МИНИСТЕРСТВО НЕФТЯНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

ВНИИСПТнефть

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИКА ПОДБОРА ИНГИБИТОРОВ ОТЛОЖЕНИЯ СОЛЕЙ ДЛЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ ПОДГОТОВКИ НЕФТИ

РД 39-1-641-81

1982

gost.e-ecolog.ru

Министерство нефтяной промышленности

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

УТВЕРЖДЕНА

первым заместителем министра нефтяной промышленности

В.И. Игревским
15 декабря 1981 г.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

М Е Т О Д И К А

ПОДБОРА ИНГИБИТОРОВ ОТЛОЖЕНИЯ СОЛЕЙ ДЛЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ ПОДГОТОВКИ НЕФТИ

РД 39-1-641-81

1982

Данная Методика предназначена для руководства по исследованиям свойств и подбору реагентов для предупреждения солевых отложений в аппаратах установок обезвоживания и обессоливания нефти. С учетом особенностей промысловой подготовки нефти в Методике изложен комплекс показателей, по которым производится отбор ингибитора, рассмотрена схема испытаний и подбора оптимального ингибитора солевых отложений, даны описания методов испытаний.

„Методика подбора ингибиторов отложения солей для технологических процессов подготовки нефти" разработана сотрудниками лаборатории "Подготовки нефти и воды на промыслах": заведующим лабораторией, к.х.н. Поздышевым Г.Н., заведующим сектором Емковым А.А. старшим научным сотрудником Пановым В.А. и младшим научным сотрудником Комлевой Л.А.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

Методика подбора ингибиторов отложения солей для технологических процессов подготовки нефти

РД 39-I-64I-8I

Вводится впервые

Приказом Министерства нефтяной промышленности от 22 декабря 1981г. № 699

Срок введения установлен с I.02.1982 г.

Срок действия до I.0I.1986 г.

Настоящий руководящий документ включает специальный комплекс лабораторных исследований реагентов, предназначенных в качестве ингибиторов отложения солей.

Основными целями методики являются:

упорядочение подбора оптимального ингибитора для предотвращения солевых отложений в технологическом оборудовании подготовки нефти;

унификация определения основных технологических свойств ингибиторов;

определение целесообразности опытно-промышленных испытаний новых ингибиторов.

Методика распространяется на исследования и подбор импортных и отечественных ингибиторов, выпускаемых промышленностью, а также на исследования новых ингибиторов. С помощью методики могут быть исследованы и подобраны ингибиторы отложений сульфата и карбоната кальция, а также сульфата бария.

I. ОБЩАЯ СХЕМА ПОДБОРА ИНГИБИТОРОВ СОЛЕВЫХ ОТЛОЖЕНИЙ

I.I. По известным ГОСТам, ТУ, проспектам или способам получения реагентов собирается априорная информация о химической природе исследуемых реагентов. К испытаниям допускаются

реагенты, ранее известные в качестве ингибиторов отложения солей;

реагенты, которые по своей химической природе могут быть потенциальными ингибиторами солевых отложений (низкомолекулярные поликарбоновые кислоты, полимеры и сополимеры карбоновых кислот типа акриловой или малеиновой, производные сульфокислот, неионогенные полифосфаты, органические производные фосфорной и фосфоновой кислот, композиций перечисленных химических соединений).

I.2. Оценка пригодности реагентов для защиты технологического оборудования подготовки нефти производится на основании следующего комплекса лабораторных испытаний (табл.I).

Таблица I

Наименование испытания	Требования к показателям назначения	Примечание
I	2	3
Оценка агрегатного состояния	Допускаются только порошкообразные вещества и жидкости	
	Не допускаются пастообразные вещества и расслаивающиеся жидкости	см.п.2 и п.3
	Жидкости не должны содержать крупных взвешенных и оседающих примесей	
	Температура застывания жидких реагентов - не выше минус 40°С	

I	2	3
Определение содержания нерастворимых в воде примесей	Допускаются только растворимые в воде реагенты. Содержание нерастворимых примесей - не более I%	см.п.4
Определение принадлежности к ингибиторам солевых отложений	Величина индукционного периода появления твердой фазы в пересыщенном растворе осадкообразующей соли - не менее I0 мин.	см.п.5
Определение совместимости с пластовой водой	Полная совместимость с пластовой водой данного месторождения без расслаивания системы и образования осадка	см.п.6
Оценка ингибирующей активности	Уменьшение скорости образования осадка на поверхности нагрева не менее 80% при дозировке ингибитора не выше I0 мг/л.	см.п.7
Определение коррозионной активности	Скорость коррозии стали Х I8 Н9Т (плунжеры дозировочных насосов) и стали 3 (емкости и трубопроводы) в рабочем растворе ингибитора - не более 0,I0 мм/год	см.п.8
Исследование влияния на качество подготовки нефти	В присутствии деэмульгатора ингибиторы не должны увеличивать содержание воды и солей при подготовке нефти данного месторождения	см.п.9
Испытание на термическую стабильность	Сохранение эффективности действия ингибитора при нагреве его рабочего раствора до I30°С	см. п. I0

I.3. Испытания реагентов на соответствие показателям назначения проводятся в порядке их перечисления в табл.I.

