МИНИСТЕРСТВО НЕФТЯНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Башкирский государственный научно-исследовательский и проектный институт нефтяной промышленности

/БАШНИПИНЕФТЬ/

УТВЕРЖДАЮ:
Заместитель министра нефтяной промышленности
А.В.Валиханов
"14" мая 1979г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ИНГИБИТОРОВ ОТЛОЖЕНИЯ СОЛЕЙ И ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ ХИМРЕАГЕНТОВ В ПЛАСТОВЫХ И ПРЕСНЫХ ВОДАХ

Методика контроля

РД 39-I-237-79

1979

gost.e-ecolog.ru

РАЗРАБОТАН	Башкирским государственным научно-исследовательским и проектным институтом нефтяной промышленности /БашНИИнефть/
Директор	Г.А.Бабалян
Зам.директора	Н.Ф.Кагарманов
Зав.группой стандартизации	А.Э.Андрианова
Ответственные исполнители:	
зав.отделом	С.Ф.Люшин
старший инженер	Г.В.Галеева
инженер	Р.Г.Вахитова
ВНЕСЕН	Управлением по развитию техники, технологии и организации добычи нефти и газа
Зам.начальника	В.Д.Москвин
Ведущий специалист	О.Е.Бекова
ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ	Техническим управле
Зам.начальника	В.Д.Барановский
Зав.отделом научно-исследовательских институтов	Б.К.Волошин
Зав.отделом стандартизации	В.М.Фролов
СОГЛАСОВАНО	ВНИИ
Главный инженер	М.А.Кузнецов
Зав.отделом стандартизации	В.С.Уголев
	Башнефть
Главный инженер	М.Н.Галлямов
Нач.отдела добычи нефти	Ю.И.Толкачев
Инженер стандартизации	Р.И.Кумалтанова
УТВЕРЖДЕН	Министерством нефтя
Зам.министра	А.В.Ралиханов
ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ	Министерства нефтян от 28.08.1979г. № 4

А Н Н О Т А Ц И Я

Фирма "Ессо" для определения содержания ингибиторов отложения солей Кореконт 7642 в пластовых водах передала методические указания. Однако использование этой методики было затруднено из-за отсутствия фирменного оборудования и реактивов, состав которых запатентован (например, аминопорошковый реагент, фирма "Хэлтон" каталог № R - 5031).

Фирма "Петролайт" предложила для определения содержания SP-181, SP-203, SP-191, метод основанный на титровании пластовых вод раствором хлористого скандия ($ScCl_3$). Дефицитность этого реагента, высокая стоимость, влияние минерализации пластовой воды, присутствие следов ионов железа, нефти, нечеткость перехода окраски и т.п.) явилось причиной невозможности широкого применения этого метода контроля на практике.

Данная методика предназначена для контроля за содержанием в пластовых (пресных) водах ингибиторов отложения солей, имеющих в своем составе фосфорорганические соединения.

Метод основан на превращении этих соединений при кипячении с продуктом "Белизна" (5-процентный раствор гипохлорида натрия) в ортофосфаты, которые затем определяются колориметрически.

Методика контроля разработана сотрудниками отдела добычи нефти и газа БашНИПИнефть ст. инженером Галеевой Г.В. и инженером Вахитовой Р.Г.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ИНГИБИТОРОВ ОТЛОЖЕНИЯ СОЛЕЙ И ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ ХИМРЕАГЕНТОВ В ПЛАСТОВЫХ И ПРЕСНЫХ ВОДАХ

Методика контроля

РД 39 - I-237-79

Вводится впервые

Приказом Министерства нефтяной промышленности
от 28.08.79. № 422

Срок введения с 01.12.79.

Данная методика разработана для определения содержания ингибиторов отложения солей SP-203, SP-181, SP-191 фирмы "Петролайт", Корексит 7642 фирмы "Ессо", химреагентов отечественного производства (например, НТФ, ПАФ-I, ОЭДФ и т.п.) и ингибиторов содержащих фосфорорганические соединения (эфиры, фосфонаты и т.п.) в пластовых и пресных водах.

I. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ

I.I. Определение количественного содержания ингибиторов отложения солей в пластовой (пресной воде) проводится следующим образом:

- анализируемую пробу воды следует подкислить соляной кислотой;
- кипятить в течение 45 мин. с продуктом "Белизна" (5-процентный водный раствор гипохлорита натрия). При этом фосфорорганические соединения превращаются в ортофосфаты;
- определить содержание ортофосфатов колориметрическим методом.

I.2. Методика позволяет определять содержание фосфорорганических соединений в количествах от 3 мг/л и более в пластовых и пресных водах.

2. НЕОБХОДИМОЕ ХИМИКО-ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

Колбы конические, термостойкие емк. 25[illegible] мл 6-I0 шт.
Стеклянные бусинки (диаметр 4-6 мм) из сплошного стекла 50-I00 шт.
Мерные колбы емк. I00 мл 6-I0 шт.
Воронки стеклянные диаметром 70-I00 мм 6-I0 шт.
Цилиндры емк. - I,2,5,I0 мл.
Электрическая плитка с терморегулятором 2 шт.

3. НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ

Соляная кислота (HCℓ), ГОСТ 3II8-67
Продукт "Белизна" для бытовых нужд, выпускаемый Уфимским хим.заводом содержит 5% гипохлорита натрия, ТУ6-I5-[illegible]6-73
Аммоний молибденовокислый $(NH_4)_6 Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ "хч" ГОСТ 3765-72
Аскорбиновая кислота, пищевая ГОСТ 4815-76
Серная кислота, "чда", ГОСТ 4204-77
Сурьма треххлористая ($SbCl_3$) "ч", ТУ6-09-[illegible]36-7I
Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72
Трилон "Б" $C_{I0}H_{I4}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O$, ГОСТ I0652-63

4. УДАЛЕНИЕ МЕХПРИМЕСЕЙ, НЕФТИ И СЕРОВОДОРОДА

- механические примеси и нефть удаляют фильтрацией через бумажный фильтр;
- сероводород удаляют кипячением пробы.

5. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРА МОЛИБДАТА АММОНИЯ

5.I. Прилить к [illegible]00 мл дистиллированной воды при перемешивании I44 мл концентрированной серной кислоты. Охладить этот раствор приблизительно до 20°С.

5.2. I2,5 г молибдата аммония растворить в 200 мл дистиллированной воды.

5.3. 0,235 г хлорида сурьмы растворить в I00 мл дистиллированной воды.

5.4. Слить растворы, приготовленные по пп.5.I, 5.2, 5.3 в мерную колбу емкостью I л и довести объем раствора в колбе до метки, приливая дистиллированную воду.

5.5. Реактив хранить в склянке из темного стекла.

6. ПРИГОТОВЛЕНИЕ 5-ПРОЦЕНТНОГО РАСТВОРА АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ

6.I. Растворить 5 г аскорбиновой кислоты в 95 мл дистиллированной воды в мерной колбе емк.I00 мл.

6.2. Хранить раствор на холоде.

6.3. При пожелтении раствор готовить заново.

7. ПРИГОТОВЛЕНИЕ I0-ПРОЦЕНТНОГО РАСТВОРА ТРИЛОНА „Б"

7.I. Растворить I0 г трилона „Б" в 90 мл дистиллированной воды, в колбе емк.I00 мл.

8. ПОСТРОЕНИЕ КАЛИБРОВОЧНОЙ КРИВОЙ

8.I. Приготовить 0,I-процентный раствор реагента (SP-I8I, SP-203, SP-I9I, Корексит 7642, НТФ и др.). Для этого в мерную колбу поместить I00 мг реагента и довести объем до I00 мл дистиллированной водой (I мл раствора содержит I мг реагента).

8.2. В ряд конических колб взять по 0; 0,2; 0,5; I,0; I,5; 2,0 мл приготовленного раствора реагента и добавить по 50 мл пластовой воды (при содержании ионов железа в воде не более 30 мг/л), а при содержании ионов железа 30-60 мг/л добавить по 20 мл пластовой воды, I мл I0-процентного раствора трилона „Б" и по 30 мл дистиллированной воды.

8.3. Ввести в пробы по 0,5 мл концентрированного раствора соляной кислоты и встряхивать растворы в течение 3-х минут.

8.4. Затем в колбы прилить еще по 50 мл дистиллированной воды (общий объем пробы составит I00 мл).

