

ПРОПАНТЫ ДЛЯ ГИДРАВЛИЧЕСКОГО РАЗРЫВА ПЛАСТА

Общие технические условия



Предисловие

Сведения о стандарте

1 РАЗРАБОТАН Автономной некоммерческой организацией «Институт нефтегазовых технологических инициатив»

2 ВНЕСЕН Комитетом по высокотехнологичным сервисам при бурении и закачиванию скважин АНО «Институт нефтегазовых технологических инициатив»

3 ПРИНЯТ АНО «Институт нефтегазовых технологических инициатив»

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения АНО «Институт нефтегазовых технологических инициатив».

Содержание

1 Область применения.....	1
2 Нормативные ссылки	2
3 Термины и определения.....	4
4 Классификация.....	6
5 Технические требования	7
6 Требования безопасности и охраны окружающей среды.....	8
7 Отбор и сокращение проб. Правила приемки.....	9
8 Методы испытаний.....	12
8.2 Определение гранулометрического состава	12
8.3 Определение массовой доли гранул основной фракции.....	14
8.4 Определение сферичности и округлости.....	15
8.5 Определение растворимости в смеси кислот	18
8.6 Определение растворимости в 15% соляной кислоте	20
8.7 Определение мутности	21
8.8 Определение насыпной плотности пропанта.....	24
8.9. Определение кажущейся плотности пропанта.....	26
8.10 Определение абсолютной (истинной) плотности	28
8.11 Определение сопротивления раздавливанию	29
8.12 Определение относительного изменения массы при прокаливании	32
8.13 Определение эффективной удельной активности естественных радионуклидов	34
8.14 Определение массовой доли хлорорганических соединений	34
9 Контроль качества результатов измерений (для алюмо-силикатных, магнезиально-кварцевых пропантов, полимерно-покрытых песков, RCP).....	35
10 Маркировка, упаковка, хранение и транспортирование.....	41
Приложение А Технические требования к расклинителям	42
Приложение Б Основные требования, предъявляемые к ситам для испытаний	49
Приложение В Аппаратура для отбора и подготовки проб из потока пропантов	51

Приложение Г Соответствие номеров сит настоящего стандарта и действующей отечественной нормативной документации	54
Библиография.....	55

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на материалы, предназначенные для применения в качестве расклинивающего агента (proppant agent) при интенсификации добычи нефти методом гидравлического разрыва пласта, а именно:

- керамические пропанты (алюмосиликатные и магнезиально-кварцевые);
- керамические пропанты полимерным покрытием для предотвращения обратного выноса (RCP);
- упрочненные керамические пропанты с предотвращенным полимерным покрытием;
- фракционированные кварцевые пески;
- упрочненные фракционированные пески с отвержденным полимерным покрытием.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.3.009-76 Система стандартов безопасности труда. Работы погрузочно-разгрузочные. Общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.028-76 Система стандартов безопасности труда. Респираторы ШБ-1 "Лепесток". Технические условия

ГОСТ 12.4.041-2001 Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты органов дыхания фильтрующие. Общие технические требования

ГОСТ 17.0.0.01-76 Система стандартов в области охраны природы и улучшения использования природных ресурсов. Основные положения

ГОСТ 17.2.3.02-78 Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями

ГОСТ 1381-73 Уротропин технический. Технические условия

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 2642.0-86 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Общие требования к методам анализа

ГОСТ 2642.3-97 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида кремния (IV)

ГОСТ 2642.4-97 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида алюминия

ГОСТ 2642.8-97 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения оксида магния

ГОСТ 3118-77 Реактивы. Кислота соляная. Технические условия

ГОСТ 5841-74 Реактивы. Гидразин серноокислый

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 9546-75 Реактивы. Аммоний фтористый кислый. Технические условия

ГОСТ 10484-78 Реактивы. Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 24717-2004 Огнеупоры и огнеупорное сырье. Маркировка, упаковка, транспортирование и хранение

ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Тигли, основные параметры и размеры

ГОСТ 30108-94 Материалы и изделия строительные. Определение удельной эффективной активности естественных радионуклидов

ГОСТ Р 12.4.230.1-2007 (ЕН 166-2002) Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты глаз. Общие технические требования

ГОСТ Р 50779.10-2000 (ИСО 3534-1-93) Статистические методы. Вероятность и основы статистики. Термины и определения

ГОСТ Р 51568-99 (ИСО 3310-1-90) Сита лабораторные из металлической проволочной сетки. Технические условия

ГОСТ Р 52918-2008 Огнеупоры. Термины и определения

ГОСТ Р 53228-2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 57164-2016 Вода питьевая. Методы определения запаха, вкуса и мутности

Примечание - При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования - на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю "Национальные стандарты", который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя "Национальные стандарты" за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ГОСТ Р 50779.10, ГОСТ Р 52918, а также следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Абсолютная (истинная) плотность пропантов: отношение массы пропантов к их истинному объему, выраженное в граммах на кубически сантиметр.

3.2 Истинный объем пропантов: объем гранул пропантов без учета открытых пор и пустот между гранулами, выраженный в кубических сантиметрах.

3.3 Кажущаяся плотность пропантов: отношение массы пропантов к их общему объему, выраженное в граммах на кубический сантиметр.

3.4 Комнатная температура: температура окружающей среды, при которой проводят испытания, находящаяся в интервале значений (22 ± 3) °С.

3.6 Мутность: интенсивность рассеяния света на взвешенных частицах в единице объема водной суспензии пропантов, выраженная в единицах мутности по формазину, ЕМФ.

3.7 Насыпная плотность пропантов: отношение массы свободно насыпанных пропантов к занимаемому ими объему, выраженное в граммах на кубический сантиметр.

3.8 Общий объем пропантов: объем гранул пропантов с учетом открытых и закрытых пор, выраженный в кубических сантиметрах.

3.9 Округлость гранулы пропантов: степень относительной сглаженности углов при вершинах и ребер гранул пропантов, выраженная в условных единицах.

3.10 Основная фракция пропантов: совокупность гранул пропантов, большая часть которых, проходя через сито, номер которого указан в числителе обозначения фракции (таблица 1), задерживается на сите, номер которого указан в знаменателе.

3.11 Относительное изменение массы пропантов при прокаливании: относительное изменение массы пропантов с полимерным покрытием после нагрева и выдержки их при заданной температуре до достижения постоянной массы, выраженное в процентах.

3.14 Пропанты: гранулированный огнеупорный порошок высокой прочности, предназначенный для использования при добыче нефти способом гидравлического разрыва пласта. [ГОСТ Р 52918-2008, статья 22]

3.15 Растворимость пропантов в кислоте (смеси кислот): относительное изменение массы пропантов после обработки растворами, содержащими кислоту (смесь кислот), выраженное в процентах.

3.16 Сопротивление раздавливанию пропантов: массовая доля гранул пропантов, разрушенных под воздействием заданной сжимающей нагрузки, выраженная в процентах.

3.17 **Сферичность гранулы пропантов:** степень приближения формы гранулы пропантов к форме сферы, выраженная в условных единицах.

3.18 **Фракция пропантов:** совокупность гранул пропантов определенного размера.

4 Классификация

В зависимости от размера гранул основной фракции пропанты подразделяют на фракции, указанные в таблице 1.

Таблица 1 – Характеристика фракций пропанта

Обозначение фракции	Характеристика
10/14	Гранулы проходят через сито номер 10 и задерживаются на сите номер 14
12/18	Гранулы проходят через сито номер 12 и задерживаются на сите номер 18
16/20	Гранулы проходят через сито номер 16 и задерживаются на сите номер 20
16/30	Гранулы проходят через сито номер 16 и задерживаются на сите номер 30
20/40	Гранулы проходят через сито номер 20 и задерживаются на сите номер 40
30/50	Гранулы проходят через сито номер 30 и задерживаются на сите номер 50
40/70	Гранулы проходят через сито номер 40 и задерживаются на сите номер 70
Примечание - Основные требования, предъявляемые к ситам, приведены в приложении Б, таблица соответствия применяемых сит требованиям ГОСТ Р 51568 – в приложении Г.	

5 Технические требования

Технические требования к расклинителям приведены в Приложении А.

6 Требования безопасности и охраны окружающей среды

6.1 Пропанты по степени воздействия на организм относятся к III-му классу опасности по ГОСТ 12.1.007. Образующаяся при применении пропантов пыль оказывает раздражающее действие на слизистую оболочку глаз и верхних дыхательных путей.

6.2 Пропанты не взрывоопасны, не горючи, не образуют токсичных соединений в воздушной среде и сточных водах.

По санитарно-гигиеническим показателям производство и применение пропантов должно соответствовать требованиям [1].

6.3 В местах возможного пыления необходимо обеспечивать принудительную приточно-вытяжную вентиляцию и использование индивидуальных противопыльных или фильтрующих респираторов по ГОСТ 12.4.028 или ГОСТ 12.4.041 и индивидуальных средств защиты глаз по ГОСТ Р 12.4.230.1. Места возможного пыления следует орошать водой и проводить влажную уборку складских и производственных помещений.

6.4 При производстве и применении пропантов контроль воздуха рабочей зоны осуществляют по ГОСТ 12.1.005, [2] и [3]. Для алюмосиликатных материалов предельно допустимая средняя сменная концентрация (ПДК) составляет 8 мг/м³.

6.5 При погрузочно-разгрузочных работах следует соблюдать общие требования безопасности по ГОСТ 12.3.009.

6.6 При хранении и применении пропантов следует соблюдать ГОСТ 17.0.0.01 и ГОСТ 17.2.3.02.

6.7 Пропанты по эффективной удельной активности природных радионуклидов относятся к I-му классу опасности (не более 370 Бк/кг) по [5] или по ГОСТ 30108.

Транспортирование, хранение и использование - без ограничений по радиационному фактору.

7 Отбор и сокращение проб. Правила приемки

Пропанты принимают партиями. Партия массой не более 200 т должна состоять из пропантов одной фракции и сопровождаться одним документом о качестве, содержащим:

- наименование предприятия-изготовителя и (или) его товарный знак;
- номер партии и дату отгрузки;
- обозначение и наименование настоящего стандарта;
- обозначение фракции;
- результаты лабораторных испытаний.

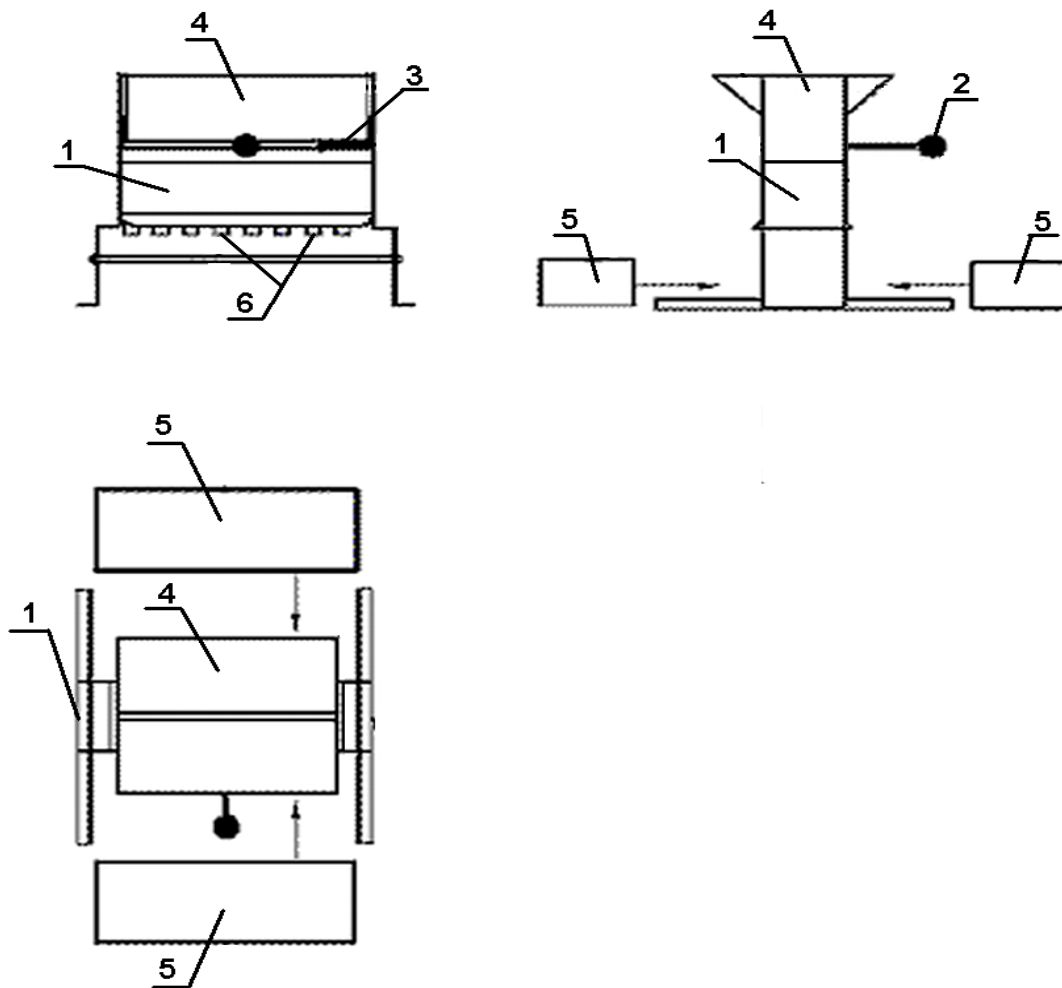
7.1 Правила приемки пропантов по ГОСТ Р 52667 с дополнениями по 7.1.1 – 7.1.6.

