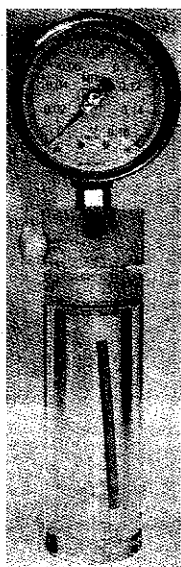




ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ИСПЫТАТЕЛЬНЫЙ ЦЕНТР
«НЕДРА-ТЕСТ»

**КАРБОНАТОМЕР
МАНОМЕТРИЧЕСКИЙ
КМ-НТ-1,6/0,6**

*Паспорт
Инструкция по эксплуатации*



Москва · 2017

1. Общие указания

- 1.1. Перед эксплуатацией карбонатомера необходимо ознакомиться с содержанием разделов «Технические характеристики» и «Требования по технике безопасности».
- 1.2. При работе с карбонатомером необходимо придерживаться выполнения требований ПНД Ф 12.13.1-03 «Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения)».
- 1.3. При эксплуатации, транспортировке и хранении необходимо предохранять карбонатомер от механических нагрузок и ударов.

2. Технические характеристики

2.1. Вместимость корпуса, см ³	188±4
2.2. Максимальное давление, МПа	0,16
2.3. Разрешение по давлению, МПа	0,001
2.4. Объем кюветы под кислоту, см ³	20,0±0,5
2.5. Срок службы корпуса и крышки, лет	3

3. Условия эксплуатации

Температура среды от 10 до 35°С, влажность не более 80%.

4. Комплект поставки

4.1. Корпус	1 шт.
4.2. Крышка	1 шт.
4.3. Манометр	1 шт.
4.4. Кольцо резиновое 35-40-30	1 шт.
4.5. Выпускной болт	1 шт.
4.6. Кольцо резиновое 8-12-25	1 шт.
4.7. Кювета под кислоту	1 шт.
4.8. Втулка	1 шт.
4.9. Ручка	1 шт.
4.10. Паспорт и инструкция	1 шт.

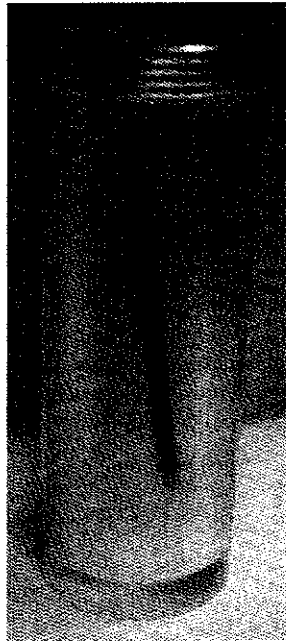


Рис. 1 – Корпус

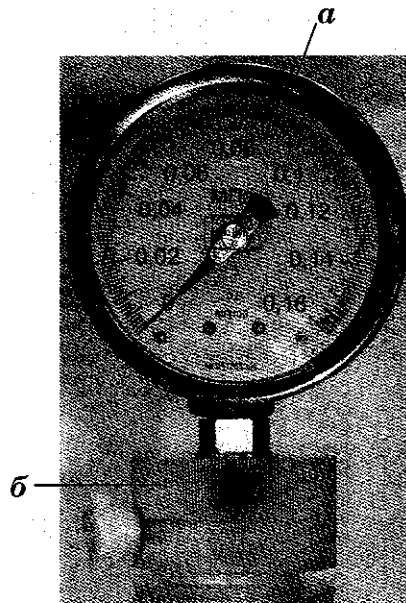


Рис. 2 – Крышка в сборе с манометром: а – манометр; б – крышка в сборе

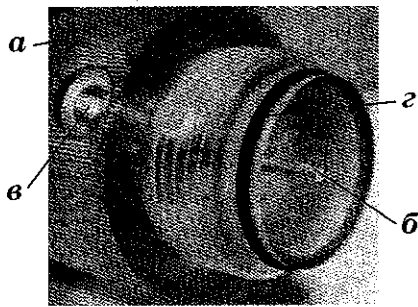


Рис. 3 – Крышка: а – корпус крышки с отверстиями; б – рабочий канал; в – выпускной канал; г – кольцо резиновое 35-40-30.

