



青岛海通达专用仪器有限公司
青岛海通远达专用仪器有限公司

硫化物含量测定仪

使用说明书

版权所有 2019

青岛海通达专用仪器有限公司


青岛海通远达专用仪器有限公司

部件号：19701

修订版：19.1.0

本企业通过 ISO9001 质量管理体系认证、ISO14001 环境管理体系认证和 OHSAS18001 职业健康安全管理体系认证。

本文档版权归青岛海通达专用仪器有限公司/青岛海通远达专用仪器有限公司所有。未经书面许可，任何单位和个人不得将此文档中的任何部分公开、转载或以其他方式散发给第三方，否则，将追究其法律责任。

海通达® ®是青岛海通远达专用仪器有限公司的注册商标。

重要安全提示

仪器使用前，请认真阅读以下安全指导，以保障人员和设备安全！

- ◆要求仪器操作人员熟悉全部操作过程和操作时可能出现的意外情况，严格按说明书要求操作。
- ◆仪器使用前要检查各联接部位是否牢固。
- ◆严格按仪器技术要求配备水源和气源。
- ◆仪器使用过程中要有人值守，一旦出现意外，必须迅速切断水源和气源。

目录

一、	概述.....	1
二、	规格及型号.....	1
三、	技术参数.....	1
四、	仪器结构与工作原理.....	2
五、	操作说明.....	3
六、	维护与保养.....	9
七、	运输与储存.....	10
八、	故障判定与排除.....	10
九、	随 机 配 件 、 工 具 一 览 表.....	10
十、	保修.....	10

一、概述

硫化物含量测定仪是用来测定钻井液中的可溶性硫化物含量。可溶性硫化物包括硫化氢（ H_2S ）、硫离子（ S^{2-} ）和氢硫根离子（ HS^- ）。在 Garrett 气体分离器中酸化钻井液滤液，使所有的硫化物转变为 H_2S ，并被通过样品发泡的载气带出。

二、规格及型号

序号	名称	型号
1	硫化物含量测定仪	QTH

三、技术参数

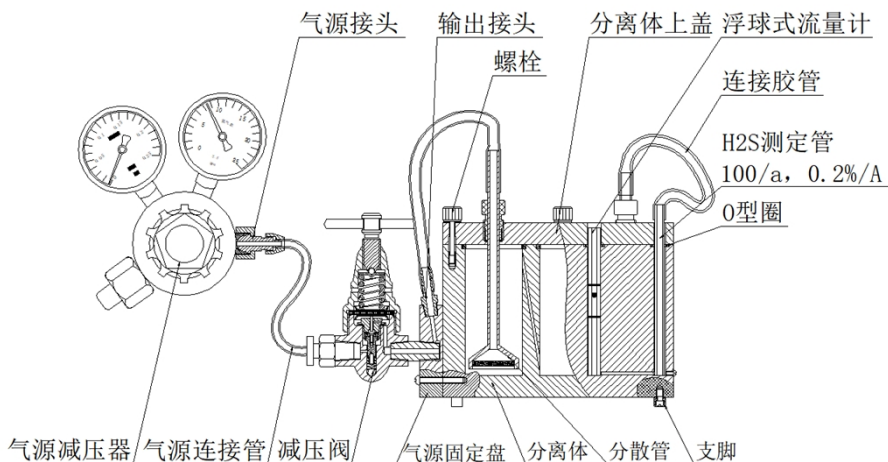
序号	名称	技术参数
1	气体分离体 1 号室	高度 90mm 直径 38mm
2	气体分离体 2 号室	高度 90mm 直径 30mm
3	气体分离体 3 号室	高度 90mm 直径 30mm
4	气体分离体通道	直径 2mm
5	用于低浓度范围的 Dräger H_2S 分析管	标有 H_2S 100/a
6	用于高浓度范围的 Dräger H_2S 分析管	标有 H_2S 0.2%/A