7.1.1 Масса партии пропантов: не более 200 т.

7.1.2 Масса мгновенной пробы: не менее 0,3 кг.

7.1.3 Мгновенные пробы отбирают с использованием пробоотборника от каждого контейнера с пропантами каждой предъявляемой к приемке партии пропантов.

7.1.3.1 Мгновенные пробы объединяют в суммарную пробу и путем сокращения и деления (например, на ручном делителе, приведенном на рисунке 1, до получения лабораторной пробы массой не менее 2 кг).



1 – основной корпус с габаритными размерами $(29,5 \pm 0,5) \times (28,0 \pm 0,5) \times (16,5 \pm 0,5)$ см;
 2 – рукоятка; 3 – задвижка; 4 – бункер; 5 – поддон; 6 – лопасти размером $(1,25 \pm 0,05)$ см

Рисунок 1 — Ручной делитель пробы

Если массы суммарной пробы недостаточно для получения необходимой массы лабораторной пробы, увеличивают количество мгновенных проб.

7.1.3.2 Перед началом приемо-сдаточных испытаний лабораторную пробу высушивают при температуре $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ до постоянной массы в сушильном шкафу и остужают на воздухе до комнатной температуры.

7.2 При проверке соответствия качества пропантов требованиям настоящего стандарта проводят приемо-сдаточные испытания в соответствии с таблицей 2.

Таблица 2 – Периодичность проведения испытаний пропантов

Наименование показателя	Периодичность проведения испытаний
1 Гранулометрический состав	От каждой партии
2 Массовая доля гранул основной фракции	
3 Насыпная плотность	
4 Кажущаяся плотность	
5 Сопротивление раздавливанию	
6 Сферичность	
7 Округлость	
8 Относительное изменение массы при прокаливании	
9 Абсолютная (истинная плотность)	От каждой десятой партии
10 Растворимость в смеси кислот	
11 Растворимость в 15% соляной кислоте	
12 Мутность	

7.8 Перед проведением приемо-сдаточных испытаний лабораторную пробу высушивают при температуре (110 ± 5) °С до постоянной массы в сушильном шкафу и остужают на воздухе до комнатной температуры. Лабораторную пробу не сушат, если ее отбирают непосредственно после обжига или испытывают пропанты с полимерным покрытием.

7.9 Партия должна сопровождаться одним документом о качестве. Рекомендуемая форма документа о качестве – по ГОСТ Р 52667.

7.10 На случай разногласий в оценке качества пропантов при поставках не менее половины массы лабораторной пробы хранят в плотно закрытой упаковке в архиве. При поставках на территории Российской Федерации и на экспорт срок хранения составляет 12 месяцев.

8 Методы испытаний

8.1 Контроль качества результатов измерений по 8.2-8.10, осуществляют в соответствии с нормативами точности, приведенными в разделе 9. Числовые значения результатов измерений должны оканчиваться цифрой того же разряда, что и соответствующие значения погрешности (таблица 10).

8.2 Определение гранулометрического состава

8.2.1 Сущность метода

Метод основан на определении массовой доли пропантов, оставшихся на каждом сите из набора сит после вибрационного воздействия на пробу для испытаний.

8.2.2 Средства измерений, аппаратура и вспомогательные устройства

Весы по ГОСТ Р 53228, класс точности II.

Щетка из полимерных материалов для чистки сит.

Лабораторный вибростенд с устройством для установки набора сит, обеспечивающий вращение и встряхивание. Технические требования к вибростенду приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Технические требования к вибростенду*

Частота вращения эксцентрика, об/мин	Число встряхиваний, мин ⁻¹	Предел допускаемой погрешности таймера, с
От 280 до 290	От 150 до 160	±5

*Допускается по согласованию с заказчиком использование вибростендов с другими характеристиками.

Наборы сит, с поддоном и крышкой (таблицы 4,5) по ГОСТ Р 51568.

Металлический стакан или лодочка для взвешивания.

Примечание - Не допускается использовать емкости из пластика, стекла или бумаги.

Допускается использовать другие средства измерений, испытательное и вспомогательное оборудование, обеспечивающие точность испытаний, предусмотренную настоящим стандартом.

Таблица 4 - Наборы сит для определения гранулометрического состава фракций алюмосиликатных пропантов

Номер сита в наборе для отсева фракций пропантов							
10/14	12/18	12/20	16/20	16/30	20/40	30/50	40/70
6	8	8	12	12	16	20	30
10	12	12	16	16	20	30	40
12	14	14	18	18	25	40	45
14	16	16	20	20	30	45	50
16	18	18	25	25	35	50	60
18	20	20	30	30	40	60	70
20	30	30	40	40	50	70	100
поддон	поддон	поддон	поддон	поддон	поддон	поддон	поддон
Примечание - Полужирным шрифтом выделены верхнее и нижнее основные сита в наборе.							

Таблица 5 - Наборы сит для определения гранулометрического состава фракций магниезально-кварцевых пропантов

Номер сита в наборе для отсева фракций пропантов						
10/14	12/18	16/20	16/30	20/40	30/50	40/70
6	8	12	12	16	20	30
10	12	16	16	20	30	40
12	14	18	18	25	35	45
14	16	20	20	30	40	50
16	18	25	25	35	45	60
18	20	30	30	40	50	70
20	30	40	40	50	70	100
поддон	поддон	поддон	поддон	поддон	поддон	поддон
Примечание - Полужирным шрифтом выделены верхнее и нижнее основные сита в наборе.						

8.2.3 Проведение испытаний

Испытания проводят на двух параллельных пробах на одном и том же наборе сит.

Составляют набор из сит с поддоном и крышкой в соответствии с таблицами 4 и 5 таким образом, чтобы размеры ячеек сита уменьшались сверху вниз.

Пробу для испытаний массой 100 г взвешивают в металлической емкости с точностью до 0,1 г, полученное значение записывают с одной значащей цифрой после запятой. Помещают пробу на верхнее сито. Устанавливают набор сит с поддоном и крышкой на лабораторный вибростенд и встряхивают в течение 10 мин.

После просеивания набор сит вынимают из вибростенда, с помощью щетки аккуратно извлекают остатки пропантов с каждого сита и поддона и взвешивают.

Массовую долю гранул пропантов w_i , %, оставшихся на i -м сите и поддоне, вычисляют по формуле:

$$w_i = \frac{m_i}{m} \cdot 100, \quad (1)$$

где $i = 1, 2 \dots 8$ (номер сита или поддона);

m_i – масса остатка гранул на i -м сите или поддоне, г;

m – масса пробы для испытаний, г.

За результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений массовой доли пропантов на каждом сите и поддоне.

Допускаемое отклонение общей массы пропантов на ситах и поддоне от массы пробы для испытаний не должно превышать 0,5%.

Результат измерений округляют до первой значащей цифры после запятой.

Средний диаметр $d_{\text{ср}}$ должен использоваться для характеристики распределения пропанта, выражается в миллиметрах, рассчитывается по формуле:

$$d_{\text{ср}} = \frac{\sum n \cdot d}{\sum n}, \quad (2)$$

где $n \cdot d$ – произведение среднего диаметра (d) и повторяемости (n).

8.3 Определение массовой доли гранул основной фракции

8.3.1 Средства измерений, аппаратура и вспомогательные устройства

Весы по ГОСТ Р 53228, класс точности II.

Наборы сит с поддоном и крышкой (таблица 4,5).

Лабораторный вибростенд по 8.2.2.

Металлическая емкость для взвешивания по 8.2.2.

Щетка из полимерных материалов для чистки сит.

8.3.2 Проведение испытаний

Испытания проводят на двух параллельных пробах на одном и том же наборе сит.

Пробу для испытаний массой 100 г взвешивают, полученное значение записывают в граммах, с одной значащей цифрой после запятой, помещают на верхнее сито набора сит, соответствующего испытываемой фракции пропантов (таблицы 4, 5). Набор сит устанавливают на лабораторный вибростенд и встряхивают в течение 10 мин. Снимают сита с вибростенда. С помощью щетки аккуратно переносят пропанты, оставшиеся на нижнем сите, в емкость, в которой взвешивали пробу для испытаний.

Массовую долю гранул основной фракции $w_{\text{осн.фр.}}$, %, оставшихся на нижнем сите, вычисляют по формуле:

$$w_{\text{осн.фр.}} = \frac{m_{\text{ост}}}{m} \cdot 100, \quad (7)$$

где $m_{\text{ост}}$ – масса гранул, оставшихся на нижнем сите, г;

m – масса пробы для испытаний, г.

Допускается массовую долю гранул основной фракции вычислять как сумму масс остатков на ситах номеров, находящихся между числителем и знаменателем в обозначении фракции (таблицы 4,5), полученных при определении гранулометрического состава по 8.2, исключая номер сита, находящийся в числителе.

Значение массовой доли основной фракции вычисляют в процентах.

За результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений массовой доли основной фракции.

Результат определений в процентах округляют до первой значащей цифры после запятой.

8.4 Определение сферичности и округлости

Сферичность и округлость гранул пропантов определяют одним из следующих методов:

- а) с использованием микроскопа (Метод А);
- б) с использованием цифровой фотокамеры (Метод Б).

Метод Б является альтернативным.

8.4.1 Метод А

8.4.1.1 Сущность метода

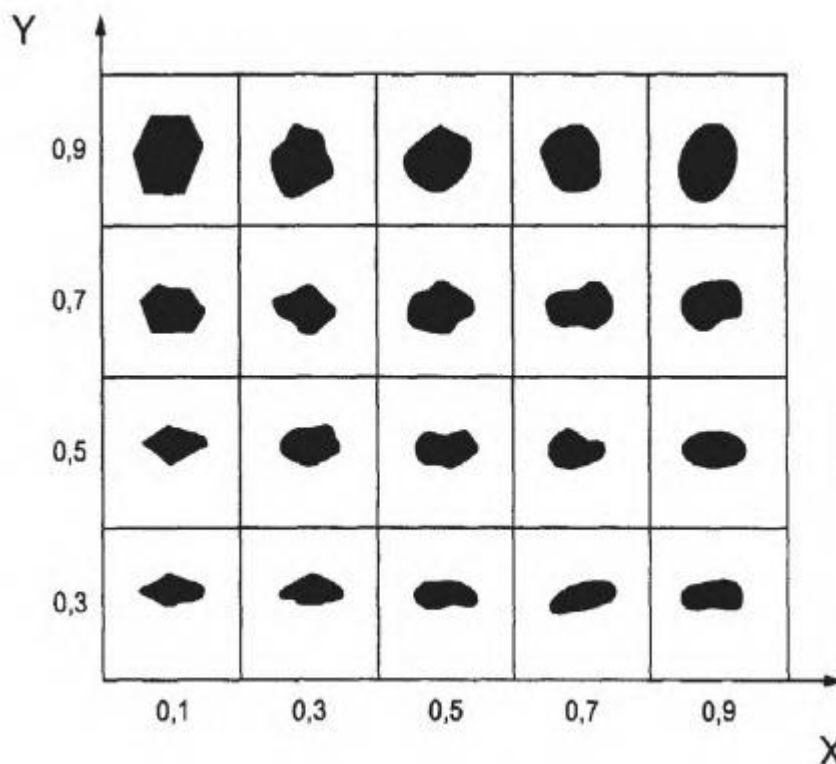
Метод основан на визуальной оценке формы гранул пропантов, увеличенных с помощью микроскопа, путем сравнения с диаграммой Крумбьена - Шлосса.

