МИНИСТЕРСТВО НЕФТЯНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ
Государственный институт по проектированию
и исследовательским работам в нефтяной промышленности
"ГИПРОВОСТОКНЕФТЬ"

МЕТОДИКА

ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУЛЬФИДА ЖЕЛЕЗА В НЕФТЯНОЙ ФАЗЕ ЭМУЛЬСИЙ

РД 39-1-380-80

1980

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО НЕФТЯНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ
Государственный институт по проектированию и
исследовательским работам в нефтяной промышленности
"Г И П Р О В О С Т О К Н Е Ф Т Ь"

М Е Т О Д И К А
ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУЛЬФИДА ЖЕЛЕЗА В НЕФТЯНОЙ ФАЗЕ ЭМУЛЬСИЙ

РД 39-I-380-80

1980

Настоящая методика разработана сектором исследования нефтяных эмульсий института "Гипровостокнефть". Авторы методики Борисов С.И.., к.х.н. Петров А.А.

Методика распространяется на нефти и определяет содержание в них сульфида железа колориметрированием кислотного экстракта.

Методика предназначена для определения содержания сульфида железа в нефтяной фазе смеси сероводород- и железосодержащих водонефтяных эмульсий.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУЛЬФИДА ЖЕЛЕЗА В НЕФТЯНОЙ ФАЗЕ ЭМУЛЬСИЙ

РД 39-I-380-80

Вводится впервые

Приказом Министерства нефтяной промышленности № 215

от 28.04.80 Срок введения 01.06.80

I. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

I.I Сущность метода заключается в экстрагировании находящегося в нефтяной фазе сульфида железа водным раствором кислоты с последующим определением концентрации ионов железа в кислотной вытяжке.

I.2 Испытуемая водонефтяная эмульсия (смесь эмульсий) разделяется с помощью реагента-деэмульгатора и растворителя на нефть и воду. При этом сульфид железа сосредоточивается в нефтяной фазе (нефти) или на границе раздела фаз. Выделенная вода дренируется, а нефтяная фаза промывается водой, не содержащей солей железа.

I.3 Промывка водой ведется до полного удаления из нефтяной фазы водорастворимых солей железа.

I.4 После промывки водой нефтяная фаза обрабатывается кислотой. При этом сульфид железа переходит в водорастворимую соль и растворяется в растворе кислоты. Концентрация железа в кислотной вытяжке определяется фотоколориметрическим методом.

I,5 Содержание сульфида железа в нефтяной фазе рассчитывается по концентрации ионов железа в кислотной вытяжке, ее объему и объему нефтяной фазы, взятой для анализа эмульсии.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При проведении анализа применяют:

- делительную воронку стеклянную вместимостью I-2 л;
- электродвигатель типа МП-2 или любой другой, обеспечивающий частоту вращения пропеллерной мешалки 2500 об/мин;
- прибор для определения содержания воды в нефти по ГОСТ 2477-65;
- воронку химическую диаметром 80-I00 мм;
- колбу плоскодонную вместимостью 0,5-I л;
- колбу плоскодонную вместимостью 3-5 л;
- цилиндр мерный вместимостью I л;
- цилиндр мерный вместимостью 0,25 л;
- плитку электрическую закрытого типа;
- фотоэлектроколориметр марки ФЭК-56 или ФЭК-56М с набором кювет;
- реагент-деэмульгатор маслорастворимый наиболее эффективный для деэмульсации анализируемой нефти;
- растворитель /в качестве растворителя могут быть использованы толуол, бензол, ксилолы/;
- кислоту соляную по ГОСТ I426I-69, х.ч. или ч.д.а. в виде 5-I0%-ного раствора;
- персульфат аммония, калия или натрия марки х.ч. или ч.д.а.;
- роданид аммония, калия или натрия марки х.ч. или ч.д.а. в виде 50%-ного водного раствора;
- пипетки с одной отметкой вместимостью I-2 мл;
- фильтр бумажный диаметром I5 см марки "синяя лента".

3. ОТБОР ПРОБЫ И ПОДГОТОВКА ЕЕ К АНАЛИЗУ

3.I Пробы эмульсии для определения в них содержания сульфида железа отбираются в бутылки вместимостью 0,5-0,7 л. При этом наливается 2/3 объема бутылки.

3.2 Отобранная проба анализируется на содержание воды по методу Дина-Старка /ГОСТ 2477-65/. Если в пробе свободная вода отсутствует, то после тщательного перемешивания в бутылке из нее берется два определенных объема: один объем используется для анализа на содержание воды, другой - для анализа на содержание сульфида железа. При наличии в пробе свободной воды вся проба переносится в делительную воронку вместимостью 0,5-I л, где отстаивается в течение 30 минут при комнатной температуре. После отстоя свободная вода дренируется. При дренировании следят за тем, чтобы сливалась лишь чистая вода. Все, что находится выше границы раздела, должно остаться в делительной воронке. Оставшаяся часть пробы тщательно перемешивается и анализируется на содержание воды. Из этой же части пробы берется образец для анализа на содержание сульфида железа в нефтяной фазе.

4. ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

4.I В делительную воронку вместимостью I-2 л вносится образец эмульсии с известным содержанием воды. Объем эмульсии берется таким, чтобы объем нефтяной фазы составлял величину, указанную в табл. I.

Таблица I

Предполагаемое содержание сульфида железа в нефтяной фазе, г/м3	Объем нефтяной фазы, взятой на анализ эмульсии, мл
До I00	I00-I50
I00-I000	50
более I000	25

4.2 Взятый для анализа образец эмульсии в делительной воронке смешивается с 3-5-кратным объемом горячего / t = = 60-80°С/ растворителя. Смешение проводится перемешиванием на пропеллерной мешалке в течение I минуты при частоте вращения 2000-2500 об/мин. После перемешивания содержимое воронки отстаивается в течение I5 минут.