四、仪器结构与工作原理

(一) 仪器结构

该仪器主要由一系列透明塑料气室，一个惰性气体气源和一个压力调节器，一个浮球式流量计和一个分散器组成。见（图一）。

注意：载气为不与硫化物、碳酸盐、酸和 Dräger 管内试剂反应的气体，最好用氮气。



(图一) 仪器结构图

实验所用的配件说明：

1、Dräger 分析管：

- 1) 用于低 H_2S 浓度范围的：标有 H_2S100/a 。
- 2) 用于高 H_2S 浓度范围的：标有 $H_2S0.2\%/A$ 。

2、醋酸铅试纸。

- 3、消泡剂（盛于 60mL 滴瓶中）。
- 4、注射器：20mL、5mL、（各一个）。
- 5、针头：2 个 21 号针头（38mm）。
- 6、移液管： 10mL、1mL（各一个）。
- 7、开管器：于 Dräger 分析管配套。
- 8、气源减压气：25×0.25MPa。

（二）工作原理

可溶性硫化物包括硫化氢（ H_2S ）、硫离子（ S^{2-} ）和氢硫根离子（ HS^- ）。在 Garrett 气体分离器中酸化钻井液滤液，使所有的硫化物转变为 H_2S ，并被通过样品发泡的载气带出。Garrett 气体分离器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黑的 Dräger 管。变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 Dräger 管从白色变为棕黑色；用于高浓度范围的 Dräger 管从淡兰色变为烟黑色。通常钻井液中的污染物不会引起这种颜色变化。

五、操作说明

（一）硫化氢定量分析仪（水基）操作步骤

- 1、使用前确保腔室干燥、洁净、并处于水平状态，移去顶盖。

注意：气体室内的水份可能导致流量计内的球不能正常浮起，并且影响 Dräger 管读数的准确度。

- 2、在 1 号腔室加入 20mL 脱离子水和 5d 辛基消泡剂。
- 3、测试管的选择和样本体积的选择水基，见（表二）：

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 ₂ S 100/a	0.12
2.4--48	5.0	H ₂ S 100/a	0.12
4.8--96	2.5	H ₂ S 100/a	0.12
60—1020	10.0	H ₂ S 0.2%/A	1500
120-2040	5.0	H ₂ S 0.2%/A	1500
240--4080	2.5	H ₂ S 0.2%/A	1500

(表二) 不同硫化物浓度下所用的 Dräger 管型号、样品体积及管系数

具体方法:

①确定样本中硫化物的存在。

方法: 在 Garrett 气体分离器 3 室内“O”型圈下, 置放醋酸铅圆形试纸, 加入最大体积 10mL 的样本, 按使用手册的要求进行操作, 如果醋酸铅试纸变为黑色, 则表明有硫化物存在。

②确定样本中硫化物的单位含量。

方法: 先取 2.5mL 的样本, 放入 Garrett 气体分离器 1 室内, 同时选用浓度为 H₂S 100/a 的测试管, 按使用说明书的要求进行操作。若测试管未发生变化或变化太轻微不符合要求, 应加大样本测试体积 5mL 或 10mL。如果测试管变化过量无法读值(管体全部变黑), 应更换浓度为 H₂S 0.2%/A 的测试管进行测试。

4、打开测试管的两端, 按箭头方向插入腔室 3 旁的孔座中。

5、将流量计按字体朝上插入腔室 2 与 3 之间的孔座中。

6、将分散管(多孔板)装入腔室 1 上的盖。

7、将气体室的顶盖盖上, 并用手均匀旋紧所有螺丝, 使“O”型

圈均匀密封。

8、关闭压力调节器，用软管把载气源和 1 号室内的分散管连接。同样也用胶管把 3 号腔室的尼龙装置和 3 号腔室旁的测试管连接。并将气源与压力调节器连接。调节氮气减压器 T-螺杆使压力表指示在 0.4MPa。

注意：只能使用乳胶管或惰性的塑料管。不能夹住软管，以便在压力过高时释放压力。

9、调节多孔板（腔室 I）到腔室底部以上约 1/4 英寸（5mm）。此操作就向用“起泡机”激发析出的 H_2S 气体冒出泥浆一样。

10、通过旋紧调节阀的 T-螺杆轻轻通入载气持续 30s，清除系统中所有空气，检查是否漏气，关闭载气。

11、收集足够量不含固体颗粒的钻井液样品以备分析用。如果将被检测到的可溶硫化物浓度较低将会需要较大量的滤液，可用（表二）做为指导。在采样过程中，样品不能暴露在空气中时间太长，因为硫化物会由于在空气的氧化作用而迅速流失。