8.4.1.2 Аппаратура

Оптический или световой микроскоп с кратностью увеличения не менее 10.

Диаграмма Крумбьена - Шлосса (рисунок 1).

Весы по ГОСТ Р 53228, класс точности (II).



X – округлость, Y – сферичность

Рисунок 1 – Диаграмма Крумбьена-Шлосса для визуальной оценки сферичности и округлости

8.4.1.3 Проведение испытаний

Пропанты из лабораторной пробы насыпают в один слой на лист белой бумаги (или темной – для светлого пропанта) или другого материала белого цвета, который помещают на предметный столик микроскопа. Произвольно выбирают от 20 до 25 гранул, находящихся в поле зрения.

При соответствующем увеличении микроскопа определяют сферичность, а затем округлость каждой из выбранных гранул путем сравнения с диаграммой (рисунок 1).

Вычисляют среднеарифметическое значение сферичности и округлости оцененного набора гранул.

За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов проверенного набора гранул и округляют до первой значащей цифры после запятой.

Пределы погрешности определения округлости и сферичности в диапазоне измерений от 0,3 до 0,9 условных единиц с доверительной вероятностью 0,95 составляют $\pm 0,1$ (для алюмосиликатных и магнезиально-кварцевых пропантов).

8.4.2 Метод Б

8.4.2.1 Сущность метода

Метод основан на визуальной оценке формы гранул пропантов с помощью цифровой фотокамеры и персонального компьютера.

8.4.2.2 Аппаратура

Цифровая фотокамера и персональный компьютер или другое оборудование, позволяющее получить необходимую кратность увеличения. Для получения микрофотоснимков можно также использовать сканирующий электронный микроскоп, микроскоп отраженного света, оснащенный камерой, неподвижную камеру с фокусирующими мехами и широкоугольным объективом. Выбор оборудования осуществляется на усмотрение заказчика.

8.4.2.3 Проведение испытаний

Часть лабораторной пробы насыпают в один слой на лист бумаги или другого материала белого цвета и осуществляют съемку гранул пропантов фотокамерой в соответствии с руководством по ее эксплуатации.

С помощью компьютера обрабатывают фотографии, обрезая их таким образом, чтобы в поле зрения находилось 20 - 25 гранул пропантов, и увеличивают изображение выделенных гранул с кратностью, зависящей от фракции пропантов (таблица 6).

Таблица 6 – Кратность увеличения по фракциям

Фракция	Кратность увеличения
10/14	15
12/18	15
12/20	15
16/20	30
16/30	30
20/40	30
30/50	30
40/70	40

Печатают фотографии, на которых проставляют номера гранул. Используя диаграмму (рисунок 1) и фотографию, визуально определяют сферичность и округлость каждой гранулы.

Вычисляют среднеарифметическое значение сферичности и округлости оцененного набора гранул.

За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов проверенного набора гранул и округляют до первой значащей цифры после запятой. Пределы погрешности определения округлости и сферичности в диапазоне измерений от 0,3 до 0,9 условных единиц с доверительной вероятностью 0,95 составляют $\pm 0,1$.

8.5 Определение растворимости в смеси кислот

8.5.1 Сущность метода

Метод основан на гравиметрическом определении изменения массы навески пропантов после обработки рабочими растворами кислот: смеси концентрированной соляной кислоты и фтористого кислого аммония.

8.5.2 Средства измерений, аппаратура, материалы и вспомогательные устройства

Весы по ГОСТ Р 53228, класс точности II.

Водяная баня, обеспечивающая нагрев и поддержание температуры 66 °С с предельно допусаемым отклонением ± 3 °С.

Сушильный шкаф, обеспечивающий нагрев и поддержание температуры 105 °С с предельно допусаемым отклонением ± 3 °С.

Стакан цилиндрической формы из полипропилена диаметром (48 – 55) мм и высотой (80 – 90) мм с крышкой.

Мерный цилиндр вместимостью от 100 до 200 см³ по ГОСТ 1770.

Мерная колба вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770 исполнение 1.

Аналитический кислотостойкий фильтровальный аппарат (например, из фарфора, полиэтилена или полипропилена высокой плотности), использующий вакуум-фильтрацию с воронкой Гуча или воронкой Бюхнера.

Эксикатор по ГОСТ 25336 со стандартным осушителем (безводным хлоридом кальция).

Соляная кислота по ГОСТ 3118 квалификации не ниже ч.д.а.

Фтористый кислый аммоний по ГОСТ 9546 или другому нормативному документу квалификации не ниже ч.д.а.

Дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144.

Беззольный фильтр сорта «белая лента» по техническому документу.

Таймер или секундомер с емкостью шкалы от 0 до 60 мин с пределами допусаемой погрешности ± 5 с.

8.5.3 Приготовление рабочего раствора смеси кислот

Рабочий раствор смеси соляной кислоты и фтористого кислого аммония HCl:NH₄HF₂ с массовым отношением 4:1.

В мерную емкость наливают 500 см³ дистиллированной воды, добавляют 46,23 г фтористого кислого аммония (NH₄HF₂). Массу NH₄HF₂ с чистотой менее 100% рассчитывают делением 46,23 г на чистоту NH₄HF₂, выраженную в массовых долях. Добавляют 361 см³ соляной кислоты (с массовой концентрацией 37%). При другой концентрации соляной кислоты указанный объем корректируют. Доводят объем раствора до 1000 см³ дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

8.5.4 Проведение испытаний

Испытаниям подвергают пропанты, не прошедшие дополнительную механическую обработку, например, просеивание на сите, испытания на сопротивление раздавливанию, измельчение.

Пробу для испытания массой 5 г, предварительно высушенную при 105 °С до постоянной массы и охлажденную в эксикаторе, взвешивают с погрешностью, не превышающей ±0,001 г. Помещают ее в стакан цилиндрической формы, приливают 100 см³ рабочего раствора кислот, приготовленного по 8.5.3.1, и закрывают крышкой. Рабочий раствор и проба должны иметь комнатную температуру.

Устанавливают стакан на водяную баню при 66 °С и выдерживают, не перемешивая, в течение 30 мин. Уровень жидкости в водяной бане должен быть не ниже уровня жидкости в стакане.

Фильтр «белая лента» высушивают в сушильном шкафу при 105 °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и определяют массу высушенного фильтра. Переносят содержимое стакана в фильтровальный аппарат, убедившись, что все частицы из стакана перенесены на фильтр. Фильтруют через предварительно взвешенный фильтр, установленный в предварительно взвешенную фильтровальную воронку. Вакуум-фильтрование выполняют в течение 1 мин.

Промывают пробу в фильтровальном аппарате тремя порциями по 20 см³ дистиллированной воды.

Фильтр с оставшейся на нем пробой высушивают при температуре 105 °С до постоянной массы и взвешивают. Перед взвешиванием фильтр «белая лента» с пробой охлаждают в эксикаторе.

Растворимость в смеси кислот S , %, вычисляют по формуле:

$$S = \frac{m_S + m_F - m_{FS}}{m_S} \cdot 100, \quad (8)$$

где m_S – масса пробы для анализа до обработки рабочим раствором, г;

m_F – масса фильтра, г;

m_{FS} – масса фильтра с пробой после обработки рабочим раствором, отмывания и высушивания, г;

За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений и округляют до первой значащей цифры после запятой.

8.6 Определение растворимости в 15% соляной кислоте

8.6.1 Сущность метода

Метод основан на гравиметрическом определении изменения массы навески пропантов после обработки раствором соляной кислоты HCl (концентрация 15 %).

8.6.2 Средства измерений, аппаратура, материалы и вспомогательные устройства

Весы по ГОСТ Р 53228, класс точности II.

Водяная баня, обеспечивающая нагрев и поддержание температуры 66 °С с предельно допусаемым отклонением ± 3 °С.

Сушильный шкаф, обеспечивающий нагрев и поддержание температуры 105 °С с предельно допусаемым отклонением ± 3 °С.

Стакан цилиндрической формы из полипропилена диаметром (48 – 55) мм и высотой (80 – 90) мм с крышкой.

Мерный цилиндр вместимостью от 100 до 200 см³ по ГОСТ 1770.

Мерная колба вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770 исполнение 1.

Аналитический кислотостойкий фильтровальный аппарат (например, из фарфора, полиэтилена или полипропилена высокой плотности), использующий вакуум-фильтрацию с воронкой Гуча или воронкой Бюхнера.

Эксикатор по ГОСТ 25336 со стандартным осушителем (безводным хлоридом кальция).

Соляная кислота по ГОСТ 3118 квалификации не ниже ч.д.а.

Дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144.

Беззольный фильтр сорта «белая лента» по техническому документу.

Таймер или секундомер с емкостью шкалы от 0 до 60 мин с пределами допусаемой погрешности ± 5 с.

8.6.3 Приготовление рабочего раствора 15% соляной кислоты. К 500 см³ дистиллированной воды, налитой в мерную колбу вместимостью 1000 см³, добавляют 366 см³ соляной кислоты (с массовой концентрацией 37%). При применении раствора соляной кислоты другой концентрации его объем корректируют.

Смесь перемешивают, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

8.6.4 Проведение испытаний

Испытаниям подвергают пропанты, не прошедшие дополнительную механическую обработку, например, просеивание на сите, испытания на сопротивление раздавливанию, измельчение.

Пробу для испытаний массой около 5 г, предварительно высушенную при 105 °С до постоянной массы и охлажденную в эксикаторе, взвешивают с погрешностью, не превышающей $\pm 0,001$ г. Помещают ее в стакан цилиндрической формы, приливают 100 см³ рабочего раствора соляной кислоты, и закрывают прозрачной крышкой. Рабочий раствор и проба должны иметь комнатную температуру.

Устанавливают стакан на водяную баню при 66 °С и выдерживают, не перемешивая, в течение 30 мин. Уровень жидкости в водяной бане должен быть не ниже уровня жидкости в стакане. Фильтр «белая лента» высушивают в сушильном шкафу при 105 °С до постоянной массы, охлаждают в эксикаторе и определяют массу фильтра.

Переносят содержимое стакана в фильтровальный аппарат, убедившись, что все частицы из стакана перенесены на фильтр. Фильтруют через предварительно взвешенный фильтр, установленный в предварительно взвешенную фильтровальную воронку. Вакуум-фильтрование выполняют в течение 1 мин.

Промывают пробу в фильтровальном аппарате тремя порциями по 20 см³ дистиллированной воды. Фильтр с оставшейся на нем пробой высушивают при 105 °С до постоянной массы и взвешивают.

Перед взвешиванием фильтр с пробой охлаждают в эксикаторе.

Растворимость в соляной кислоте S_{HCL} , %, вычисляют по формуле:

$$S_{HCL} = \frac{m_S + m_F - m_{FS}}{m_S} \cdot 100, \quad (9)$$

где m_S – масса пробы для анализа до обработки рабочим раствором, г;

m_F – масса фильтра, г;

m_{FS} – масса фильтра с пробой после обработки рабочим раствором, отмывания и высушивания, г;

За результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений и округляют до первой значащей цифры после запятой.

8.7 Определение мутности

8.7.1 Сущность метода

Метод основан на определении интенсивности рассеяния света в пробе пропантов нефелометрическим методом в единицах NTU.

8.7.2 Средства измерений, аппаратура и вспомогательные устройства

Весы по ГОСТ Р 53228, класс точности высокий (II).

Мутномер или турбидиметр, обеспечивающий измерения мутности с погрешностью, не более $\pm 6\%$. Допускается использовать фотоэлектрический лабораторный колориметр КФК-3 или аналогичный.

Встряхиватель для колб, обеспечивающий вращение виброэксцентрика со скоростью от 0 до 3000 об/мин, и диаметром вращения (амплитудой) 4,5 мм.

Мерные колбы вместимостью 100, 200, 1000 см³.

Пипетки вместимостью 1, 5, 20, 25 см³.

Коническая колба из полипропилена вместимостью 250 см³ с винтовой полипропиленовой крышкой.

Коническая колба вместимостью 500 см³.

Стекланный мерный цилиндр вместимостью 100 см³.

Сернокислый гидразин по ГОСТ 5841, квалификации не ниже ч.д.а..

