

中华人民共和国国家计量技术规范

JJF 2157—2024

钻井液固相含量测定仪校准规范

Calibration Specification for Drilling Fluid Retort Assemblies

2024-09-18 发布

2024-12-18 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 for
Drilling Fluid Retort Assemblies

JJF 2157—2024

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：中石化胜利石油工程公司

中石化胜利石油工程公司黄河钻井总公司

中国石油化工股份有限公司胜利油田分公司

参加起草单位：山东胜工检测技术有限公司

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：

葛 磊（中石化胜利石油工程公司）

赵 波（中石化胜利石油工程公司黄河钻井总公司）

崔国居（中国石油化工股份有限公司胜利油田分公司）

参加起草人：

李 兵（中石化胜利石油工程公司）

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）



目 录

引言 (Ⅱ)

1 范围..... (1)

2 引用文件..... (1)

3 术语和计量单位..... (1)

3.1 术语和定义..... (1)

3.2 计量单位..... (1)

4 概述..... (1)

4.1 原理..... (1)

4.2 结构..... (1)

5 计量特性..... (2)

5.1 钻井液杯容量误差..... (2)

5.2 钻井液固相含量测定仪仪器基本误差..... (2)

6 校准条件..... (2)

6.1 环境条件..... (2)

6.2 校准设备..... (2)

7 校准前检查、校准项目和校准方法..... (3)

7.1 校准前检查..... (3)

7.2 校准项目..... (3)

7.3 校准方法..... (3)

8 校准结果表达..... (4)

9 复校时间间隔..... (4)

附录 A 纯水在标准大气压下的密度 (5)

附录 B 钻井液固相含量测定仪测量不确定度评定示例 (6)

附录 C 钻井液固相含量测定仪校准原始记录参考格式 (9)

附录 D 钻井液固相含量测定仪校准证书正面与反面参考格式 (10)

引 言

JJF 1071—2010《国家计量校准规范编写规则》、JJF 1001—2011《通用计量术语及定义》、JJF 1059.1《测量不确定度评定与表示》共同构成支撑本规范制定工作的基础性系列规范。

本规范为首次发布。



钻井液固相含量测定仪校准规范

1 范围

本规范适用于钻井液杯容量为 20 mL、50 mL 的钻井液固相含量测定仪的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

JJF 1001—2011 通用计量术语及定义

GB/T 15479—1995 工业自动化仪表绝缘电阻、绝缘强度技术要求和试验方法

JJG（石油）16—1991 钻井液固相含量测定仪检定规程

SY/T 5377—2013 钻井液参数测试仪器技术条件

SY/T 6677—2022 钻井液固相含量测定仪校准方法

凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范；凡是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。

3 术语和计量单位

3.1 术语和定义

JJF 1001—2011、GB/T 15479—1995、JJG（石油）16—1991、SY/T 5377—2013、SY/T 6677—2022 界定的术语和定义适用于本规范。