12、按照上表，用注射器通过 1 号室旁的注射口注入 1 号腔室内，测定体积无固体颗粒预测样品。

13、用皮下注射器和针头通过 1 号室旁橡胶隔膜向 1 号腔室慢慢注入 10 毫升 5N 硫酸溶液。

14、马上重新启动载气，调节气流速度使得浮球式流量计的浮球，保持在流量计的两条线之间。

15、观察测试管的外观变化，在黑色向前起跑到产生“羽毛状或污点”之前，记录下变黑的最大长度（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，也许出现在黑色之前。当记录黑色长度时，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。

注意：为达到最好的精度，“变黑长度”应大于 Dräger 管长度的一半，因此必须精心选择“样品体积”。

16、用合适的乙酸铅纸盘装入 3 号腔室密封圈的下方或许可以代替腔室列的测试管，乙酸铅纸能够定性测试出样品中硫化物的存在与否，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。

17、清洗腔室列、然后拆下顶盖。从座孔上取下测试管和流量计用塞子将孔塞住以保持其干燥，用温水和中性清洁剂冲洗腔室列，用软刷、管道清刷将腔室间的通道清洗干净，并用空气或者 CO₂ 将多盘孔吹干，用脱离子水冲洗整套设备，并排干水份。

18、计算样品中的硫化物的含量：

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

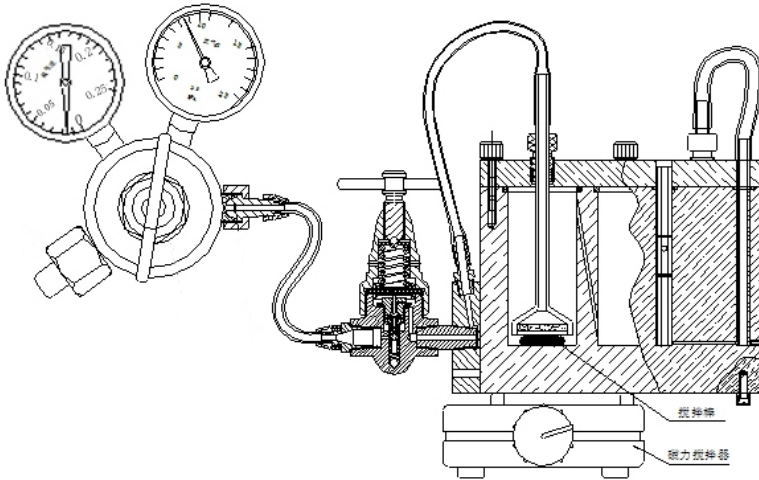
注意：严禁使用氧气。拆卸气体分离室和气源之前必须放掉余气。仪器使用完毕要将调压手柄松开。