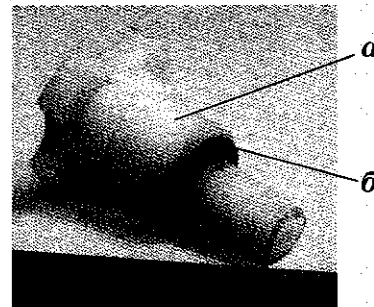


Рис. 4 – Выпускной болт в сборе: а – выпускной болт; б – кольцо резиновое 8-12-25.



Рис. 5 – Кювета под кислоту в сборе:
а – кювета под кислоту; б – втулка;
в – ручка.

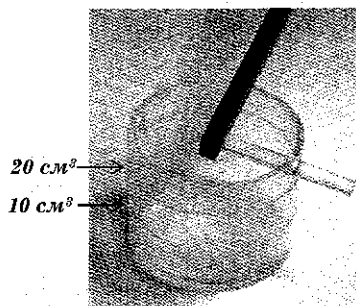


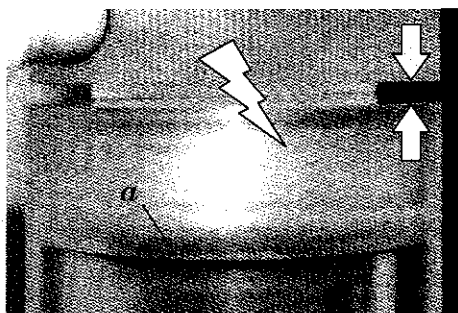
Рис. 6 – Кювета под кислоту имеет
разборную конструкцию. На кювете
нанесены проточки, отмеряющие
объемы 10 и 20 см³.



Рис. 7 – Одно из отверстий кюветы
имеет внутреннюю резьбу под втулку.



Рис. 8 – Втулка с наружной резьбой и
ручка с отверстием.



*Рис. 9 – ВНИМАНИЕ! При сборке корпуса и крышки НЕ НАДО стремиться сократить зазор! Зазор между корпусом и крышкой предусмотрен конструкцией. Уплотнение осуществляется резиновым кольцом по внутренней полированной образующей корпуса (указана стрелкой *a*).*

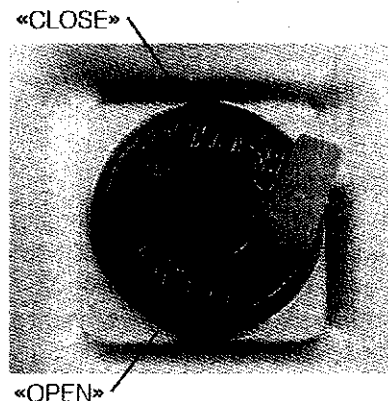


Рис. 10 – ВНИМАНИЕ! Только при выполнении работ с целью обеспечения точности измерений необходимо перевести верхний ниппель из положения «CLOSE» в положение «OPEN», руководствуясь надписями в верхней части манометра. Хранить и транспортировать прибор необходимо с ниппелем в положении «CLOSE».

Для уплотнения резьбовых соединений рекомендуется использовать ленту ФУМ толщиной 0,1-0,2 мм, либо промышленные резьбовые герметики. Износ уплотнительного кольца 35-40-30 можно компенсировать без замены, плотно намотав 1-2 слоя ленты ФУМ на корпус крышки карбонатомера под кольцо.

5. Порядок работы

5.1. Определение содержания кальцита и доломита

Определения содержания кальцита и доломита с использованием карбонатомера проводится по стандарту ASTM D 4373-84. Карбонатомер предназначен для определения содержания кальцита и доломита в образцах керна и шлама (в высушенной навеске массой 1,00 г). **Тем не менее, используя коэффициенты пересчёта**, метод можно использовать для определения концентрации карбоната кальция в буровом растворе.

5.1.а. Калибровка кальциметра

■ Приборы и материалы

1. Карбонатомер КМ-НТ.
2. Весы лабораторные с точностью 0,01 г.
3. Карбонат кальция химически осаждённый «х.ч.».
4. Соляная кислота 10% по ГОСТ 4517-87.
5. Плотная неворсистая бумага (калька).
6. Кисть для акварели.