Технический уротропин (гексаметилентетрамин) по ГОСТ 1381, квалификации не ниже ч.д.а.

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709 или ГОСТ Р 58144.

Таймер с пределами допускаемой погрешности ± 5 с.

8.7.3 Приготовление стандартных растворов формазина для градуировки турбидиметра.

8.7.3.1 Приготовление исходного раствора формазина с мутностью 4000 NTU.

Навеску сернокислого гидразина массой 5,000 г растворяют в 400 см³ дистиллированной воды, навеску гексаметилентетрамина массой 50,000 г растворяют в 400 см³ дистиллированной воды. Количественно переносят оба приготовленных раствора в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

Полученный раствор тщательно перемешивают и дают отстояться в течение 24 ч при комнатной температуре.

Срок хранения исходного раствора формазина с мутностью 4000 NTU не более одного года.

8.7.3.2 Приготовление стандартных растворов формазина с мутностью 20, 100, 200 и 500 NTU

Для градуировки мутномера используют растворы формазина. Порядок приготовления растворов заключается в отборе в чистую мерную колбу головного раствора формазина с мутностью 4000 NTU, доведения колбы до метки дистиллированной водой и тщательным перемешиванием содержимого колбы (таблица 7). Растворы готовят в день выполнения испытаний.

Таблица 7– Процедура приготовления растворов с известными значениями мутности

Значение мутности в растворе, NTU	Объём головного раствора формазина, см ³	Объём мерной колбы, см ³
500	25,00	200,00
200	5,00	100,00
100	5,00	200,00
20	1,00	200,00

8.7.4 Проведение испытаний

Выбирают кюветы для выполнения испытаний и их положение в держателе кюветного отделения в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора, и градуируют мутномер.

Для испытаний берут объём V , см³, сухой пробы в зависимости от кюветы мутномера. Допускается отбирать пробу для испытаний на весах, предварительно рассчитав ее массу умножением рекомендованного объема V на значение насыпной плотности испытуемых пропантов по 8.8, с погрешностью взвешивания, не более $\pm 0,1$ г.

Пробу для испытаний помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³ и добавляют 100 см³ дистиллированной воды. Колбу закрывают крышкой и выдерживают в течение 30 мин.

Устанавливают частоту на встряхивателе на значение 10, встряхивают колбу в течение 30 с. Снимают колбу и выдерживают в течение 5 мин.

С помощью пипетки отбирают от 15 до 25 см³ воды со взвесью из середины объема воды над пропантами, не допуская попадания частиц пропантов в пипетку.

Помещают отобранную аликвоту водной суспензии в кювету мутномера для измерений мутности. Результаты измерений и записывают в единицах NTU.

Если для измерения мутности используется средство измерения с другими единицами измерения мутности, то пересчет производят по формуле:

$$1 \text{ FTU} = 1 \text{ ЕМФ} = 1 \text{ ЕМ/литр} = 1 \text{ FTU} = 1 \text{ FNU} = 1 \text{ NTU} = 0.053 \text{ JТУ}, \quad (4)$$

где FTU – (formazine turbidity unit);

ЕМФ – единица мутности по формазину;

ЕМ/дм³ – единица мутности на дм³ при использовании основной стандартной суспензии формазина;

FNU (formazine Nephelometric Unit);

NTU (Nephelometric Turbidity Unit);

JТУ (Jackson Turbidity Unit).

8.8 Определение насыпной плотности пропанта

Насыпную плотность определяют одним из следующих методов путем взвешивания пропантов в калиброванном металлическом цилиндре с использованием специального устройства.

Средства измерений, аппаратура и вспомогательные устройства.

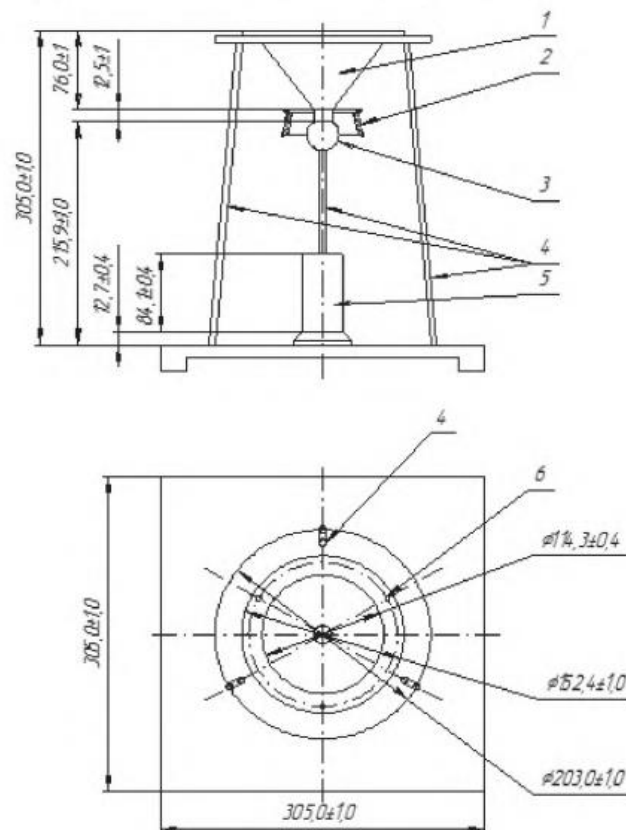
Весы по ГОСТ Р 53228, класс точности II.

Калиброванный металлический мерный цилиндр.

Стеклянная (выравнивающая) пластина, полностью перекрывающая отверстие цилиндра.

Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Устройство для определения насыпной плотности (рисунок 2).



1 – воронка; 2 – пружина; 3 – стопорный резиновый шарик; 4 – опора; 5 – калиброванный цилиндр; 6 – отверстия для винтов

Рисунок 2 – Устройство для измерений насыпной плотности

Устройство состоит из:

- штатива для воронки, с квадратным металлическим основанием размерами $[(305,0 \pm 1,0) \times (305,0 \pm 1,0)]$ мм и треноги высотой $(305,0 \pm 1,0)$ мм;
- калиброванного металлического мерного цилиндра из немагнитного металла или сплава вместимостью около 100 см^3 и внутренним диаметром $(38,9 \pm 0,1)$ мм;
- воронки из нержавеющей стали с гладкими внутренними швами и отсекающим клапаном на выходе. Основные размеры воронки приведены в таблице 8.

Таблица 8 – Основные размеры воронки

Верхний внутренний диаметр	Нижний внутренний диаметр	Высота конической части	Высота цилиндрической части
114,3 ± 0,4	12,7 ± 0,4	76,2 ± 0,4	12,5 ± 0,4

Верхняя часть опоры состоит из горизонтального кольца диаметром (203,0 ± 1,0) мм, представляющего собой опору для сменной воронки, которую юстируют и крепят с помощью винтов.

Для гарантированного расположения цилиндра по центру выпускного отверстия воронки на основании устройства проставляют метки.

Клапан состоит из резинового стопорного шарика диаметром (30,5 ± 0,1) мм, прикрепленного к воронке двумя винтовыми пружинами с усилием, обеспечивающим его плотное прилегание.

Допускается для измерений насыпной плотности применять устройства других размеров, не влияющих на точность измерений.

8.8.2.2 Определение вместимости цилиндра

Взвешивают пустой сухой цилиндр со стеклянной пластиной и записывают массу в граммах, с двумя значащими цифрами после запятой. Наполняют цилиндр дистиллированной водой и проводят пластиной по верхней кромке цилиндра, удаляя воду точно по плоскости кромки. При плотно прижатой пластине удаляют, например, с помощью фильтровальной бумаги избыток воды и определяют общую массу цилиндра с водой и пластиной и записывают в граммах, с двумя значащими цифрами после запятой.

Вместимость цилиндра V , см³, вычисляют по формуле:

$$V = \frac{m_{o.в} - m_{o.с}}{\rho_{в}} \cdot 100, \quad (11)$$

где $m_{o.в}$ – общая масса цилиндра с водой и стеклянной пластиной, г;

$m_{o.с}$ – общая масса пустого сухого цилиндра и стеклянной пластины, г;

$\rho_{в}$ – плотность воды, соответствующая ее температуре во время определения вместимости цилиндра, г/см³.

8.8.2.3 Проведение испытаний

Испытания проводят на двух параллельных пробах.

Испытания проводят при температуре 19 °С - 28 °С. В воронку, выходное отверстие которой закрыто резиновым стопорным шариком, насыпают 150 см³ пробы для испытаний.

Под центром выходного отверстия воронки помещают калиброванный цилиндр. Перемещая резиновый шарик влево или вправо, выпускают весь объем пропантов в цилиндр. Излишек пропантов в калиброванном цилиндре аккуратно снимают стеклянной пластиной по кромке цилиндра без встряхивания и трамбования.

Взвешивают калиброванный цилиндр с пробой и стеклянной пластиной и записывают массу в граммах, с двумя значащими цифрами после запятой.

Насыпную плотность $\rho_{\text{нсп}}$, г/см³, вычисляют по формуле:

$$\rho_{\text{нсп}} = \frac{m_{\text{о.п}} - m_{\text{о.с}}}{V} \cdot 100, \quad (12)$$

где $m_{\text{о.п}}$ – общая масса цилиндра с пробой и пластиной, г;

$m_{\text{о.с}}$ – общая масса сухого цилиндра и пластины, г;

V – объем цилиндра, см³.

За результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных испытаний.

Результат определений округляют до двух значащих цифр после запятой.

8.9. Определение кажущейся плотности пропанта

Метод основан на пикнометрическом определении плотности пропантов путем установления объема пробы пропантов для испытаний с учетом имеющихся в них открытых пор.

8.9.1 Средства измерений, аппаратура, материалы и вспомогательные устройства

Весы по ГОСТ Р 53228. класс точности высокий (II).

Ртутный термометр с диапазоном измерений от 0 °С до 50 °С и ценой деления шкалы не более 0.1 °С.

Жидкостной пикнометр вместимостью 25 или 50 мл по ГОСТ 22524.

Сушильный шкаф, обеспечивающий нагрев и поддержание температуры 105 °С с предельно допускаемыми отклонениями ± 3 °С.

Вакуумная установка, состоящая из вакуумного насоса, вакуумного эксикатора, манометра и многоходового крана и позволяющая создавать и поддерживать остаточное давление (8 ± 2) кПа $((60 \pm 15)$ мм рт. ст.).

Емкость для взвешивания.

Пипетка градуированная по ГОСТ 29169 вместимостью 50 см³.

Воронка с ножкой для установки внутри пикнометра.

Эксикатор по ГОСТ 25336 со стандартным осушителем (безводным хлоридом кальция).

Дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144 (предпочтительно).

Уайт-спирит по ГОСТ 3134.

Керосин авиационный ТС-1 по ГОСТ 10227.

Емкость для вакуумированной дистиллированной воды.

8.9.2 Приготовление вакуумированной дистиллированной воды

В эксикатор вакуумной установки помещают емкость с дистиллированной водой, создают в нем остаточное давление (8 ± 2) кПа $[(60 \pm 15)$ мм рт.ст.] и выдерживают емкость при данном давлении в течение 45 мин. Затем давление доводят до атмосферного, извлекают емкость и плотно закрывают крышкой.

8.9.3 Проведение испытаний

8.9.3.1 Определение кажущейся плотности пропантов с использованием вакуумированной воды.

Осторожно заполняют пикнометр до метки вакуумированной дистиллированной водой. Проверяют, чтобы в жидкости отсутствовали пузырьки воздуха. Удаляют излишки жидкости с внешней поверхности пикнометра.

Взвешивают пикнометр, заполненный вакуумированной дистиллированной водой, с погрешностью не более 0,01 г.

Определяют массу емкости для взвешивания, добавляют приблизительно 10 г пробы для испытаний, предварительно просушенной при 105 °С до постоянной массы и охлажденной в эксикаторе. Взвешивают емкость с пробой с погрешностью не более 0,01 г. Рассчитывают массу пропантов. Выливают примерно половину объема воды из пикнометра и помещают взвешенную пробу из емкости для взвешивания в пикнометр. Для перенесения пропантов из емкости в пикнометр используют воронку.

Осторожно пипеткой добавляют вакуумированную дистиллированную воду комнатной температуры в пикнометр до метки и удаляют ее остатки с поверхности пикнометра. Взвешивают пикнометр с пропантами и вакуумированной дистиллированной водой с погрешностью не более 0,01 г.

