МИНИСТЕРСТВО НЕФТЯНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ
ВНИИСПТнефть

МЕТОДИКА
ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ РЕАГЕНТА АНП-2
В НЕФТЕПРОМЫСЛОВЫХ СРЕДАХ
РД 39-3-284-79

Уфа 1980

gost.e-ecolog.ru

Министерство нефтяной промышленности
Всесоюзный научно-исследовательский институт по сбору,
подготовке и транспорту нефти и нефтепродуктов
(ВНИИСПТнефть)

УТВЕРЖДЕНА
Заместителем Министра
нефтяной промышленности
Э.М.Халимовым
5 декабря 1979 г.

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ РЕАГЕНТА АНП-2 В НЕФТЕПРОМЫСЛОВЫХ СРЕДАХ

РД 39-3-284-79

Уфа - 1980

Данный метод основан на экстракции органическим растворителем окрашенного комплекса, образованного АНП-2 с красителем бромкрезоловым зеленым, и дальнейшем калориметрировании его.

Методика позволяет быстро и точно определять реагент АНП-2 в нефтепромысловых средах при использовании его в качестве деэмульгатора и ингибитора.

Методика разработана в лаборатории защиты от микробиологической коррозии ВНИИСПТнефть старшим научным сотрудником Липович Р.Н. и младшим научным сотрудником Кудриной Г.Д.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИКА ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ РЕАГЕНТА АНП-2 В НЕФТЕПРОМЫСЛОВЫХ СРЕДАХ

РД 39-3-284-79

Приказом Министерства нефтяной промышленности от 12.12.79 № 611
Срок введения установлен с 01.02.80.

Вводится впервые

Данная методика позволяет определять содержание реагента АНП-2 в нефтепромысловых сточных водах фотометрическим методом с использованием кислотного красителя бромкрезолового зеленого.

Методика предназначена для инженерно-технических и производственных работников, применяющих реагент АНП-2 в нефтепромысловой практике в качестве деэмульгатора и ингибитора коррозии в присутствии сероводорода.

I. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

I.I. АНП-2 - жидкость темно-коричневого цвета, обладает свойствами катионоактивного ПАВ. Хорошо растворяется в воде. Общая формула $C_{15}H_{31}NH_2HCl$. Удельный вес при 20°С - 0,92 г/см^3 ; температура застывания + 4°С; температура разложения + 125°С.

I.2. АНП-2 представляет собой производное первичного амина и относится к классу органических оснований. Специфичными реагентами для анализа соединений такого типа являются некоторые кислотные красители, образующие при взаимодействии с аминами, окрашенные продукты, нерастворимые в воде и растворимые в органических растворителях. Концентрацию вещества определяют фотометрически.

I.3. Настоящая методика позволяет определять содержание реагента АНП-2 в нефтепромысловых сточных водах с достаточно высокой точностью, причем присутствие неионогенных ПАВ и других примесей, встречающихся в этих водах, а также минерализация, не влияют на результаты определения.

I.4. АНП-2 при взаимодействии в водном растворе с кислотным красителем бромкрезоловым зеленым образует окрашенное в желтый цвет соединение, нерастворимое в воде и растворимое в органических растворителях. Интенсивность окраски раствора прямо пропорциональна содержанию реагента и определяется фотометрически. Продолжительность анализа I5 минут; открываемый минимум - 0, 005 мг/мл.

2. ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

2.I. Для определения содержания реагента АНП-2 в нефтепромысловых средах необходимо следующее оборудование:

электрофотоколориметр ФЭК-М (или любой другой марки);

делительные воронки с притертыми пробками на I00 мл;

колбы мерные на I00 мл;

воронки конические;

пипетки разные.