► Выполнение анализа

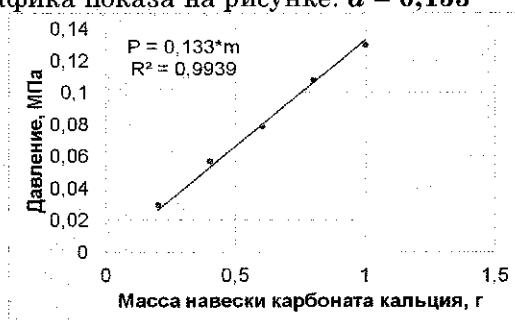
а) С использованием лабораторных весов подготовить 5 навесок химически чистого карбоната кальция на кальке:

- 0,20±0,01 г
- 0,40±0,01 г
- 0,60±0,01 г
- 0,80±0,01 г
- 1,00±0,01 г

б) Поместить первую навеску в корпус карбонатомера. Для этого необходимо открутить крышку, удалить из корпуса кювету для кислоты. Убедиться, что корпус и крышка чистые и сухие. Убедиться, что резиновые уплотнения не имеют дефектов. Для смазки резиновых уплотнителей можно использовать вакуумную смазку, глицерин или этиленгликоль. Убедиться, что все резьбовые соединения уплотнены и утечки отсутствуют. Положить корпус на стол в горизонтальное положение. Поместить кальку с навеской карбоната кальция в корпус. Наклонив корпус, переместить кальку с навеской на дно. Установить корпус в вертикальное положение. С использованием маленькой кисти, очистить кальку от остатков образца и удалить кальку из корпуса.

в) Налить в кювету для кислоты 20 мл 10% соляной кислоты. Аккуратно поместить кювету с кислотой в корпус карбонатомера. Следите за тем, чтобы не пролить соляную кислоту на дно корпуса.

- г) Удерживая корпус прижатым к столу, туго накрутить крышку карбонатомера на корпус. **ВНИМАНИЕ! При сборке корпуса и крышки НЕ НАДО стремиться сократить зазор! Зазор между корпусом и крышкой предусмотрен конструкцией. Уплотнение осуществляется резиновым кольцом по внутренней полированной образующей корпуса.** Следить за тем, чтобы соляная кислота не пролилась на дно корпуса и образец!
- д) Открыть выпускной болт. Убедиться, что показания манометра нулевые. Затем плотно закрутить выпускной болт.
- е) Наклонить карбонатомер для того, чтобы соляная кислота попала на образец. До достижения постоянного значения давления карбонатомер необходимо постоянно вращать и слегка встряхивать. Время до достижения постоянного давления может достигать 10 мин. Вращая и встряхивая прибор, старайтесь удерживать продукты реакции внизу колбы, избегая попадания кислоты в рабочий канал к манометру и выпускному каналу. Запишите максимальное полученное давление.
- ж) Повторить пп. б)-е) для каждой навески.
- и) Используя полученные данные, построить график в координатах «Давление, МПа – Масса навески CaCO_3 , г». Предполагая линейную зависимость, с использованием метода наименьших квадратов построить линию тренда, исходящую из начала координат². Пример построения графика показан на рисунке. $a = 0,133 \text{ МПа/г}$.



¹ При наличии в лаборатории специального перемешивающего устройства для колб, им целесообразно воспользоваться для перемешивания реагентов в кальциметре. Время перемешивания должно составлять 10 мин.

² Для построения линии тренда по методу наименьших квадратов можно воспользоваться распространённым программным продуктом Microsoft Office Excel, или иным. При этом на график необходимо вывести уравнение линии тренда и значение коэффициента множественной регрессии R^2 , оценивающего значимость (достоверность) линии тренда.

• Результат анализа

Полученное в результате калибровки уравнение линии тренда представляет собой зависимость давления от массы карбоната кальция $P_c = a \cdot m$, где коэффициент a представляет собой тангенс угла наклона прямой. По значению a можно определить процентное содержание кальцита в пробе керна или шлама:

$$[\text{Кальцит, \%}] = \frac{P_c \cdot 100}{m \cdot a}, \quad (1)$$

где P_c – давление на манометре через 30 с после смешивания образца с кислотой, бар; m – масса навески измельченного керна или шлама, г.