Кажущуюся плотность, г/см^3 , вычисляют по формуле:

$$\rho_{\text{каж}} = \frac{m_2 \rho_{\text{в.в}}}{m_1 + m_2 - m_3}, \quad (13)$$

где m_2 – расчетная масса пропантов, г;

$\rho_{\text{в.в}}$ – плотность вакуумированной дистиллированной воды при комнатной температуре по ГОСТ 2211, г/см^3 ;

m_1 – масса пикнометра с вакуумированной дистиллированной водой, г;

m_3 – масса пикнометра с вакуумированной дистиллированной водой и пробой для испытаний, г.

Результат определений округляют до двух значащих цифр после запятой.

8.9.3.2 Определение кажущейся плотности пропантов с использованием органических жидкостей

Для определения кажущейся плотности пропантов используют органические жидкости, характеризующиеся вязкостью менее 5 МПа·с при температуре проведения испытаний и температурой начала кипения не ниже 150 °С (например, уайт-спирит, керосин авиационный ТС-1).

Для определения плотности органической жидкости в условиях проведения испытаний взвешивают пустой сухой пикнометр. Заполняют пикнометр жидкостью до наливной линии, удаляют излишки жидкости с внешней поверхности, взвешивают пикнометр с жидкостью. Плотность органической жидкости $\rho_{\text{орг.жид}}$, г/см³, рассчитывают по:

$$\rho_{\text{орг.жид}} = \frac{m_5 - m_4}{V_{\text{п}}}, \quad (14)$$

где m_5 – масса пикнометра и органической жидкости при комнатной температуре испытания, г;

m_4 – масса сухого пикнометра, г;

$V_{\text{п}}$ – объем пикнометра, см³.

Определение проводят в соответствии с 8.9.3.1, заменяя вакуумированную дистиллированную воду на используемую органическую жидкость. Рассчитывают кажущуюся плотность пропанта $\rho_{\text{каж}}$, г/см³

$$\rho_{\text{каж}} = \frac{m_2 \rho_{\text{орг.жид}}}{m_5 + m_2 - m_6}, \quad (15)$$

где m_6 – масса пикнометра с пробой пропанта, заполненного органической жидкостью при комнатной температуре, г.

Результат определений округляют до двух значащих цифр после запятой.

8.10 Определение абсолютной (истинной) плотности

8.10.1 Сущность метода

Метод основан на определении плотности пропантов путем установления объема пробы пропантов с учетом имеющихся в них открытых и закрытых пор с помощью гелиевого пикнометра. Измерения давления газа при заполнении им камеры пикнометра с пробой для испытаний и затем при перекачивании его во вторую пустую камеру пикнометра позволяют рассчитать объем твердой фазы пробы.

8.10.2 Средства измерений, аппаратура, материалы и вспомогательные устройства

Газовый пикнометр, позволяющий выполнять измерения с относительной погрешностью не более ± 0.3 %.

Весы по ГОСТ Р 53228. класс точности высокий (II).

Сушильный шкаф, обеспечивающий нагрев и поддержание температуры 105 °С с предельно допускаемыми отклонениями ± 3 °С.

Газообразный сжатый очищенный гелий.

Эксикатор по ГОСТ 25336 со стандартным осушителем (безводным хлоридом калия).

8.10.3 Проведение испытаний

Выполняют калибровку газового пикнометра в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Пропанты в количестве, равном $2/3$ объема ячейки для пробы пикнометра, высушивают при 105 °С до постоянной массы и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры. Определяют массу пробы для испытаний с погрешностью не более ± 0.01 г.

Устанавливают ячейку с пропантами в камеру для пробы пикнометра. Продувают камеру газом при давлении не более 13.8 кПа в течение времени, установленного стандартной программой измерений пикнометра.

Проводят определение абсолютной (истинной) плотности пробы пропантов, выполняя 10 продувок пробы газом и пять промежуточных измерений плотности.

За результат принимают среднее значение пяти промежуточных измерений.

8.11 Определение сопротивления раздавливанию

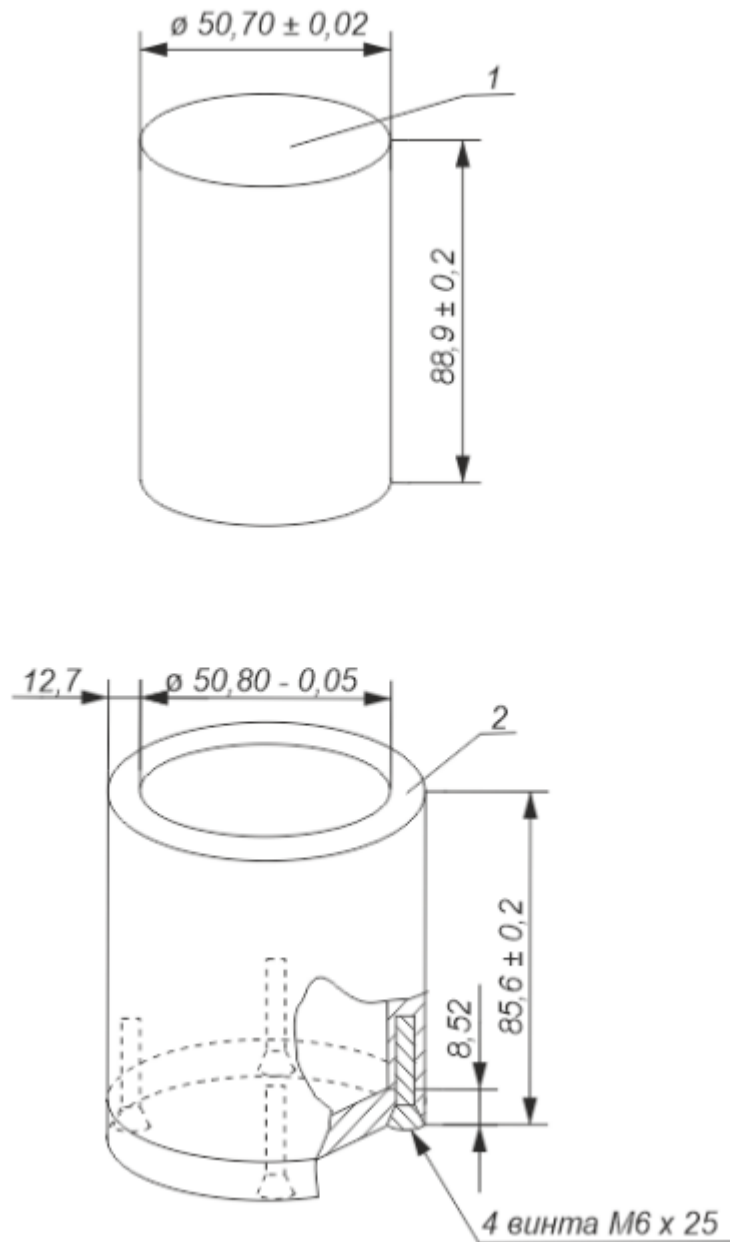
8.11.1 Сущность метода

Метод основан на определении массовой доли гранул, разрушенных под действием заданной сжимающей нагрузки.

8.11.2 Средства измерений, аппаратура и вспомогательные устройства

Гидравлическая машина для испытаний на сжатие, обеспечивающая плавное и постепенное увеличение усилия и оборудованная системой измерений приложенного усилия с предельно допускаемыми отклонениями ± 2 %.

Ячейку для раздавливания гранул (рисунок 3) рекомендуется изготавливать из стали с твердостью по шкале Роквелла С не менее 43. Ячейку периодически проверяют на износ по внутреннему диаметру и в случае превышения его значения более чем на 3,25 % ячейку заменяют.



1 – пуансон; 2 – форма

Примечание – Диаметр пуансона d должен быть меньше фактического внутреннего диаметра формы $d_{\text{вн}}$ на $(0,12 \pm 0,01)$ мм.

Рисунок 3 – Ячейка для раздавливания гранул

Лабораторные сита, поддон и крышка. Номера сит определяют фракцией испытуемых пропантов.

Щетка из полимерных материалов для чистки сит.

Весы по ГОСТ Р 53228, класс точности II.

Лабораторный вибростенд по 8.2.2.

Таймер или секундомер с емкостью шкалы от 0 до 60 мин с пределами допускаемой погрешности ± 5 с.

Металлическая емкость для взвешивания по 8.2.2.

8.11.3 Подготовка пробы

Пробу для испытаний массой от 100 до 120 г просеивают на лабораторном вибростенде в течение 10 мин через набор сит, номера которых соответствуют фракциям испытуемых пропантов по 8.2.2. Пропанты, оставшиеся на верхнем сите и прошедшие через нижнее сито, удаляют, а остальные используют для испытаний.

8.11.4 Проведение испытаний

Испытания проводят на двух параллельных навесках.

Массу пробы для испытаний m , г, вычисляют по формуле:

$$m = 1,22\rho_{\text{нсп}} \frac{\pi d_{\text{вн}}^2}{4}, \quad (16)$$

где 1,22 – постоянная ячейки для раздавливания, учитывающая объем пропантов, приходящийся на 1 см² площади дна ячейки, см³/см²;

$\rho_{\text{нсп}}$ – насыпная плотность по формуле (7) или (9), г/см³, рассчитанная до второй значащей цифры после запятой;

$d_{\text{вн}}$ – внутренний диаметр ячейки для раздавливания, см.

Взвешивают рассчитанное количество просеянных пропантов и записывают массу в граммах, с двумя значащими цифрами после запятой. Засыпают через воронку в ячейку для раздавливания, перемещая струю пропантов так, чтобы их поверхность в ячейке была ровной. Поверхность пропантов выравнивают поворотом пуансона на 180° без приложения усилия.

Затем без встряхивания помещают ячейку в машину для испытаний на сжатие.

Таблица 9 – Уровень нагрузки при раздавливании

Пропант	Уровень нагрузки при раздавливании, МПа	
	Минимум	Максимум
Керамические пропанты	34,5	103,4
Песчаный пропант	13,8	51,7

Для более четкого определения поведения пропанта при раздавливании могут применяться другие уровни нагрузки по специальному согласованию с заказчиком. Усилие F , Н, необходимое для обеспечения заданного давления, вычисляют по формуле:

$$F = p \frac{\pi d_{\text{вн}}^2}{4}, \quad (17)$$

где p – давление, МПа;

$d_{\text{вн}}$ – внутренний диаметр ячейки для раздавливания, см.

Равномерно в течение 1 мин увеличивают давление до достижения рассчитанного усилия и поддерживают его в течение 2 мин.

Снижают усилие до нуля, снимают ячейку для раздавливания гранул с машины для испытаний и переносят ее содержимое на тот же набор сит, который был использован при подготовке пробы по 8.9.3. После отсева на лабораторном вибростенде в течение 10 мин взвешивают разрушенные гранулы из поддона и записывают массу в граммах, с двумя значащими цифрами после запятой.

Массовую долю разрушенных гранул (сопротивление раздавливанию) f , %, вычисляют по формуле:

$$f = \frac{m_{\text{раз}}}{m} \cdot 100, \quad (18)$$

где $m_{\text{раз}}$ – масса разрушенных гранул, г.

За результат определений принимают среднеарифметическое значение двух параллельных определений.

Результат определений округляют до первой значащей цифры после запятой.

8.12 Определение относительного изменения массы при прокаливании

8.12.1 Сущность метода

Метод основан на определении количества сгораемого материала в пробе керамического пропанта с полимерным покрытием или фракционированного кварцевого песка с полимерным покрытием при прокаливании в муфельной печи.

8.12.2 Средства измерений, аппаратура и вспомогательные устройства

Весы по ГОСТ Р 53228, класс точности II.

Сушильный шкаф, обеспечивающий нагрев и поддержание температуры 110 °С с предельно допусаемым отклонением ± 5 °С.

Обычная или микроволновая муфельная печь, обеспечивающая нагрев (1000 \pm 50) °С и поддержание установленной температуры с предельно допусаемым отклонением ± 20 °С.

Керамический или кварцевый тигель.

Тигельные щипцы.

Прочные и изолирующие хлопчатобумажные перчатки, и экран для защиты лица.

Эксикатор по ГОСТ 25336 со стандартным осушителем (безводным хлоридом кальция).

8.12.3 Проведение испытаний

Тигель предварительно прокаливают до постоянной массы в печи, нагретой до температуры (1000 ± 50) °С. Затем охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры, взвешивают и записывают массу в граммах, стремя значащими цифрами после запятой.