4.3 Если вода не выделяется, к полученной смеси добавляется I00-I50 г/м3 реагента-деэмульгатора чистого /3-5 капель/ или в виде I%-ного раствора в ароматическом растворителе. После внесения реагента-деэмульгатора содержимое воронки перемешивается в течение I мин. при частоте вращения мешалки 2000-2500 об/мин. и вновь отстаивается в течение I5 мин. Если за это время вода не будет отделяться, в делительную воронку наливается I00-200 мл дистиллированной воды нагретой до 90-95°С. Содержимое воронки вновь перемешивается в указанном выше режиме и отстаивается.

4.4 Выделенная вода сливается на фильтр "синяя лента" и в фильтрате определяется присутствие ионов железа.

Для качественного анализа выделенной воды на ионы железа к I0-I5 мл воды добавляется I мл 5-I0%-ной кислоты, несколько кристалликов персульфата калия, аммония или натрия и I мл раствора роданида /50%-ный раствор/. Окрашивание раствора в красный цвет указывает на присутствие в нем ионов железа. В случае отсутствия ионов железа раствор остается бесцветным. После проведения качественного анализа на железо выделенная вода в дальнейшем не используется.

Если на содержание сульфида железа анализируется малообводненная эмульсия /содержание воды I-2%/, то о наличии водорастворимых солей железа в пробе судят по качественному анализу первой водной вытяжки.

4.5 При наличии в слитой из делительной воронки воде ионов железа оставшуюся в делительной воронке нефтяную фазу обрабатывают горячей / t = 80-90°С%/дистиллированной водой до тех пор, пока отделенная промывная вода не будет давать отрицательной качественной реакции на ионы железа. Каждый раз отделившуюся воду сливают через один и тот же фильтр и

проводят качественный анализ на содержание ионов железа. В дальнейшем эта вода не используется.

4.6 По окончании отмывки водорастворимых солей железа содержимое воронки обрабатывается горячей / t = 80-90°С/ 5-10%-ной соляной кислотой. Для этого в воронку вносят 100-200 мл кислоты, содержимое воронки перемешивают в указанном выше режиме, а затем отстаивают. Выделенный раствор соляной кислоты /кислотную вытяжку/ пропускают через тот же фильтр, через который сливали выделенную воду. Кислотную вытяжку качественно анализируют на присутствие ионов железа, как это указано в п.4.4. Для качественного анализа кислотных вытяжек на присутствие ионов железа от каждой из них отбирают одинаковый объем. Этот объем учитывают при определении суммарного объема кислотной вытяжки.

Отмывку пробы кислотой ведут до тех пор, пока кислотные вытяжки не будут давать отрицательной реакции /качественной/ на присутствие солей железа. Все кислотные вытяжки сливают в один сосуд, определяют общий объем и концентрацию ионов железа в кислотной вытяжке по ГОСТ 4011-72.

При добавлении необходимых реактивов для определения концентрации ионов железа в суммарной кислотной вытяжке иногда появляется муть. В этом случае кислотную вытяжку разбавляют в 5-10 раз и после добавления всех необходимых реактивов, кроме роданида, кипятят до исчезновения или осаждения мути. Затем добавляют роданид.

4.7 Содержание сульфида железа в нефтяной фазе эмульсии расчитывают по формуле:

$$C_{FeS} = \frac{C_{Fe} \cdot V_{к.в.} \cdot 1{,}57}{V_н}; \quad мг/л \quad /г/м^3/ \qquad /1/$$

где: $V_{к.в.}$ – объем кислотной вытяжки, л;

C_{Fe} – концентрация ионов железа в кислотной вытяжке, мг/л;

$V_н$ – объем нефтяной фазы исследуемой эмульсии, л.

Объем нефтяной фазы рассчитывают как разность между объемом анализируемой эмульсии и объемом содержащейся в ней воды по формуле:

$$V_н = V_э \cdot \left[1 - \frac{W_{д.с}}{(1 - C_{NaCl}/100) \cdot \gamma \cdot V_{э1}}\right], \quad л \qquad /2/$$

где: $V_э$ – объем эмульсии, взятой для анализа на содержание сульфида железа, л;

$V_{э1}$ – объем эмульсии, взятой для анализа на содержание воды по ГОСТ 2477-65, мл;

$W_{в.с.}$ – объем воды, выделенной при анализе пробы по ГОСТ 2477-65, мл;

γ – плотность воды, содержащейся в анализируемой пробе эмульсии, г/м3. Плотность воды, находящейся в ловушке Дина-Старка, принимается за I г/см3.

C_{NaCl} – содержание $NaCl$ в г на I00 г раствора, соответствующее плотности воды, содержащейся в эмульсии.

4.8 Результаты проведенного анализа могут быть использованы для различных технологических нужд при промысловой подготовке нефти.

Примечание: если в водной фазе испытуемой эмульсии содержится взвесь гидроокиси железа, то вода, выделенная по п.п. 4.3.,4.4 и промывные воды оливаются без фильтрования.

С О Д Е Р Ж А Н И Е

	Стр.
I..Сущность метода	3
2. Аппаратура, реактивы и материалы	4
3. Отбор пробы и подготовка ее к анализу	5
4. Ход определения	5

Ответственный исполнитель-
зав. сектором исследования
нефтяных эмульсий С.И.Борисов

Ответственный за выпуск ОНТИ

Институт "Гипровостокнефть"
№ 886 Тираж 200 экз.

gost.e-ecolog.ru