3.2 计量单位

3.2.1 体积单位：毫升，符号：mL。

3.2.2 质量单位：克，符号：g。

4 概述

4.1 原理

钻井液固相含量测定仪基于蒸馏原理，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。

4.2 结构

4.2.1 结构示意图见图 1。

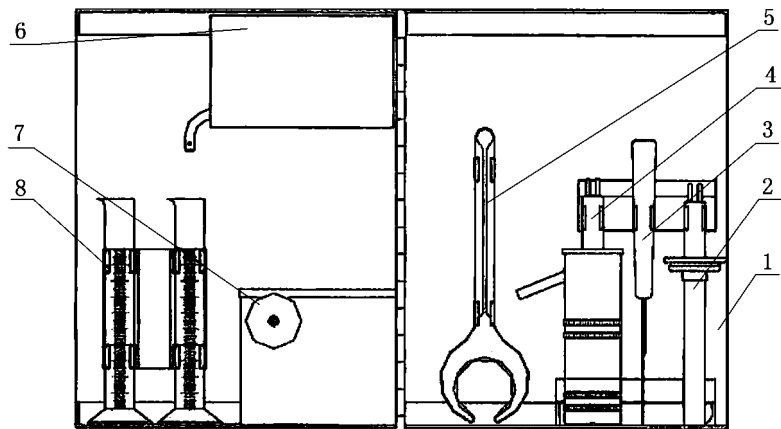


图 1 固相含量测定仪

1—箱体；2—加热棒；3—刮刀；4—蒸馏器；5—托夹；6—冷凝器；7—钻井液杯盖；8—量杯

4.2.2 钻井液固相含量测定仪分为内热式和外热式。

5 计量特性

5.1 钻井液杯容量误差

钻井液固相含量测定仪钻井液杯容量最大允许误差应符合表 1 的规定。

表 1 钻井液固相含量测定仪钻井液杯容量最大允许误差

钻井液杯标称容量/mL	最大允许误差/mL
20	± 0.10
50	± 0.15

5.2 钻井液固相含量测定仪仪器基本误差

钻井液固相含量测定仪钻井液杯容量的基本误差应不超过 $\pm 3\%$ 。

6 校准条件

6.1 环境条件

环境温度： $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；

环境相对湿度： $\leq 75\%$ 。

6.2 校准设备

校准设备见表 2。

表 2 钻井液固相含量测定仪校准设备

项目	名称	技术要求
标准器	电子天平	最大量程 500 g，最小称量 0.02 g；最大允许误差： $\pm 0.001\text{ g}$
配套设备	兆欧表	500 V，500 M Ω ；准确度等级：10 级
	耐压试验装置	电压 220 V，输出功率 $\leq 0.5\text{ kW}$ ；准确度等级：5 级
	玻璃量筒	最大允许误差：50 mL $\pm 0.25\text{ mL}$ 、20 mL $\pm 0.25\text{ mL}$ 、10 mL $\pm 0.10\text{ mL}$
	温度计	测量范围：0 $^{\circ}\text{C}$ ~50 $^{\circ}\text{C}$ ，最大允许误差： $\pm 0.2\text{ }^{\circ}\text{C}$
介质	纯水	$\geq 500\text{ mL}$

7 校准前检查、校准项目和校准方法

7.1 校准前检查

7.1.1 外观

7.1.1.1 钻井液固相含量测定仪应标明名称、型号、制造厂名、制造编号、制造年月。

7.1.1.2 钻井液固相含量测定仪表面应光洁，不得有剥落、碰伤及划痕。

7.1.1.3 紧固件不得有松动、损伤。

7.1.1.4 电线插头与加热器插座应配合良好。

7.1.1.5 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。

7.1.2 绝缘电阻、绝缘强度

使用兆欧表、耐压试验装置分别检查电路与外壳间的绝缘电阻和绝缘强度，其绝缘电阻值应不小于 20 MΩ，绝缘强度应符合 GB/T 15479 中的规定。

7.2 校准项目

校准项目为钻井液杯容量误差和基本误差。

7.3 校准方法

7.3.1 钻井液杯容量误差校准

7.3.1.1 将钻井液杯和杯盖清洗，自然晾干，用天平称其质量。

7.3.1.2 将室温条件下，放置 30 min 的蒸馏水，除去气泡，缓慢注满钻井液杯，轻轻旋紧杯盖，擦干溢出的水，再用天平称量其总质量。

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

$$V = \frac{m_z - m_b}{\rho} \quad (1)$$

式中：

V ——钻井液杯容量，mL；

m_z ——钻井液杯和杯内蒸馏水的总质量，g；

m_b ——钻井液杯和杯盖质量，g；

ρ ——钻井液杯内蒸馏水的密度，g/cm³。

7.3.1.4 标称值与测得值之差应符合表 1 的规定。

7.3.2 基本误差校准

7.3.2.1 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。

7.3.2.2 试验步骤如下：

a) 用量筒量取试验所需要的 20 mL 或 50 mL 蒸馏水，用电子天平称量 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；