Отбирают в тигель пробу для испытаний массой от 1 до 2 г, предварительно высушенную в сушильном шкафу при температуре 110 °С до постоянной массы и охлажденную в эксикаторе.

Взвешивают тигель с пробой и записывают массу в граммах, с тремя значащими цифрами после запятой.

Помещают тигель с пробой в муфельную печь, нагревают ее до температуры (1000 ± 50) °С.

Прокаливают пробу при этой температуре до постоянной массы. Рекомендуемое время прокаливания:

не менее 2 ч - в обычной печи;

15 мин - в микроволновой муфельной печи.

Повторно взвешивают тигель с пробой и записывают массу в граммах, с тремя значащими цифрами после запятой.

Относительное изменение массы при прокаливании $\Delta m_{\text{прк}}$, %, вычисляют по формуле:

$$\Delta m_{\text{прк}} = \frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)} \cdot 100, \quad (19)$$

где m_2 – масса тигля с пробой до прокаливания, г;

m_3 – масса тигля с пробой после прокаливания, г;

m_1 – масса тигля, г.

За результат определений принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Результат определений округляют до первой значащей цифры после запятой.

8.13 Определение эффективной удельной активности естественных радионуклидов

Определение эффективной удельной активности естественных радионуклидов по ГОСТ 30108.

8.14 Определение массовой доли хлорорганических соединений

Определение массовой доли хлорорганических соединений выполнять по требованию заказчика в соответствии с методиками, предоставляемыми заказчиком.

9 Контроль качества результатов измерений (для алюмо-силикатных, магнезиально-кварцевых пропоантов, полимерно-покрытых песков, РСР)

9.1 Проверка приемлемости и вычисление результатов измерений

Выполняют два параллельных определения в условиях повторяемости.

За результаты параллельных определений принимают результаты двух определений, выполненных в условиях повторяемости в короткий промежуток времени на пробах, отобранных от одной партии материала.

Результаты признают приемлемыми (формула 14), если абсолютное расхождение между результатами двух определений (X_1, X_2) не превышает значения предела повторяемости r по таблице 10.

$$|X_1 - X_2| \leq r \quad (29)$$

В этом случае за результат определений принимают среднеарифметическое значение параллельных определений.

Если условие формулы (14) не выполнено, получают еще два результата в условиях повторяемости. Результаты признают приемлемыми (формула 15), если абсолютное расхождение между результатами четырех определений не превышает критического диапазона $CR_{0,95}(4)$ по таблице 10.

$$(X_{max} - X_{min})_{(4)} \leq CR_{0,95}(4) \quad (30)$$

В этом случае за результат определений принимают среднеарифметическое результатов четырех определений.

Если условие формулы (15) не выполнено, то в качестве результата может быть принята медиана результатов четырех определений, при этом результаты четырех определений упорядочивают в ряд по возрастанию и вычисляют медиану по формуле:

$$\bar{X} = \frac{X_2 + X_3}{2}, \quad (31)$$

где X_2 и X_3 – второй и третий по значению наименьший результат определений.

В этом случае выясняют и устраняют причины повышенного разброса результатов определений.

9.2 Оперативный контроль точности выполнения измерений

Для контроля процедуры выполнения определений (контроля точности результатов измерений) проводят определения образца для контроля [7].

Результаты контроля точности признают удовлетворительными (формула 32), если значение отклонения результата определений образца для контроля \bar{X} от аттестованного (расчетного) значения C не более значения норматив контроля точности K_T , приведенного в таблице 10.

$$|\bar{X} - C| \leq K_T, \quad (32)$$

При невыполнении данного условия определения повторяют.

При повторном невыполнении условия формулы (32) определения прекращают до выявления и устранения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам.

В этом случае выясняют и устраняют причины повышенного разброса результатов.

9.3 Оформление результатов определений

Результаты определений оформляют протоколом или записью в журнале. Форму протокола и журнала устанавливает руководитель лаборатории (руководитель предприятия). Протокол или запись в журнале удостоверяет лицо, проводившее определения.

Совместно с результатом определений \bar{X} указывают доверительные границы его погрешности D в виде $\bar{X} \pm \Delta, P = 0,95$.

Примечания

- 1 Значение Δ соответствует расширенной неопределенности с коэффициентом охвата $k = 2$.
- 2 Допускается вместо указания доверительных границ погрешности результата определений приводить ссылку [9].
- 3 В случае, когда за окончательный результат определений принимают медиану, результат определений представляют без указания доверительных границ погрешности.

9.4 Статистический анализ качества результатов измерений

По результатам контроля внутрилабораторной прецизионности проводят статистический анализ за установленный контролируемый период в соответствии с 9.4.1.

При сопоставлении результатов определений, полученных в разных лабораториях, проводят их сравнение в соответствии с 9.4.2.

9.4.1 Контроль внутрилабораторной прецизионности результатов определений

Выполняют определение показателя качества в проанализированных ранее пробах, изменяя влияющие факторы (например, разное время, разные операторы).

Число повторных определений определяют в зависимости от общего числа измерений за установленный контролируемый период (квартал, полугодие).

Расхождение между двумя результатами определений \bar{X}_1 и \bar{X}_2 , полученными в различных условиях, не должно превышать нормативов контроля внутрилабораторной прецизионности R_n приведенных в таблице 10 (формула 33).

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \leq R_n, \quad (33)$$

9.4.2 Контроль приемлемости результатов определений, полученных в условиях воспроизводимости

Результаты определений, полученные в двух лабораториях (\bar{X}_1, \bar{X}_2), признают приемлемыми (формула 19), если их абсолютное расхождение не превышает значение предела воспроизводимости R из таблицы 10.

$$|\bar{X}_1 - \bar{X}_2| \leq R, \quad (34)$$

При нарушении условия формулы (19) устанавливают причины, вызвавшие недопустимое расхождение результатов определений.

9.5 Значения показателя и норматив контроля точности приведены в таблице 10.

Таблица 10 – Нормативы контроля точности

Диапазон измерений	Показатель точности, доверительные границы погрешности Δ ($P = 0,95$)	Предел повторяемость и r ($P = 0,95$)	Критический диапазон $CR_{0,95}(4)$ ($P = 0,95$)	Предел воспроизводимости R ($P = 0,95$)	Норматив контроля внутрилабораторной прецизионности R_n ($P = 0,95$)	Норматив контроля точности K_T ($P = 0,90$)
Гранулометрический состав, C , %						
От 0,1 до 2 включ.	0,41 C	0,42 C	0,54 C	0,58 C	0,50 C	0,30 C
Св. 2 « 5 «	0,9	0,9	1,2	1,3	1,1	0,7
« 5 « 10 «	1,1	1,1	1,5	1,6	1,3	0,8
« 10 « 20 «	1,7	1,7	2,2	2,4	2,0	1,2
« 20 « 50 «	3	3	4	5	4	2
« 50 « 100 «	5	5	7	7	6	4
Массовая доля гранул основной фракции, %						
От 80 до 100 включ.	1,4	1,2	1,5	1,9	1,5	0,9
Растворимость в смеси кислот, %						
От 1 до 2 включ.	0,3	0,3	0,4	0,5	0,4	0,2
Св. 2 « 5 «	0,5	0,5	0,6	0,7	0,6	0,3
« 5 « 10 «	0,7	0,7	0,9	0,9	0,8	0,5
Растворимость в соляной кислоте, %						
От 0,05 до 0,10 включ.	0,027	0,025	0,033	0,039	0,033	0,020
Св. 0,10 « 0,2 «	0,06	0,05	0,07	0,08	0,07	0,04
« 0,2 « 0,5 «	0,13	0,12	0,15	0,19	0,16	0,09
« 0,5 « 1,0 «	0,27	0,25	0,33	0,39	0,33	0,20

Диапазон измерений	Показатель точности, доверительные границы погрешности Δ ($P = 0,95$)	Предел повторности и r ($P = 0,95$)	Критический диапазон $CR_{0,95}(4)$ ($P = 0,95$)	Предел воспроизводимости R ($P = 0,95$)	Норматив контроля внутрилабораторной прецизионности R_n ($P = 0,95$)	Норматив контроля точности K_T ($P = 0,90$)
Мутность, ЕМФ						
От 10 до 20 включ.	3	3	4	5	4	2
Св. 20 « 50 «	7	5	6	9	8	5
« 50 « 100 «	13	8	11	18	15	9
« 100 « 200 «	22	13	17	30	26	15
« 200 « 500 «	43	24	31	61	50	30
Насыпная плотность, г/см³						
От 1,0 до 3,0 включ.	0,04	0,02	0,02	0,06	0,03	0,02
Кажущаяся плотность, г/см³						
От 1,0 до 2,0 включ.	0,07	0,07	0,09	0,10	0,08	0,05
св. 2,0 « 5,0 «	0,11	0,11	0,14	0,16	0,13	0,08
« 5,0 « 6,0 «	0,12	0,12	0,16	0,17	0,14	0,09
Абсолютная (истинная) плотность, г/см³						
От 1,0 до 2,0 включ.	0,007	0,007	0,009	0,009	0,008	0,005
св. 2,0 « 5,0 «	0,010	0,010	0,013	0,014	0,012	0,007
« 5,0 « 6,0 «	0,011	0,011	0,014	0,016	0,013	0,008
Сопротивление раздавливанию, C, %						
От 1 до 2 включ.	$0,14C+0,20$	$0,14C+$	$0,18C+0,2$	$0,20C+0,28$	$0,17C+0,23$	$0,098C+0,14$
Св. 2 « 5 «	1,1	0,19	5	1,6	1,0	0,6
«5 « 10 «	1,5	0,7	0,9	2,1	1,6	1,0
« 10 « 20 «	2,4	1,0	1,3	3,3	2,7	1,6

Диапазон измерений	Показатель точности, доверительные границы погрешности Δ ($P = 0,95$)	Предел повторяемости и r ($P = 0,95$)	Критический диапазон $CR_{0,95}(4)$ ($P = 0,95$)	Предел воспроизводимости R ($P = 0,95$)	Норматив контроля внутрилабораторной прецизионности R_n ($P = 0,95$)	Норматив контроля точности K_T ($P = 0,90$)
« 20 « 50 «	4	1,4 3	1,8 3	6	5	3
Относительное изменение массы при прокаливании, %						
От 1,0 до 2,0 включ.	0,11	0,09	0,12	0,16	0,13	0,08
Св. 2,0 до 5,0 включ.	0,14	0,1	0,13	0,20	0,17	0,10

10 Маркировка, упаковка, хранение и транспортирование

10.1 Маркировка, упаковка, хранение и транспортирование - по ГОСТ 24717 с дополнениями по 10.1.1 - 10.1.5.

10.1.1 Пропанты транспортируют железнодорожным или автомобильным транспортом.

10.1.2 Пропанты упаковывают в мягкие стропные специализированные контейнеры с внутренним полиэтиленовым вкладышем массой брутто не более 1500 кг с пределом допускаемой относительной погрешности взвешивания $\pm 2\%$.

Допускается упаковывать пропанты в контейнеры с вкладышами толщиной более 40 мкм по техническому документу.

По соглашению сторон допускаются другие виды упаковки.

10.1.3 Обозначение фракции пропантов наносят с двух сторон на боковые поверхности каждого контейнера одним из следующих способов: несмываемой краской, наклеиванием ярлыка или другим способом, обеспечивающим сохранность маркировки при транспортировании и хранении.

По соглашению сторон допускаются другие виды маркировки.

10.1.4 Каждый контейнер снабжают ярлыком, на котором указано:

- наименование предприятия-изготовителя и его товарного знака;
- обозначение и наименование настоящего стандарта;
- обозначение фракции;
- номер партии;
- номер контейнера;
- масса брутто контейнера;
- дата изготовления.

Допускается применение сокращенной маркировки, которая должна содержать:

- полное и/или сокращенное наименование и/или товарный знак предприятия-изготовителя;
- обозначения фракции и типа пропанта.

Допускается указывать информацию о пропантах в документе о качестве.

10.1.5 Пропанты хранят в крытых складских помещениях в условиях, исключающих повреждение упаковки, увлажнение пропантов и упаковки.

Допускается хранить пропанты на специально оборудованных открытых площадках в условиях, исключающих попадание атмосферных осадков.

**Приложение А
(обязательное)**

Технические требования к расклинителям

По физико-химическим показателям, гранулометрическому составу и форме пропанты должны соответствовать требованиям, указанным в таблицах А.1, А.2, А.3, А.4, А.5.

