出厂编号 | |  | | | | | 准确度等级 | | | |  | |
| **计量标准信息** | | | | | | | | | | | | |
| 技术依据 | |  | | | | | | | | | | |
| 所用的计量标准名称 | |  | | | | | 校准方法 | | | |  | |
| 标准器送检日期 | |  | | | | | 标准器校准单位 | | | |  | |
| 标准器测量范围 | | | | | | |  | | | | | |
| 标准器不确定度/准确度等级/最大允许误差 | | | | | | |  | | | | | |
| 计量标准考核证书编号 | | | | | | |  | | | | | |
| 计量标准考核证书有效期 | | | | | | |  | | | | | |
| **校准记录** | | | | | | | | | | | | |
| 温度要求20 ℃±5 ℃ | | ℃ | | | | | 湿度要求≤75% RH | | | | % RH | |
| 校准日期 | | 年 月 日 | | | | | 校准地点 | | | |  | |
| 加热方式 | |  | | | | | 加热功率 /W | | | |  | |
| 绝缘强度测试 /V | |  | | | | | 绝缘电阻测试 /MΩ | | | |  | |
| 外观检查 | |  | | | | | | | | | | |
| 校准项目 | 钻井液杯容量误差 | | | 钻井液杯  标称容量  /mL | 杯和杯盖质量  /g | | | 杯和杯盖及  蒸馏水质量  /g | 测得值  /mL | | | 容量误差  /mL |
|  |  | | |  |
| 最大允许校准 | | | 杯内蒸馏水质量 /（m0/g） | | | | 冷凝液质量  /（m1/g） | 仪器误差 % | | | |
|  | | | |  |  | | | |
| 校准人 | | |  | | | 核验人 | | | |  | | |

附录D

钻井液固相含量测定仪校准证书格式

钻井液固相含量测定仪校准证书格式见表D.1和表D.2。

* 1. 钻井液固相含量测定仪校准证书正面格式

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **校准证书**  证书编号：   |  |  | | --- | --- | | 送检单位： |  | | 器具名称： |  | | 型号规格： |  | | 出厂编号： |  | | 制造单位： |  | | 校准依据： |  |   批准人：  核验人：  校准人：  校准日期： | | |
|  | 本证书出具的的检测数据通过国家计量检定系统可溯源至国家计量基（标）准。  地址：  电话：邮箱：  第1页，共2页 |  |

* 1. 钻井液固相含量测定仪校准证书背面格式

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 本次校准所使用的计量标准装置均溯源至国家计量基准。   |  |  |  |  |  | | --- | --- | --- | --- | --- | | 校准所使用的计量标准装置名称 | 计量标准证书号 | 测量范围 | 不确定度/准确度等级/最大允许误差 | 校准地点 | |  |  |  |  |  | | 校准时的环境条件 | | 温度： ℃；湿度： RH ；其他： | | |   校准结果  外观:  仪器误差:  绝缘电阻测试 /MΩ：  绝缘强度测试 /V：   | 钻井液杯  容量误差 | 钻井液杯  标称容量  /mL | 技术要求 | 校准结果 | 测量结果  不确定度 | | --- | --- | --- | --- | --- | |  |  |  |  |   以下空白。   |  | | --- | |  |   声明：  第2页，共2页 |