2.2. Реактивы и растворы:

кислота лимонная по ГОСТ 3652-69, 2%-ный раствор;

натрий фосфорнокислый двузамещенный по ГОСТ II773-76, 7%-ный раствор (безводный);

цитратный буферный раствор, готовят следующим образом: I00 мл 2%-ного раствора лимонной кислоты смешивают с 85 мл 7%-ного раствора двузамещенного фосфорнокислого натрия;

стандартный раствор реагента АНП-2 готовят следующим обра-

зом: навеску реагента Iг., взвешенную с точностью 0,0004 г., вносят в мерную колбу на I00 мл, доливают дистиллированную воду до метки и тщательно перемешивают. I0 мл этого раствора переносят в мерную колбу емкостью I00 мл и доводят до метки соответствующим раствором NaCl . Готовый стандартный раствор содержит I мг/мл АНП-2. Необходимо использовать всегда свежеприготовленный стандартный раствор. Готовят его из каждой новой партии.Концентрацию товарного продукта условно принимают за I00%;

бромкрезоловый зеленый, готовят следующим образом: 0,I г. красителя растворяют в I0 мл этилового спирта и 40 мл дистиллированной воды, тщательно перемешивают;

хлороформ по ГОСТ 20015-74;

натрий хлористый по ГОСТ 4233-77 (плотность раствора должна соответствовать плотности анализируемой сточной воды).

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ АНП-2 В СТОЧНОЙ ВОДЕ

3.I. Построение градуировочного графика

Готовят растворы сравнения. Для этого в мерные колбы вместимостью I00 мл каждая помещают I-I0 мл стандартного раствора с интервалом 2 мл, доводят объемы до метки раствором хлористого натрия (соответствующей минерализации) и тщательно перемешивают. Затем отбирают по 2 мл этих растворов в ряд делительных воронок, приливают в каждую воронку последовательно 5 мл буферного раствора, тщательно перемешивают, прибавляют по 0,5 мл раствора красителя и снова перемешивают в течение 3 минут. После чего смесь экстрагируют хлороформом порциями по 2 мл, каждый раз энергично встряхивая.

Одновременно готовят контрольный раствор, не содержащий реагент АНП-2,но все компоненты берут в удвоенном количестве.

Экстракцию продолжают до получения бесцветного раствора хлороформа (обычно 3-4 экстракции).

Желтый хлороформенный экстракт собирают в градуированные пробирки, доводят объем хлороформом до 10 мл, закрывают притертой пробкой, перемешивают и фильтруют через небольшой бумажный фильтр, вложенный в маленькую воронку.

Фильтрат фотометрируют, замеряя значение оптической плотности его по отношению к фильтрату контрольного раствора при длине волны 440 нм (синий светофильтр), в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абцисс концентрацию АНП-2 в мг, а по оси ординат соответствующее значение оптической плотности.

3.2. Ход определения

Для анализа отбирают в делительную воронку определенное количество сточной воды (5-10 мл) так, чтобы предполагаемое содержание АНП-2 не превышало 0,1 мг. Если нужно пробу разбавляют. Далее приливают 5 мл цитратного буферного раствора, перемешивают, прибавляют 0,5 мл раствора бромкрезолового зеленого и снова перемешивают в течение 3 минут. После чего смесь экстрагируют хлороформом порциями по 2 мл, каждый раз энергично встряхивая.

Экстракцию продолжают до получения бесцветного раствора хлороформа.

Желтый хлороформенный экстракт собирают в градуированную пробирку, доводят объем хлороформом до 10 мл, закрывают притертой пробкой, перемешивают и фильтруют через бумажный фильтр, вложенный в маленькую воронку.

Фильтрат фотометрируют, замеряя значение оптической плотности по отношению к фильтрату контрольного раствора, приготовлен-

ного одновременно так же, как при построении градуированного графика. Для контрольной пробы используют ту же сточную воду, но без реагента АНП-2. Если нет возможности отобрать такую пробу, можно использовать раствор хлористого натрия соответствующей минерализации.

По полученному значению оптической плотности, пользуясь графиком, находят содержание в исследуемой сточной воде.

Окраска устойчива в течение нескольких часов.

Содержание реагента АНП-2 (х) в мг/л вычисляют по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где C - найденное по графику количество АНП-2 в мг;

V - объем пробы, взятой для определения, мл;

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение из двух параллельных определений.

М Е Т О Д И К А

определения содержания реагента АПН-2
в нефтепромысловых средах

РД 39-3-284-79

Издание ВНИИСПТнефти
450055, г.Уфа,пр.Октября, 144/3
Редактор Л.Д.Чернышева

Подписано к печати 18.03.1980г. П03204
Формат 90х16 Уч.-изд.л. 0,4. Тираж 100 экз.
Цена 3 коп. Заказ 62
Ротапринт ВНИИСПТнефти

gost.e-ecolog.ru