

Deutsche Demokratische Republik	Geologische Industrie PRÜFVERFAHREN DER BOHRSPÜLUNG Calcium-Ionen-Konzentration	TGL
		23033/23 Gruppe 920 610
Геологическая промышленность ИССЛЕДОВАНИЕ БУРОВОГО РАСТВОРА Концентрация ионов кальция	Geological industry TESTING OF DRILLING MUD Calcium-ion-content	

Deskriptoren: Bohrspülung; Calcium-Ionen-Konzentration

Verbindlich ab 1. 4. 1973

1. Prüfhilfsmittel

1.1. Prüfgeräte

Uhrglas	60 mm Durchmesser	
Bürette	50 ml	TGL 40-367
Vollpipette VP <sub>1</sub> A1		TGL 11992
Meßzylinder 4313101		TGL 25927
Kolben H3-200		TGL 27243
Mörser mit Pistill		
Enghals-Meßkolben	100 ml	TGL 21637

1.2. Reagenzien

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.

Fluorexon/Thymolphthalein/Kaliumchloridverreibung 1:0,5:100

Murexid/Natriumchloridverreibung 1:100

Kallauge 1 n = 56 g/l KOH z. A.

Natronlauge 1 n = 40 g/l NaOH z. A.

Die Bestimmung des Faktors der 0,01 m bzw. 0,1 m Chelaplex-III-Lösung hat nach TGL 23033/22 Punkt 1.3. zu erfolgen.

Fortsetzung Seite 2 und 3

Verantwortlich:  
Bestätigt: 28.12.1973

VVB Erdöl-Erdgas, Gommern  
Staatssekretariat für Geologie, Berlin

## 2. Probevorbereitung

Die Probevorbereitung erfolgt nach TGL 23033/04 Punkt 3.2.

## 3. Durchführung

Die Titration mit Fluorexon als Indikator ist auch in dunkel gefärbten Lösungen durchführbar. Der Farbumschlag nach Rot kann hier nicht beobachtet werden, so daß bis auf das deutliche Verschwinden der Fluoreszenz titriert werden muß. Bei  $\text{Na}^+$ -Gehalten über 80 g/l bleibt eine deutliche Restfluoreszenz erhalten, so daß es sich empfiehlt, die Bestimmung mit Murexid als Indikator durchzuführen. Ist das Verhältnis von Calcium zu Magnesium größer als 1:10, so werden mit Murexid als Indikator genauere Werte erzielt.

### 3.1. Fluorexon als Indikator

1 ml Proßwasser ist in einem Kolben mit etwa 100 ml destilliertem Wasser zu verdünnen.

Bei Calcium-Ionen-Konzentrationen über 300 mval/l ist wie bei der Bestimmung der Calcium- und Magnesium-Ionen-Konzentration TGL 23033/22 zu verfahren.

Der Reihe nach sind etwa 0,02 bis 0,05 g Indikatorverreibung und 10 ml 1 n Kalilauge zuzusetzen. Bei Gegenwart von Calcium fluoresziert die Lösung grün. Um ein Ausfällen von Calciumcarbonat zu vermeiden, muß nach Zugabe der 1 n Kalilauge sofort titriert werden. Zu dieser stark alkalischen Lösung ist solange unter stetem Umschütteln des Kolbens aus der Burette 0,01 m bzw. 0,1 m Chelaplex-III-Lösung zuzutropfen, bis die Farbe der Vorlage nach Rot umschlägt. Es empfiehlt sich, die Titration über einem schwarzen Untergrund durchzuführen.

### 3.2. Murexid als Indikator

1,0 ml Proßwasser ist in einem Erlenmeyerkolben mit etwa 100 ml destilliertem Wasser zu verdünnen.

Bei Calcium-Ionen-Konzentrationen über 300 mval/l ist wie bei der Bestimmung der Calcium- und Magnesium-Ionen-Konzentration TGL 23033/22 zu verfahren.

Man gibt nun zu dem Kolbeninhalt etwa 0,02 bis 0,05 g Muraxidverreibung, 10 ml 1 n Natronlauge und titriert mit Chelaplex-III-Lösung bis zum Umschlag von orange nach violett. Zum besseren Erkennen des Umschlagpunktes verwendet man eine weiße Unterlage und betrachtet von oben die sich beim Zutropfen von Chelaplex-III-Lösung bildenden blauen Schlieren in der Lösung. Beim Wegfall dieser Schlierenbildung ist der Endpunkt der Titration erreicht.

#### 4. Berechnung

Calcium-Ionen-Konzentration in mval/l

$$= \frac{V \times F \times 20}{E} = C$$

Calcium-Ionen-Konzentration in g/l

$$= \frac{V \times F \times 0,4}{E}$$

Calciumchlorid-Konzentration in g/l

$$= \frac{V \times F \times 1,11}{E}$$

Calciumsulfat-Konzentration in g/l

$$= \frac{V \times F \times 1,36}{E}$$

C = im 1 Preßwasser ermittelte mval  $\text{Ca}^{++}$

V = Verbrauch an ml 0,01 m bzw. 0,1 m Chelaplex-III-Lösung

F = Faktor der 0,01 m bzw. 0,1 m Chelaplex-III-Lösung

E = Zur Untersuchung angewendete ml

Bei Verwendung einer 0,1 m Chelaplex-III-Lösung sind die Ergebnisse mit dem Faktor 10 zu multiplizieren.

#### Hinweise

Ersatz für TGL 23033/17, Ausgabe 12.68

Änderungen gegenüber der Ausgabe 12.68:

Redaktionelle und fachliche Überarbeitung des Prüfverfahrens