Пример. При проведении стандартного испытания (масса высушенной и перетёртой в ступке навески керна или шлама 1,00 г) для нашего примера из п. и) расчётная формула примет вид:

$$[\text{Кальцит, \%}] = \frac{P_c \cdot 100}{m \cdot a} = \frac{P \cdot 100}{1 \cdot 0,133} = 752 \cdot P_c.$$

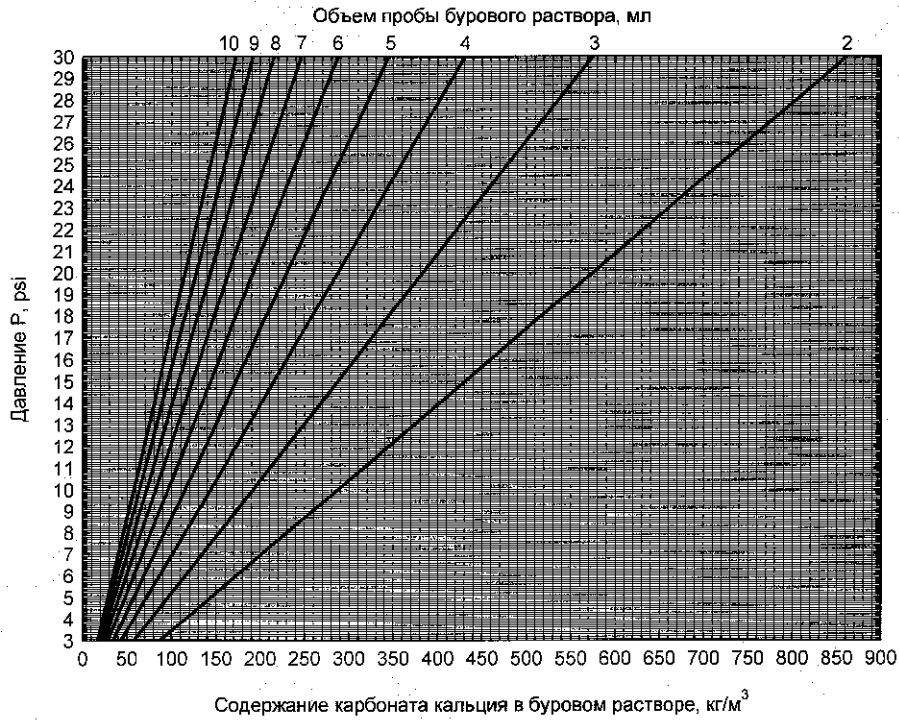
Таким образом, в результате калибровки для каждого кальциметра должно быть получено значение коэффициента a .

При использовании данного метода для определения содержания карбоната кальция в буровом растворе, расчётная формула имеет вид:

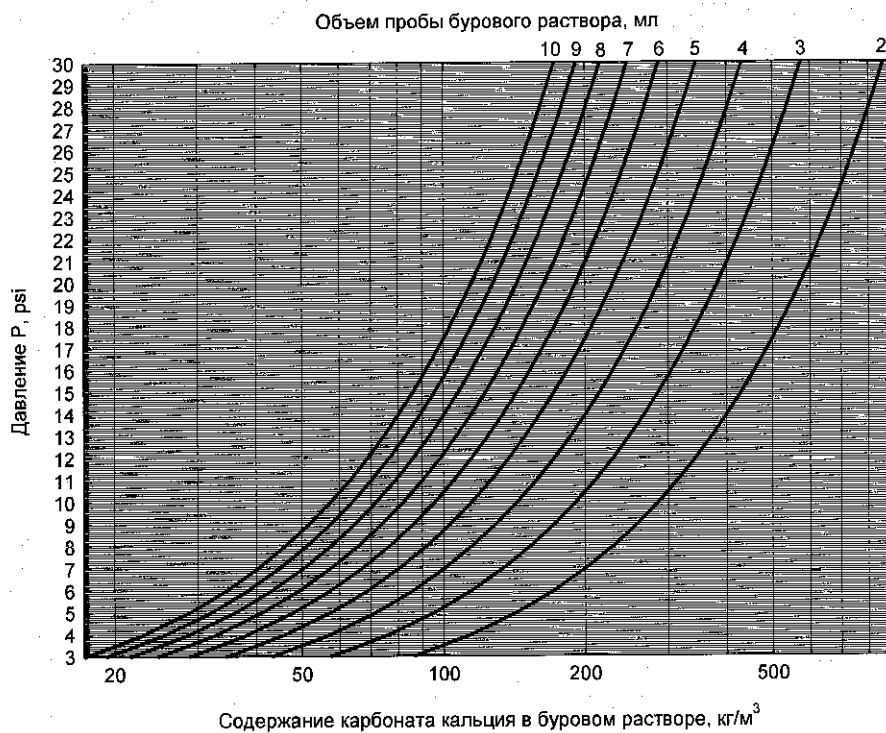
$$[\text{CaCO}_3, \text{кг} / \text{м}^3] = 1000 \frac{P_c}{a \cdot V}, \quad (2)$$

где a – калибровочный коэффициент прибора, МПа/г; P_c – давление через 30 с после смешивания пробы бурового раствора с кислотой, МПа; V – объём пробы бурового раствора, мл.