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。

7.3.2.3 基本误差按式 (2) 计算：

$$\delta = \frac{m_1 - m_0}{m_0} \times 100\% \quad (2)$$

式中：

δ ——基本误差；

m_0 ——杯内蒸馏水的质量，g；

m_1 ——量筒中所收集冷凝液质量，g。

7.3.2.4 重复测量 3 次后的基本误差应符合 5.2 的规定。

8 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反应。校准证书应至少包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点；
- d) 证书的唯一性标识，每页及总页数的标识；
- e) 客户的名称和地址；
- f) 被校对象的描述和明确标识；
- g) 进行校准的日期，如果与校准结果的有效性和应用有关时，应说明被校对象的接收日期；
- h) 如果与校准结果的有效性或应用有关时，应对被校样品的抽样程序进行说明；
- i) 校准所依据的技术规范的标识，包括名称及代号；
- j) 本次校准所用测量标准的溯源性及有效性说明；
- k) 校准环境的描述；
- l) 校准结果及测量不确定度的说明；
- m) 对校准规范的偏离的说明；
- n) 校准证书或校准报告签发人的签名、职务或等效标识；
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- p) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书的声明。

9 复校时间间隔

建议复校时间间隔为 12 个月。由于复校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校时间间隔。

附录 A

纯水在标准大气压下的密度

温度/℃	密度/ (g/cm ³)	温度/℃	密度/ (g/cm ³)
4	0.999 97	25	0.997 04
5	0.999 96	26	0.996 78
6	0.999 94	27	0.996 51
7	0.999 90	28	0.996 23
8	0.999 85	29	0.995 94
9	0.999 78	30	0.995 65
10	0.999 70	31	0.995 34
11	0.999 60	32	0.995 02
12	0.999 50	33	0.994 70
13	0.999 38	34	0.994 37
14	0.999 24	35	0.994 03
15	0.999 10	36	0.993 68
16	0.998 94	37	0.993 33
17	0.998 77	38	0.992 96
18	0.998 59	39	0.992 59
19	0.998 40	40	0.992 21
20	0.998 20	41	0.991 83
21	0.997 99	42	0.991 43
22	0.997 77	43	0.991 03
23	0.997 54	44	0.990 63
24	0.997 30	45	0.990 21

附录 B

钻井液固相含量测定仪测量不确定度评定示例

B.1 概述

B.1.1 不确定度评定依据

JJF 1059.1 测量不确定度评定与表示。

B.1.2 不确定度评定对象

被校对象为钻井液固相含量测定仪的钻井液杯，容量 0 mL~20 mL。

B.1.3 不确定度评定方法

- 1) 用电子天平称量钻井液杯、杯盖的质量，计算钻井液杯容量误差。
- 2) 用电子天平称量钻井液杯和量筒质量。
- 3) 将室温条件下，放置 30 min 的蒸馏水，除去气泡，缓慢注满钻井液杯，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。
- 4) 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。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。

B.1.4 校准中使用的主要设备及配套设备如表 B.1 所示。

表 B.1 使用的主要设备及配套设备

项目	名称	技术要求
主要设备	电子天平	最大量程 500 g，最小称量 0.02 g；最大允许误差：0.001 g
配套设备	温度计	测量范围：0℃~50℃，最大允许误差：±0.2℃

B.1.5 不确定度评定条件

- 1) 环境温度：20℃±5℃；
- 2) 相对湿度：≤75%；
- 3) 校准介质：纯水。

B.2 测量模型及不确定度来源分析

B.2.1 测量模型

测量模型以基本误差的形式给出：

$$\Delta P = P_m - P_s$$

式中：

ΔP ——示值误差，mL；

P_m ——校准点上的被校示值，mL；

P_s ——校准点上的标准值，mL。

单位 mL 是根据正文中的钻井液杯容量误差计算公式得出。

B.2.2 不确定度来源

钻井液固相含量测定仪测量不确定度的来源主要有：

- 1) 示值测量重复性引入的不确定度；
- 2) 基本误差引入的不确定度；
- 3) 天平校准证书给出最大允许误差引入的不确定度；
- 4) 环境温度引入的不确定度。

由于温度变化不大，所以环境温度引入的不确定度可以忽略不计。所以钻井液固相含量测定仪测量不确定度的来源有以下 3 方面：

- (1) 钻井液杯容量示值测量重复性引入的不确定度；
- (2) 钻井液固相含量测定仪基本误差测量重复性引入的不确定度；
- (3) 电子天平校准证书给出最大允许误差引入的不确定度。