Таблица А.1 – Основные требования, предъявляемые к алюмосиликатным пропантам

Наименование показателя	Значение показателя для фракции							
	10/14	12/18	12/20	16/20	16/30	20/40	30/50	40/70
Гранулометрический состав, %, не более - массовая доля гранул: оставшихся на сите номер:								
7	0,1	-	-	-	-	-	-	-
8	-	0,1	0,1	-	-	-	-	-
12	-	-	-	0,1	0,1	-	-	-
16	-	-	-	-	-	0,1	-	-
20	-	-	-	-	-	-	0,1	-
30	-	-	-	-	-	-	-	0,1
прошедших через сито номер:								
20	1,0	-	-	-	-	-	-	-
30	-	1,0	1,0	-	-	-	-	-
40	-	-	-	1,0	1,0	-	-	-
50	-	-	-	-	-	1,0	-	-
70	-	-	-	-	-	-	1,0	-
100	-	-	-	-	-	-	-	1,0
Массовая доля гранул основной фракции, %, не менее	90,0							
Сферичность, условные единицы, не менее	0,7							
Округлость, условные единицы, не менее	0,7							

Наименование показателя	Значение показателя для фракции							
	10/14	12/18	12/20	16/20	16/30	20/40	30/50	40/70
Растворимость в смеси кислот, %, не более	8,0							
Растворимость в 15% соляной кислоте, %, не более	1,0							
Мутность, ЕМФ, не более	200							
Насыпная плотность, г/см ³ , не более	1,9							
Кажущаяся плотность, г/см ³ , не более	3,10							
Абсолютная (истинная) плотность, г/см ³ , не более	3,10							
Сопротивление раздавливанию, %, не более, при давлении, МПа:								
51,7	25,0	20,0	20,0	20,0	15,0	7,0	7,0	5,0
68,9	-	25,0	25,0	25,0	20,0	10,0	10,0	8,0
Эффективная удельная активность естественных радионуклидов, БК/кг, не более	370							

Таблица А.2 – Основные требования, предъявляемые к магнезиально-кварцевым пропантам

Наименование показателя	Значение показателя для фракции						
	10/14	12/18	16/20	16/30	20/40	30/50	40/70
Гранулометрический состав, %, не более - массовая доля гранул: оставшихся на сите номер:							
6	0,1	-	-	-	-	-	-
8	-	0,1	-	-	-	-	-
12	-	-	0,1	0,1	-	-	-
16	-	-	-	-	0,1	-	-
20	-	-	-	-	-	0,1	-
30	-	-	-	-	-	-	0,1
прошедших через сито номер:							
20	1,0	-	-	-	-	-	-
30	-	1,0	-	-	-	-	-
40	-	-	1,0	1,0	-	-	-
50	-	-	-	-	1,0	-	-
70	-	-	-	-	-	1,0	-
100	-	-	-	-	-	-	1,0
Массовая доля гранул основной фракции, %, не менее	90,0						
Сферичность, условные единицы, не менее	0,7						
Округлость, условные единицы, не менее	0,7						
Растворимость в смеси кислот, %, не более	10,0						
Растворимость в 15% соляной кислоте, %, не более	1,0						
Мутность, NTU, не более	250						
Насыпная плотность, г/см ³ , не более	1,75						
Кажущаяся плотность, г/см ³ , не более	3,10						
Абсолютная (истинная) плотность, г/см ³ , не более	3,10						
Сопротивление раздавливанию, %, не более, при давлении, МПа:							
34,5	20,0	15,0	15,0	10,0	5,0	2,0	2,0
51,7	25,0	20,0	20,0	15,0	7,0	5,0	5,0
68,9	-	25,0	25,0	20,0	10,0	10,0	8,0
Эффективная удельная активность естественных радионуклидов, БК/кг, не более	370						

Таблица А.3 – Основные требования, предъявляемые к керамическим пропантам с отверждаемым полимерным покрытием RCP.

Наименование показателя	Значение показателя для фракции			
	12/18	16/20	16/30	20/40
Насыпная плотность, г/см ³ , не более	1,60			
Сопротивление раздавливанию (массовая доля разрушенных гранул)*, масс.				
34,5	15,0	15,0	10,0	5,0
51,7	20,0	20,0	15,0	7,0
68,9	25,0	25,0	20,0	10,0
Разрушаемость заподимеризованного в течение 4 ч при температуре** 55 °С и давлении 6,89 Н/мм ² (1000 psi) пропанга, кПа, не менее	344,7			
Разрушаемость заподимеризованного в течение 4 ч при температуре** 90 °С и давлении 6,89 Н/мм ² (1000 psi) пропанга, кПа, не менее	344,7			
Кажущаяся плотность, г/см ³ , не более	3,10			
Абсолютная (истинная) плотность, г/см ³ , не более	3,10			
Растворимость в смеси кислот, %, не более	10,0			
Потеря массы при прокаливании, %, не более	4,0			
Массовая доля гранул основной фракции, %, не менее	90,0			
Мутность, NTU, не более	250			
Гранулометрический состав:				
остаток на сите не более 0,1 %, № сита:	8	12	12	16
проход через сито не более 1,0 %, № сита:	30	40	40	50
Сферичность, у.е., не менее	0,7			
Округлость, у.е., не менее	0,7			
Эффективная удельная активность естественных радионуклидов, БК/кг, не более	370			
Массовая доля хлорорганических соединений, мг/кг	отсутствие			
* ISO 13503-2 (ISO 13503-2:2006/Amd.1:2009(E) Petroleum and natural gas industries- Completion fluids and materials-Part 2: Measurement of properties of proppants used in hydraulic fracturing and gravelpacking operations AMENDMENT 1: Addition of Annex B: Proppant specification B6.1) считает				

проведение испытаний сопротивления раздавливанию RCP пропанта неприменимым ввиду того, что в процессе испытаний происходит консолидация и образование конгломератов.
 ** приведены данные о прочности сцепления для низкотемпературного 55 °С и высокотемпературного 90 °С отверждаемого полимерного покрытий.

Таблица А.4 – Основные требования, предъявляемые к упрочненным керамическим пропантам

Наименование показателя	Значение показателя для фракции			
	12/18	16/20	20/40	30/50
Насыпная плотность, г/см ³ , не более	1,70			
Сопротивление раздавливанию, при нагрузке 68,9 Н/мм ² (10000 psi), % масс, не более	12,0	12,0	2,0	2,0
Кажущаяся плотность, г/см ³ , не более	2,90			
Абсолютная (истинная) плотность, г/см ³ , не более	2,95			
Растворимость в смеси кислот, %, не более	7,0			
Потеря массы при прокаливании, %, не более	3,0			
Массовая доля гранул основной фракции, %, не менее	90,0			
Мутность, NTU, не более	250			
Гранулометрический состав:				
остаток не более 0,1% на сите №:	8	12	16	20
проход не более 1,0% через сито №:	30	40	50	70
Сферичность, у.е., не менее	0,7			
Округлость, у.е., не менее	0,7			
Эффективная удельная активность естественных радионуклидов, БК/кг, не более	370			
Массовая доля хлорорганических соединений, мг/кг	отсутствие			

Таблица А.5 – Основные требования, предъявляемые к фракционированным кварцевым пескам

Наименование показателя	Значение показателя для фракции			
	16/30	20/40	30/50	40/70
Наименование фракция песка				
Массовая доля гранул основной фракции*, %, не менее	90,0			
Гранулометрический состав: остаток не более 0,1 % на сите №:	12	12	16	20
проход не более 1,0 % через сито №:	40	50	70	100
Сферичность*, у.е., не менее	0,6			
Округлость*, у.е., не менее	0,6			
Растворимость в смеси кислот*, %, не более	2,0			3,0
Мутность*, NTU, не более	250			
Насыпная плотность, г/см ³ , не более	1,65			
Кажущаяся плотность, г/см ³ , не более	2,65			
Истинная плотность, г/см ³ , не более	2,65			
Сопротивление раздавливанию*, % масс, не более при давлении МПа (psi):				
20,7 (3000)	14	-	-	-
27,4 (4000)	-	14	-	-
27,6 (4000)	-	-	10	-
34,5 (5000)	-	-	-	8
Влажность, % масс., не более	1,0			
Эффективная удельная активность естественных радионуклидов, БК/кг, не более	370			
* API RP 56 Recommended Practices for Testing Sand Used in Hydraulic Fracturing Operations П.5.2 содержание основной фракции П.6.4. сферичность и округлость П.7.4. Растворимость в смеси кислот П.8.7.1 Мутность П.9.3.4. Значение сопротивления раздавливанию и прилагаемые давления				

Примечания

Технические требования к пропантам РСР алюмосиликатным и магнезиально-кварцевым, упрочненным, пескам фракционированным обогащенным упрочненным могут быть уточнены в соответствии с ТУ производителя.

Значения сопротивления раздавливанию приведены для непокрытых смолой песков. Данные значения являются ориентировочными и могут быть уточнены на основании результатов контроля, применяемых в ГРП продуктов в течение определенного времени.

Значение кажущейся и истинной плотности приведено из расчета, что применяемые пески имеют в своей основе кварц, имеющий минералогическую плотность $2,60 - 2,65 \text{ г/см}^3$.

Определение хлорорганических соединений выполняется только для расклинивающих агентов с полимерным покрытием.

**Приложение Б
(Справочное)**

Основные требования, предъявляемые к ситам для испытаний

Б.1 Основные требования, предъявляемые к ситам для испытаний, приведены в таблице Б.1

Таблица Б.1

В миллиметрах

Номер сита	Номинальный размер ячейки в свету X, Y	Предельно допустимое отклонение среднего размера ячейки в свету от номинального	Номинальный диаметр проволоки d ₁
6	3,350	± 0,110	1,250
7	2,800	± 0,095	1,120
8	2,360	± 0,080	1,000
10	2,000	± 0,070	0,900
12	1,700	± 0,060	0,800
14	1,400	± 0,050	0,710
16	1,180	± 0,045	0,630
18	1,000	± 0,040	0,560
20	0,850	± 0,035	0,500
25	0,710	± 0,030	0,450
30	0,600	± 0,025	0,400
35	0,500	± 0,020	0,315
40	0,425	± 0,019	0,280
50	0,300	± 0,014	0,200
60	0,250	± 0,012	0,160
70	0,212	± 0,010	0,140
100	0,150	± 0,008	0,100

Б.2 Сита изготавливают из проволочных тканых полотен с квадратными ячейками и с плоским плетением.

Для изготовления полотен используют проволоку из нержавеющей стали, латуни, бронзы или других аналогичных материалов без покрытия.

Плетение полотна должно быть жестким, без видимых дефектов.

Б.3 Средний размер ячейки в свету измеряют, как показано на рисунке Б.1, в горизонтальном направлении X и вертикальном Y относительно центра ячейки.

Каждое из измеренных значений должно соответствовать номинальному размеру ячейки в свету с учетом предельно допускаемого отклонения по таблице Б.1.

Б.4 Средний диаметр проволоки измеряют как показано на рисунке Б.1.

Пределы допускаемого отклонения измеренного диаметра от его номинального значения составляют $\pm 15\%$ (таблица Б.1).

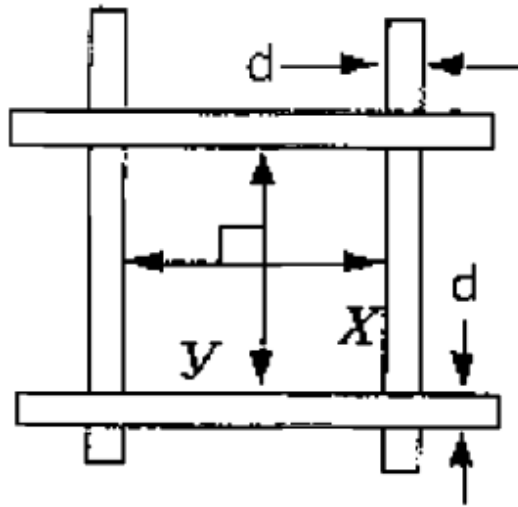


Рисунок Б.1 – Схема измерений размеров ячейки и проволоки

Б.5 Допускается использовать лабораторные сита из металлической проволочной сетки по ГОСТ 51568.