Содержание карбоната кальция в буровом растворе может варьироваться в широких пределах. Диапазон определения карбонатомера не достаточен для того, чтобы зафиксировать какой-то определённый объём используемого для анализа бурового раствора. Поэтому при получении низких значений давления (менее 0,02 МПа) или при зашкалке прибора (более 0,155 МПа), объём вводимой пробы бурового раствора следует изменить. Из практических соображений, при проведении рутинных анализов в таких случаях целесообразно пользоваться калибровочными номограммами, которые могут быть получены расчётным способом для каждого объёма пробы по известному калибровочному коэффициенту α . Пример построения такой номограммы показан на рисунке внизу (диаграммы для прибора с манометром, отображающим давление в psi).



Линейные номограммы могут оказаться неудобными при анализе буровых растворов с небольшим содержанием карбоната кальция, поэтому для удобства на номограмме можно оставить одну прямую для некоторого выбранного значения объема бурового раствора (обычно, 5 мл или более). Кроме того, номограмма может быть построена в логарифмических координатах, как показано на рисунке ниже. При возникновении сложностей с использованием номограмм расчёты следует производить по формуле 2.



5.1.6. Определение содержания кальцита и доломита

■ Приборы и материалы

1. Карбонатомер КМ-НТ.
2. Весы лабораторные с точностью 0,01 г.
3. Шприц для инъекций объемом 5 или 10 мл.
4. Соляная кислота 10% по ГОСТ 4517-87.
5. Плотная неворсистая бумага (калька).
6. Кисть для акварели.
7. Секундомер.

► Выполнение анализа

Перед началом анализа убедитесь, что оборудование чистое и исправно. Проверьте наличие калибровочного коэффициента и номограмм для вашего конкретного прибора. Если калибровка отсутствует, её необходимо провести по п. 5.1.а.

а) С использованием лабораторных весов подготовить навеску предварительно высушенного и перетёртого в ступке образца керна или шлама массой $m=1,00\pm 0,01$ г. При анализе бурового раствора с помощью шприца отмерить необходимый объём бурового раствора V .

б) Поместить навеску или пробу бурового раствора в корпус карбонатомера. Для этого необходимо открутить крышку, удалить из корпуса кювету для кислоты. Убедиться, что корпус и крышка чистые и сухие. Убедиться, что резиновые уплотнения не имеют дефектов. Для смазки резиновых уплотнителей можно использовать вакуумную смазку, глицерин или этиленгликоль. Убедиться, что все резьбовые соединения уплотнены и утечки отсутствуют. Положить корпус на стол в горизонтальное положение. Поместить кальку с навеской в корпус. Наклонив корпус, переместить кальку с навеской на дно. Установить корпус в вертикальное положение. С использованием маленькой кисти, очистить кальку от остатков образца и удалить кальку из корпуса. При внесении в корпус образца бурового раствора следует избегать попадания бурового раствора на стенки корпуса, весь образец должен находиться на дне.

в) Налить в кювету для кислоты 20 мл 10% соляной кислоты. Аккуратно поместить кювету с кислотой в корпус карбонатомера. Следите за тем, чтобы не пролить соляную кислоту на дно корпуса.

г) Удерживая корпус прижатым к столу, туго накрутить крышку карбонатомера на корпус. Следить за тем, чтобы соляная кислота не пролилась на дно корпуса и образец.

д) Открыть выпускной болт. Убедиться, что показания манометра нулевые. Затем плотно закрутить выпускной болт.

е) Наклонить карбонатомер для того, чтобы соляная кислота попала на образец. В тот же момент включить отсчет времени на секундомере. В период ожидания карбонатомер необходимо слегка вращать и встряхивать.

