

B = im 1 Preßwasser ermittelte mval $\text{Ca}^{++} + \text{Mg}^{++}$
 V = verbrauchte ml 0,01 m bzw. 0,1 m Chelaplex-II-Lösung
 F = Faktor der Chelaplex-III-Lösung
 E = zur Untersuchung angewendete ml Preßwasser

Hinweise

Ersatz für TGL 23033/16, Ausgabe 12.68

Änderungen gegenüber der Ausgabe 12.68:

Redaktionelle und fachliche Überarbeitung des Prüfverfahrens

Deutsche Demokratische Republik	Geologische Industrie PRÜFVERFAHREN DER BOHRSPÜLUNG Calcium- und Magnesium-Ionen- Konzentration	TGL 23033/22 Gruppe 920 610
	Геологическая промышленность ИССЛЕДОВАНИЕ БУРОВОГО РАСТВОРА Концентрация ионов кальция и магния	Geological industry TESTING OF DRILLING MUD Calcium- and magnesium- ion-content

Deskriptoren: Bohrspülung; Calcium-Magnesium-Ionen-Konzentration

Verbindlich ab 1. 4. 1974

1. Prüfhilfsmittel

1.1. Prüfgeräte

Uhrglas	60 mm Durchmesser
Mörser mit Pistill	120 mm Durchmesser
Bürette	50 ml TGL 40-367
Vollpipette VP ₁ A1	TGL 11992
Meßzylinder 4313101	TGL 25927
Kolben H3-200	TGL 40-345
Enghals-Kolben	100 ml TGL 21637

1.2. Reagenzien

Kaliumchlorid	KCl z. A.
Ammoniumchlorid	NH ₄ Cl z. A.
Ammoniak, 25%ig	NH ₄ OH z. A.
Dinatriumäthylendiamintetraacetat-Lösung (Chelaplex III)	

0,01 m = 3,722 g/l $\text{Na}_2\text{H}_2(\text{CH}_2\text{N})_2(\text{CH}_2\text{COO})_4$ z. A.0,1 m = 37,22 g/l $\text{Na}_2\text{H}_2(\text{CH}_2\text{N})_2(\text{CH}_2\text{COO})_4$ z. A.

Magnesiumlösung 0,01 m = 0,4032 g MgO z. A. in Säure gelöst

Thioacetamid $\text{CH}_3 \cdot \text{CS} \cdot \text{NH}_2$ z. A.Triäthanolamin $\text{N}(\text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{OH})_3$ z. A.Wasserstoffperoxid H_2O_2 30%ig z. A.

Fortsetzung Seite 2 bis 4

Verantwortlich:
Bestätigt: 28.12.1973VVB Erdöl-Erdgas, Gommern
Staatssekretariat für Geologie, Berlin

Eriochromschwarz T/Kaliumchloridverreibung 1 : 100

Calciumcarbonat	CaCO ₃	z. A.
Salzsäure	HCl	z. A.

1.3. Einstellung des Titers

Die Bestimmung des Faktors der 0,01 m bzw. 0,1 m Chelaplex-III-Lösung ist gegen genau eingestellte 0,01 m bzw. 0,1 m Calciumchloridlösung durch Titration nach 3. zu ermitteln. Es sind mindestens 3 Parallelbestimmungen durchzuführen, aus denen der Faktor durch Mittelwertbildung errechnet werden soll. Zur Herstellung der 0,01 m bzw. 0,1 m Calciumchloridlösung sind 1,0009 g/l bzw. 10,009 g/l Calciumcarbonat z. A. zu verwenden, das vorher bei 105 °C ± 5° bis zur Massekonstanz zu trocknen und mit möglichst wenig Salzsäureüberschuß zu lösen ist.

1.4. Herstellung des Ammoniakpuffers

54 g Ammoniumchlorid und 350 ml 25%iger Ammoniak sind mit 100 ml 0,01 m Chelaplex-III-Lösung und 100 ml 0,01 m Magnesiumlösung zu versetzen, mit destilliertem Wasser auf 1 l aufzufüllen und umzuschütteln. 5 ml dieses Ammoniakpuffers müssen nach Versetzen mit etwa 100 ml destilliertem Wasser und Zugabe von etwa 0,05 g Eriochromschwarz-T-Verreibung eine rein blaue Farbe zeigen und nach Zugabe eines Tropfens 0,01 m Magnesiumlösung deutlich nach Violett ansprechen. Andernfalls ist der Puffer mit Chelaplex-III-Lösung bzw. Magnesiumlösung zu korrigieren.

1.5. Herstellung der Indikatormischung

1 g Eriochromschwarz T und 100 g Kaliumchlorid z. A. werden in einem Mörser innig verrieben.

2. Probeprobereitung

Die Probeprobereitung erfolgt nach TGL 23033/04 Punkt 3.2.

3. Durchführung

1,0 ml Preßwasser ist in einem Kolben mit destilliertem Wasser auf etwa 100 ml zu verdünnen.

Bei Calcium- und Magnesium-Ionen-Konzentrationen über 300 mval/l ist wie bei der Bestimmung der Chlorid-Ionen-Konzentration nach TGL 23033/21 zu verdünnen. Sollte der Verbrauch an 0,01 m Chelaplex-III-Lösung trotzdem über 30 ml liegen, so ist die Titerlösung mit der höheren Konzentration zu verwenden.

Bei dunkel gefärbten Preßwässern ist der verdünnte Kolbeninhalt mit 1 bis 2 ml Wasserstoffperoxid zu versetzen und mindestens 10 min lang reagieren zu lassen. Zur Vertreibung des Wasserstoffperoxidüberschusses ist der Kolben mit einem Uhrglas abzudecken und der Inhalt 20 min lang zu kochen. Nach dem Erkalten ist erneut mit destilliertem Wasser auf etwa 100 ml zu verdünnen.

Diese verdünnte Lösung ist durch Zusatz von 5 ml Ammoniakpuffer auf den pH-Wert 10 zu bringen. Danach sind etwa 0,05 g Eriochromschwarz-T-Verreibung hinzuzugeben und umzuschütteln. Bei Gegenwart von Ca⁺⁺ bzw. Mg⁺⁺ färbt sich die Lösung rot. Die rotgefärbte Lösung ist anschließend mit 0,01 m bzw. 0,1 m Chelaplex-III-Lösung zu titrieren, bis ein Umschlag von Rot nach Kornblumenblau erfolgt.

Erfolgt bei der Titration kein Farbumschlag, ist es zweckmäßig, vor Zusatz des Indikatorgemisches in die ammoniakalische Lösung etwa 0,5 g Thioacetamid sowie 2 ml Triäthanolamin oder 1 ml Chelaplex-III-Lösung, welche in die Berechnung mit eingeht, zuzusetzen.

4. Berechnung

Calcium- und Magnesium-Konzentration in mval/l

$$\frac{V \times F \times 20}{E} = B \quad \text{für } 0,01 \text{ m Chelaplex-III-Lösung}$$

$$\frac{V \times F \times 200}{E} = B \quad \text{für } 0,1 \text{ m Chelaplex-III-Lösung}$$