Приложение В (Обязательное)

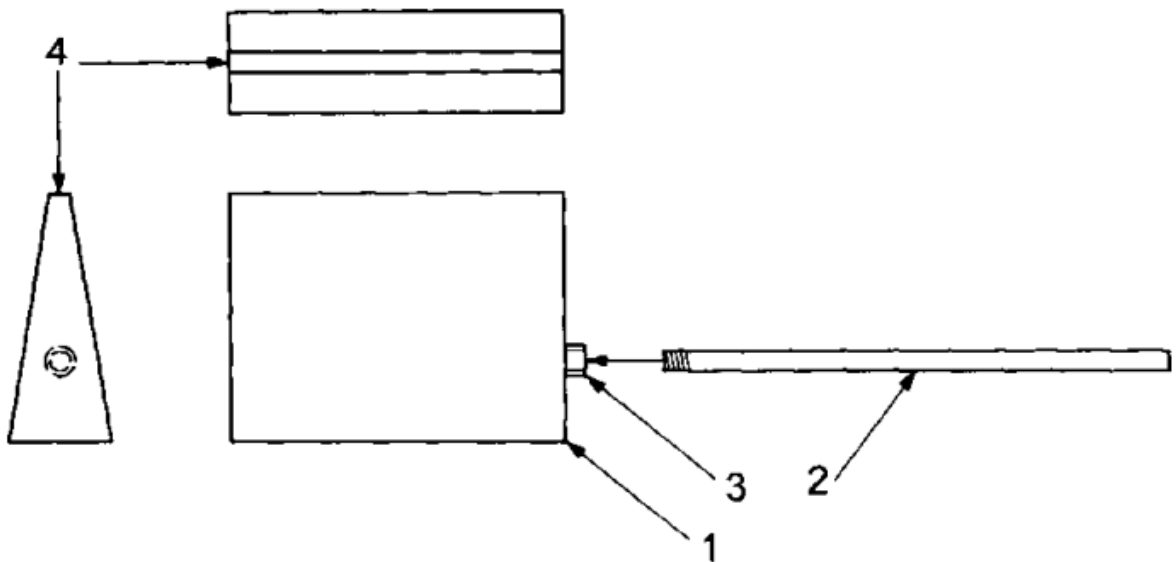
Аппаратура для отбора и подготовки проб из потока пропантов

Аппаратура

Ручной или механический пробоотборник любого типа (например, коробчатый пробоотборник длиной 13 мм паза должна быть длиннее ширины потока, из которого отбирается проба; объем пробоотборника должен быть достаточно большим, чтобы его не пересыпало потоком материала; коробчатый пробоотборник должен отвечать критериям, указанным на Рисунке В.1).

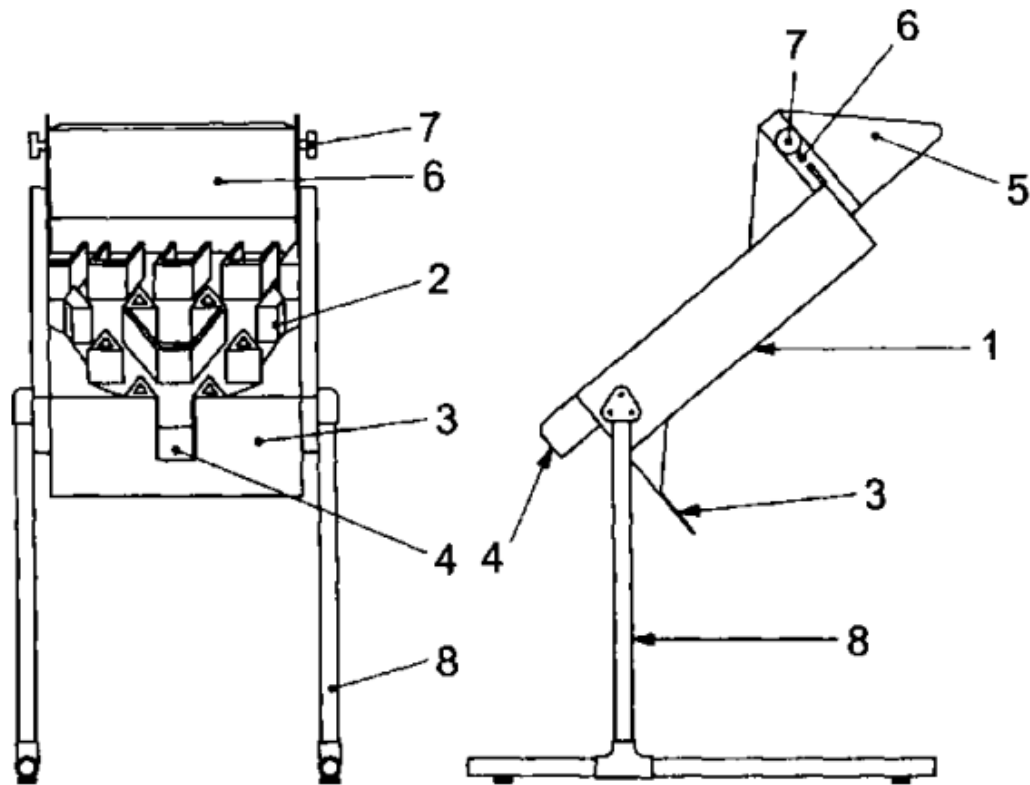
Сократитель проб, подходящего размера, для забора проб из мешков и ограничения взятого материала до 1/16 от первоначальной массы (рисунок В.2).

Ручной делитель пробы (рисунок В.3).



1 – корпус пробоотборника, 15,9 x 20,9 x 6,35 см; 2 – рукоятка; 3 – соединительная муфта; 4 – отверстие для пробы, 1,27 см

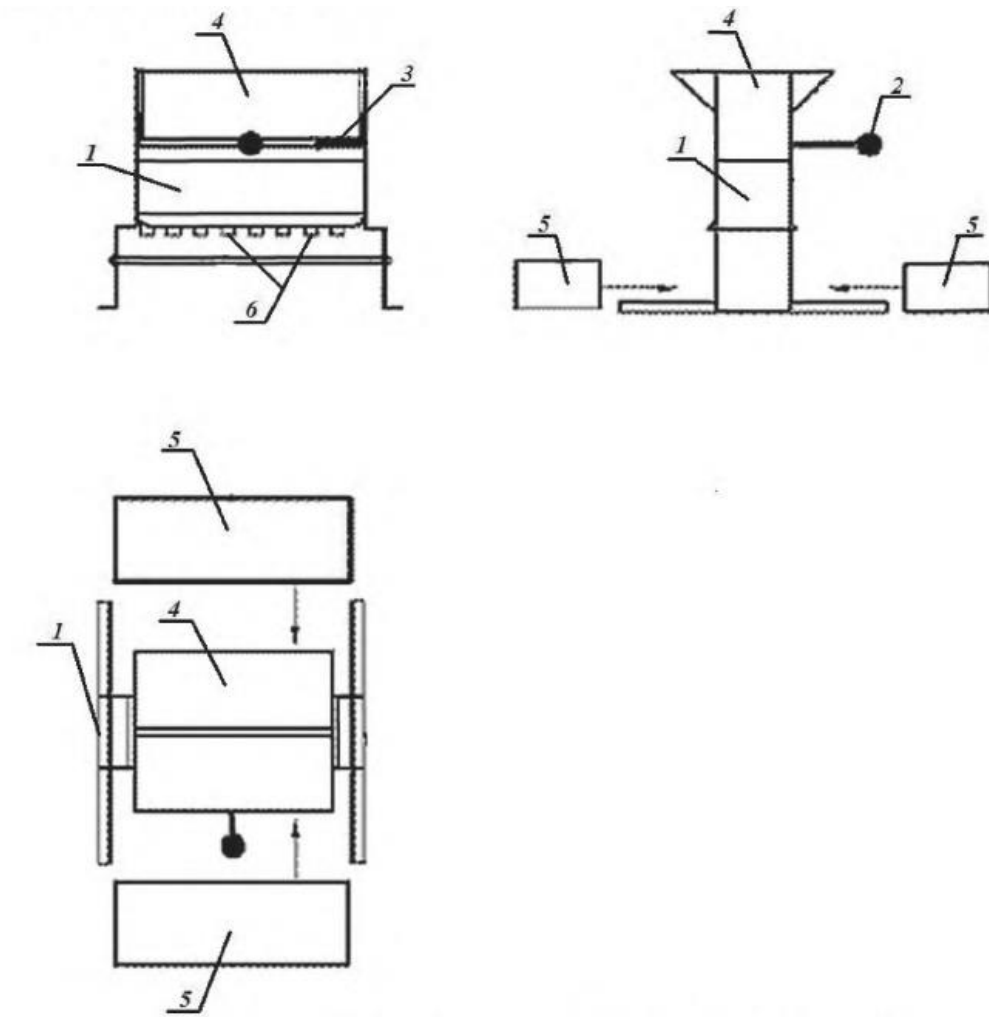
Рисунок В.1 – Коробчатый пробоотборник



- 1 – основной корпус с габаритными размерами 36,8 x 48,3 x 11,4 см;
 2 – разделительная перегородка с габаритными размерами 5,1 x 5,1 x 5,1 см;
 3 – разгрузочная пластина с габаритными размерами 36,8 x 30,5 x 0,32 см;
 4 – разгрузочный желоб с габаритными размерами 5,7 x 5,7 x 7,6 см; 5 – загрузочная воронка с габаритными размерами 36,8 x 24,1 x 15,2 см; 6 – затвор с габаритными размерами 36,8 x 19,1 x 0,32 см; 7 – маховичок диаметром 3,5 см; 8 – опорная стойка с габаритными размерами 71,1 x 38,1 x 68,6 см

Рисунок В.2 – Сократитель проб

Примечание. Допускается по согласованию с заказчиком применение аппаратуры с элементами других размеров.



1 – основной корпус с габаритными размерами $(29,5 \pm 0,5) \times (28,0 \pm 0,5) \times (16,5 \pm 0,5)$ см; 2 – рукоятка; 3 – задвижка; 4 – бункер; 5 – поддон; 6 – лопасти размером $(1,25 \pm 0,05)$ см

Рисунок В.3 – Ручной делитель пробы

**Приложение Г
(справочное)**

**Соответствие номеров сит настоящего стандарта и действующей отечественной
нормативной документации**

Г.1 Соответствие номеров сит настоящего стандарта и обозначений сит по ГОСТ Р 51568 приведены в таблице Г.1

Таблица Г.1 – Соответствие номеров сит настоящего стандарта и обозначений сит по ГОСТ Р 51568

Номера сит по настоящему стандарту	Обозначение сита по ГОСТ Р 51568
6	3,35 (R 40/3)
8	2,36 (R 40/3)
10	2 (R 40/3)
12	1,7 (R 40/3)
14	1,4 (R 40/3)
16	1,18 (R 40/3)
18	1 (R 40/3)
20	850 (R 40/3)
25	710 (R 40/3)
30	600 (R 40/3)
35	500 (R 40/3)
40	425 (R 40/3)
45	355 (R 40/3)
50	300 (R 40/3)
60	250 (R 40/3)
70	212 (R 40/3)
100	150 (R 40/3)

Библиография

- [1] Санитарно эпидемиологические правила СП 2.2.2.1327-03 Гигиенические требования к организации технологических процессов, производственному оборудованию и рабочему инструменту
- [2] Гигиенические нормативы ГН 2.2.5.1313-03 Химические факторы производственной среды. ПДК вредных веществ в воздухе рабочей зоны
- [3] Гигиенические нормативы ГН 2.2.5.2895-11 Дополнение № 7 к ГН 2.2.5.1313-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны
- [4] Санитарные правила СП 2.6.1.1292-03 Гигиенические требования по ограничению облучения населения за счет природных источников ионизирующего излучения
- [5] Санитарные правила СП 2.6.1.2523-09 Нормы радиационной безопасности (НРБ - 99/2009)
- [6] Санитарные правила СП 2.6.1.799-99 Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (ОСПОРБ - 99)
- [7] Рекомендации по межгосударственной стандартизации РМГ76—2004 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа
- [8] Правила по межгосударственной стандартизации ПМГ 96—2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Результаты и характеристики качества измерений. Формы представления
- [9] ISO 13503-2:2006 Petroleum and natural gas industries - Completion fluids and materials - Part 2: Measurement of properties of proppants used in hydraulic fracturing and gravel packing operations
- [10] ГОСТ Р 51761-2013 Пропанты алюмосиликатные. Технические условия
- [11] ГОСТ Р 54571-2011 Пропанты магнезиально-кварцевые. Технические условия