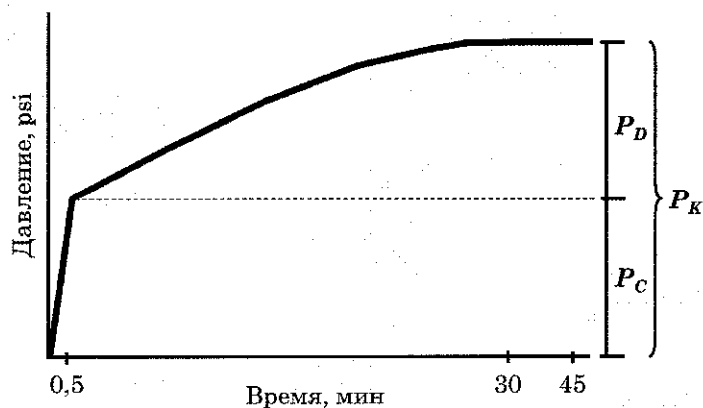
ВНИМАНИЕ! При получении в камере прибора давления более 0,155 МПа немедленно открыть выпускной винт! Условия определения необходимо изменить для получения меньшего давления!

ж) По истечении 30 с записать давление по манометру P_c . Считается, что за 30 с весь присутствующий в образце карбонат кальция (кальцит) прореагировал с кислотой.

и) Если в образце присутствует доломит, давление в приборе будет медленно возрастать. Для того чтобы определить конечное давление P_k после окончания реакции доломита с кислотой, необходимо встряхнуть карбонатомер и дождаться стабилизации показаний манометра. Как правило, давление стабилизируется через 30–45 мин. Конечное давление будет результатом реакции с кислотой кальцита – CaCO_3 и доломита – $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$. Записать конечное давление P_k . Давление, созданное углекислым газом от реакции доломита с кислотой, можно вычислить по следующей формуле:

$$P_D = P_k - P_c . \quad (3)$$

Соотношение между давлениями иллюстрирует график реакции:



• Результат анализа

Для расчёта содержания кальцита и доломита во внесённой пробе необходимо использовать следующие формулы:

Содержание кальцита в кернах или шламах	$[\text{Кальцит}] = \frac{P_C \cdot 100}{m \cdot a}$	%
--	--	---

Содержание карбоната кальция в буровом растворе	$[\text{CaCO}_3] = 1000 \frac{P_C}{a \cdot V}$	кг/м ³
--	--	-------------------

Содержание доломита в кернах или шламах	$[\text{Доломит}] = \frac{(P_K - P_C) \cdot 100}{m \cdot a}$	%
--	--	---

Необходимый для проведения анализа комплект реактивов можно заказать на сайте: <http://nedratest.ru/reaktivy>

6. Требования по технике безопасности

Перед использованием прибора убедиться в отсутствии механических повреждений. Прибор работает под давлением, поэтому его эксплуатация с механическими повреждениями запрещена.

Работа проводится с 10% раствором соляной кислоты!

При работе используйте халат, резиновые перчатки, защитные очки! При попадании кислоты в желудок – вызвать рвотный рефлекс, выпить как можно больше воды и повторить рвотный рефлекс. При попадании в рот промыть обильным количеством воды. При попадании в глаза промыть водой и 2% раствором пищевой соды! При попадании на кожу кислоту быстро смыть под струей холодной воды, потом обмыть теплой водой, промокнуть туалетной бумагой или салфеткой и наложить тампон из 2% раствора пищевой соды! Не наносить на поврежденные участки йод, зеленку или спирт! При необходимости обратиться к врачу.

При получении допуска к работам ознакомиться и руководствоваться требованиями ПНД Ф 12.13.1-03 «Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения)».

После окончания работ все детали прибора необходимо вымыть с использованием слабого раствора неабразивного моющего средства и вытереть насухо, после просыхания протереть резиновые уплотнения вакуумной смазкой, глицерином или этиленгликолем. Не допускайте попадания воды и продуктов реакции на манометр!

7. Правила хранения

Карбонатомер должен храниться в закрытом помещении в упаковке при температуре воздуха от 5 до 35°C и относительной влажности не более 80%.

8. Сведения о приёмке

Карбонатомер манометрический КМ-НТ 1,6/0,6

заводской номер _____

соответствует требованиям ASTM D 4373-84

и признан годным к эксплуатации.

Дата выпуска « ____ » _____ 20__ г.

Печатать ОТК

9. Гарантийные обязательства

Гарантийный срок эксплуатации карбонатомера составляет 1 год со дня отгрузки с предприятия-изготовителя.

В течение гарантийного срока эксплуатации по рекламации производится безвозмездный ремонт или замена комплектующих при условии соблюдения потребителем правил транспортировки, хранения и эксплуатации.

10. Сведения о рекламации

При появлении неисправностей претензии направлять по адресу:

119296, г. Москва, а/я 105.

ООО НИИЦ «Недра-тест».

Тел.: 8 (495) 125-20-80.

E-mail: info@nedratest.ru