8.5. Опустить в раствор I5-20 стеклянных бусинок.

8.6. Колбы с растворами поместить на плитки, довести до интенсивного кипения и кипятить 5 минут.

8.7. Затем в кипящий раствор добавляют 3,5 мл реагента "Белизна" и в течение 45 минут все пробы интенсивно кипятят (в присутствии ионов железа растворы приобретают желтую окраску). Объем проб уменьшится примерно до 50 мл и должен поддерживаться в этом пределе путем периодического добавления горячей дистиллированной воды.

8.8. По истечении 45 минут пробы охладить до комнатной температуры, перенести в ряд мерных колб емкостью 100 мл. Тщательно сполоснуть конические колбы многократно дистиллированной водой, которую также влить в эти же мерные колбы. Довести объемы в колбах до 80–85 мл.

8.9. К каждой пробе прилить 2 мл раствора аскорбиновой кислоты, перемешать, добавить 5 мл раствора молибдата аммония и довести объемы растворов в колбах до метки дистиллированной водой. Тщательно перемешать пробы. При этом наблюдается окрашивание растворов от голубого до синего цвета.

8.10. Через 10 минут определить величину оптической плотности на спектрофотометра (фильтр № 9, λ = 690 нм, кювета с толщиной слоя 10 мм).

8.11. По результатам определения построить калибровочную кривую в координатах: оптическая плотность – содержание ингибитора мг в 100 мл (емкость мерной колбы 100 мл)

9. ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

9.1. Для определения содержания ингибиторов солеотложений (фосфорорганических соединений) в пластовых и пресных водах взять пробу объемом 50 мл в конические термостойкие колбы (емк.250 мл) при содержании ионов железа не более 30 мг/л. При содержании ионов железа 30–60 мг/л взять пробу объемом не более 20 мл, добавить 1 мл 10-процентного раствора трилона Б и довести объем до 50 мл дистиллированной водой. Содержание ингибитора во взятой пробе не должно превышать 2 мл.

9.2. Если содержание ингибитора превышает 2 мл, взять в колбу меньшее количество пробы и довести ее объем до 50 мл дистиллированной водой.

9.3. Для анализа брать 2 параллельные пробы.

9.4 Далее определение вести по пп.8.3-8.I0.

9.5 Зная величину оптической плотности, по калибровочной кривой определить содержание данного фосфорорганического соединения в пробе пластовой (пресной) воды, в мг.

9.6. Расчет содержания ингибитора в пластовой воде производить по формуле:

$$\frac{A \cdot 1000}{V}, \text{ мг/л}$$

где A – содержание ингибитора, найденное по калибровочной кривой, мг во взятой на анализ пробе.

V – объем взятой на анализ пробы воды, мл

1000 – множитель для перевода результата в мг/л.

Директор Башнипинефти, д.т.н., профессор Г.А.БАБАЛЯН

Специалист по стандартизации Л.Э.АНДРИЛОНОВА

Руководитель разработки, начальник отдела добычи – С.Ф.ЛЮШИН

Ст.инженер – Г.В.ГАЛЕЕВА

Инженер – Р.Г.ВАХИТОВА

СОГЛАСОВАНО :

Главный инженер объединения Башнефть М.Н.ГАЛЛЯМОВ

Начальник отдела добычи нефти объединения Башнефть Ю.И.ТОЛКАЧЕВ

– Специалист по стандартизации Р.И.КУМЫГАНОВА

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
1. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ	1
2. НЕОБХОДИМОЕ ХИМИКО-ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ	2
3. РЕАКТИВЫ	2
4. УДАЛЕНИЕ МЕХПРИМЕСЕЙ, НЕФТИ И СЕРОВОДОРОДА	2
5. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРА МОЛИБДАТА АММОНИЯ	2
6. ПРИГОТОВЛЕНИЕ 5-ПРОЦЕНТНОГО РАСТВОРА АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ	3
7. ПОСТРОЕНИЕ КАЛИБРОВОЧНОЙ КРИВОЙ	3
8. ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ	4

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

Изм.	номера листов				Номер документа	Подпись	Дата
	измененных	замененных	новых	аннулированных			

gost.e-ecolog.ru