B.3 标准不确定度评定

选择钻井液杯容量 20 mL 的固相含量测定仪为校准对象，选取 20 mL 测量点的校准结果进行测量不确定度评定。

B.3.1 被校钻井液杯容量示值测量重复性引入的标准不确定度分量 u_1

对被校钻井液杯容量进行重复测量 6 次，得到原始校准数据如表 B.2 所示：

表 B.2 钻井液杯重复测量原始数据

序号	1	2	3	4	5	6
容量 20 mL	19.91 mL	19.96 mL	19.92 mL	19.96 mL	19.93 mL	19.97 mL

20 mL 测量点的算术平均值为测得值：

$$\bar{P} = \frac{1}{6} \sum_{i=1}^6 P_i = 19.94 \text{ mL}$$

由贝塞尔公式，得出单次实验标准偏差：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (p_i - \bar{p})^2}{n-1}} = 0.025 \text{ mL}$$

标准不确定度：

$$u_1 = \frac{s}{\sqrt{6}} \approx 0.061 \text{ mL}$$

相对不确定度：

$$u_{\text{rel}} = 0.061 \text{ mL} / 20 \text{ mL} \times 100\% = 0.03\%$$

B.3.2 钻井液固相含量测定仪基本误差测量重复性引入的标准不确定度分量 u_2

钻井液固相含量测定仪 20 mL 基本误差原始数据见表 B.3。

表 B.3 钻井液固相含量测定仪 20 mL 基本误差原始数据

序号	1	2	3	4	5	6
蒸馏前/蒸馏后 mL	19.96/19.91	19.98/19.92	19.94/19.92	19.96/19.94	19.98/19.93	19.97/19.91
基本误差/%	0.3	0.3	0.1	0.1	0.3	0.3

20 mL 测量点重复测量 6 次的基本误差算术平均值为：

$$\bar{p} = \frac{1}{6} \sum_{i=1}^6 p_i = 0.23\%$$

由贝塞尔公式，得出单次实验标准偏差：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (p_i - \bar{p})^2}{n-1}} = 0.2\%$$

相对标准不确定度：

$$u_{\text{rel2}} = \frac{s}{\sqrt{6}} \approx 0.082\%$$

B.3.3 电子天平校准证书给出最大允许误差引入的标准不确定度分量 u_3

根据电子天平校准证书给出最大允许误差为 ± 0.001 g，量程为 500 g。可视为均匀分布，取 $k = \sqrt{3}$ ，所以电子天平的标准不确定度为：

$$u_3 = \frac{0.001 \text{ g}}{\sqrt{3}} \approx 0.0006 \text{ g}$$

电子天平相对不确定度为：

$$u_{\text{rel3}} = u_3 / 500 \text{ g} \times 100\% = 0.0001\%$$

B.4 合成相对标准不确定度及相对扩展不确定度

B.4.1 合成相对标准不确定度

上述标准不确定度分量互不相关，合成相对标准不确定度为：

$$u_{\text{crel}} = \sqrt{u_{\text{rel1}}^2 + u_{\text{rel2}}^2 + u_{\text{rel3}}^2} \approx 0.087\%$$

B.4.2 相对扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，钻井液杯 20 mL 的相对扩展不确定度为：

$$U = 0.087\% \times 2 \approx 0.2\%$$

附录 C

钻井液固相含量测定仪校准原始记录参考格式

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		
校准使用的计量标准装置						
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/最大允许误差		标准证书编号	有效期至	
校准使用的标准器及配套设备						
名称	测量范围	不确定度/准确度等级/最大允许误差		证书编号	有效期至	
校准记录						
温度要求 20 ℃±5 ℃		℃	相对湿度要求≤75 %		%	
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/g		冷凝液质量 g	基本误差/%	
不确定度						
校准员				核验员		

附录 D

钻井液固相含量测定仪校准证书正面与反面参考格式

D.1 钻井液固相含量测定仪校准证书正面格式。

(校准机构名称)

校 准 证 书

证书编号：

委 托 方：_____

计量器具名称：_____

型 号 / 规 格：_____

出 厂 编 号：_____

制 造 单 位：_____

批 准 人：

核 验 人：

校 准 人：

校 准 日 期： 年 月 日

地址：

电话：

邮编：

传真：

以下空白