(二) 硫化氢定量分析仪（油基）操作步骤

1、将磁力搅拌棒放入 1 号腔室，安装步骤如同水基的操作步骤。

见（图二）。

注意：气体室内的水份可能导致流量计内的球不能正常浮起，并且影响 Dräger 管读数的准确度。



（图二） Garrett 气体分离器结构图

2、将分析仪置于磁力搅拌器的上方，通过 1 号腔室顶部的橡胶隔膜插入样品注射管，确保密封。见（图二）。

3、加 20mL2M 柠檬酸（citric acid）破乳剂和异丙醇混合物入 1 号腔室。

4、加入 10d 辛醇消泡剂如 1 号腔室。见（图二）。

5、选择合适的测量范围的测试管。（见水基表二）。

6、打开测试管的两端，按箭头向下插入 3 号腔室旁的孔座中。装上流量计“TOP”或“T”向上，确保密封。见（图二）。

7、安装测试仪顶部，用手紧固螺丝螺杆，并连接所有橡胶管。见

(图二)。

8、在调节阀关闭状态，连接减压阀和气源。

9、轻轻旋紧调节阀 T-螺杆使载气气体慢慢流入，持续 30s，排除系统中的所有空气，检查有无漏气，关闭气流，在排出过程中多孔板应该在流体的上方。

10、用中等速度操作磁力搅拌器，小心放下多孔板进入循环的流体中直到搅拌棒之上。见（图二）。

11、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。

注意：注射器中样品至少要多 0.5mL，这样才能保证注入更为准确。

12、马上重新开启载气气流，调节流速到 200—400cm³/min，以保持浮球在流量计的两条刻线之间。

13、观察测试管的外观变化，在黑色向前起跑到产生“羽毛状或污点”之前，记录下变黑的最大长度，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），也许在出现黑色的前方--如样硫化物存在于样品中时，当记录黑色长度时，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。

14、马上重新启动载气，调节气流速度使得浮球式流量计的浮球保持在流量计的两条线之间。

15、清洗腔室列，拆下橡胶管，然后拆下顶盖，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，用温水和中性清洁剂冲洗腔

室列，用软刷、管道清刷将腔室间的通道清洗干净，并用空气或者 CO₂ 将多盘孔吹干，用脱离子水冲洗整套设备，并排干水份。

16、计算样品中的硫化物的含量：

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

六、维护与保养

1、每次实验开机前和停机后，对仪器进行清洁和检查工作，远离腐蚀液和溶剂存放。实验结束后，应将各部件内的压力、气体释放干净，泄压后方可清洗并干燥分离体。

2、使用过程中应轻拿轻放，防止磕碰，损伤仪器。

3、要定期对仪器进行检验，保证仪器处于良好的工作状态。

4、正常维护保养程序

1) 通气孔内应保持清洁，“O”型圈和滤网未变形、无破损，密封面无损伤。

2) 输气管禁止与腐蚀性介质接触，不得敲击和划伤。

3) 调压时，要逐渐加压，保持浮球在两刻线中间位置。

4) 调压手柄螺栓处，应定期旋下涂上润滑脂。

5、仪器如果较长时间搁置不用，应至少每 3 个月进行检查，并经常对仪器进行清洁防护。

七、运输与储存

仪器的运输与储存应符合于 GB/T 25480-2010 标准。产品应储存在通风干燥的室内，室内空气中不含有能引起器件腐蚀的杂质。

八、故障判定与排除

故障现象	原因分析	排除方法	备注
气体由分离体的 1 号室上的螺母和分散体处溢出	“O”型圈损坏 (7.5×1.8)	逆时针松开分离器 1 号室上的螺母，卸下分散管，更换“O”型圈	
气体由分离体的 3 号室上的螺母和分散体处溢出	“O”型圈损坏 (7.5×1.8)	逆时针松开分离器 3 号室上的螺母，卸下管接头组件，更换“O”型圈	
气体由分离体的分离体和分离体上盖的接合处溢出	分离体的 1、2、3 号室上的 (14)、(15 “O”型圈损坏	打开 (11) 压紧螺母 (5 只)，卸下分离体盖，更换“O”型圈	
气体由分离体的乳胶胶管的接头接合处溢出	乳胶胶管老化损坏	更换乳胶胶管	

九、随机配件、工具一览表

详见装箱单

十、保修

本公司产品的生产日期以产品检测表为准，保修期为一年。

在保修期内，收到用户关于产品故障报告后，若故障属本公司产品引起，**（注意：产品及其附属包装需完好无损）**，均在保修范围之内。

如故障属于下列情形之一引起，则不在免费保修之列，用户需承担相应有关费用，但我公司应尽快协助排除故障，使设备恢复正常：

- 1、用户不按说明书操作的；
- 2、开箱取件时碰摔伤无法正常使用的；
- 3、用户人为造成产品的损坏或其他因素（如运输中）；

注意：维修时无本公司所原配包装或包装损坏无法托运，需用户承担相关包装费用。

青岛海通达专用仪器有限公司
青岛海通远达专用仪器有限公司

注册地址：青岛市李沧区九水东路 320 号

通讯地址：青岛市城阳区华安路 10 号

销售电话：0532-87605016-87605018

售后电话：0532-87660287

传真：0532-87604773

网址：www.haitongda.com

电子邮箱：haitongda@vip.sina.com