I.4. Реагент, не удовлетворяющий хотя бы одному из указанных требований, исключается из последующих испытаний.

I.5. В процессе испытаний устанавливается принадлежность реагента к классу ингибиторов солевых отложений, его специфичность действия на определенный вид отложений, ингибирующая активность и свойство совместимости с пластовыми водами конкретного месторождения, концентрация рабочего раствора и его дози-

ровка и другие технологические свойства.

I.6. На основании полного соответствия свойств реагента указанным требованиям выносится заключение о целесообразности его предъявления к опытно-промышленным испытаниям[x].

2. ОТБОР ПРОБ

2.I. Отбор проб порошкообразных реагентов, выпускаемых промышленностью, производится следующим образом:

разовые пробы из каждого мешка отбирают щупом, погружая его на 3/4 глубины мешка по вертикальной оси. Отобранные разовые пробы объединяют в общую пробу, тщательно перемешивают, высыпают на ровную твердую поверхность, разравнивают в виде квадрата со сторонами 0,5 х 0,5 или I,0 х I,0 м (в зависимости от объема общей пробы). Квадрат делят линейкой по диагоналям на четыре части, объединяют две противоположные четверти, вновь разравнивают и делят на четыре части, и так поступают до тех пор, пока масса средней пробы не будет составлять I кг. Отобранную среднюю пробу помещают в сухую чистую банку, которую плотно закрывают. На банку наклеивают этикетку со следующими обозначениями: наименование продукта, наименование предприятия-изготовителя, номер партии и дата отбора пробы.

2.2. Отбор проб жидких реагентов производится по ГОСТ 2517-80.

---

x) К опытно-промышленным испытаниям каждый новый реагент должен дополнительно получить соответствующее заключение организаций Минздрава и Миннефтехимпрома СССР.

3. ОЦЕНКА АГРЕГАТНОГО СОСТОЯНИЯ

3.I. Соответствие внешнего вида реагента техническим требованиям (см.табл.I) устанавливается визуальным осмотром отобранной пробы. К испытаниям допускаются только порошкообразные вещества и нерасслаивающиеся жидкости. В жидкостях не должно быть крупных взвешенных и оседающих частиц.

3.2. Расслаиваемость жидких реагентов устанавливается непосредственно при отборе проб жидких реагентов. Для этого в бочку опускают стеклянную трубочку диаметром 8–I0 мм, закрывают верхний конец трубки, извлекают трубку из бочки, закрывают пробкой нижний конец трубки. Наружные стенки трубки очищают ветошью или фильтровальной бумагой и визуально наблюдают наличие или отсутствие расслоения реагента.

Расслоение ранее отобранной средней пробы жидкого реагента устанавливают аналогичным путем после суточного отстаивания пробы при комнатной температуре. К испытаниям допускаются только нерасслаивающиеся жидкости.

3.3. Для жидких реагентов определяется температура застывания по ГОСТ 20287-74 (метод Б). Реагент считается удовлетворяющим требованиям, если его температура застывания не выше $-40^{\circ}C$.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕРАСТВОРИМЫХ В ВОДЕ МЕХПРИМЕСЕЙ

4.I. Оборудование и реактивы

Весы аналитические типа ВЛО 200 г – Iа по ГОСТ I3268-74

Шкаф сушильный по ГОСТ 7365-55

Стакан химический на 0,5 л по ГОСТ I0394-72

Фильтры бумажные по ГОСТ I2026-76

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72

Тигель стеклянный фильтрующий типа ТФ по ГОСТ 9775-69

4.2. Проведение анализа

25 г реагента в его товарной форме взвешивают на аналитических весах, помещают в химический стакан и растворяют в 300 $см^3$ дистиллированной воды (к испытанию допускаются только водорастворимые реагенты). Стакан с раствором нагревают на плитке до кипения при частом перемешивании. Полученный раствор фильтруют в мерную колбу на 500 $см^3$ через бумажный фильтр "черная лента" или через фильтрующий тигель. Остаток на фильтре промывают несколько раз горячей водой. Фильтр или фильтрующий тигель с промытым нерастворимым остатком высушивают до постоянной массы в сушильном шкафу при 105-110°С.

Содержание нерастворимого в воде остатка вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где X - содержание нерастворимых в воде примесей, %;

m_1 - масса остатка после высушивания, г;

m - масса навески ингибитора, г.

Ингибитор считается удовлетворяющим требованиям, если содержание в нем нерастворимых в воде примесей не превышает 1%.

Фильтрат в колбе объединяют с промывными водами, охлаждают до комнатной температуры, доводят объем до 0,5 л водой и используют для дальнейших испытаний по п.п. 5-7.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПРИНАДЛЕЖНОСТИ РЕАГЕНТА К ИНГИБИТОРАМ ОТЛОЖЕНИЯ СОЛЕЙ

5.I. Сущность метода

Метод основан на определении времени появления твердой фазы осадкообразующей соли ($CaCO_3$, $CaSO_4$ или $BaSO_4$) в ее пересыщенном растворе. Время появления твердой фазы в пересыщенном растворе принято называть индукционным периодом. В рассматриваемом методе последний находится по изменению во времени коэффициента светопропускания пересыщенного раствора, определяемого оптическим методом.

5.2. Оборудование

Лабораторный фотоэлектрический абсорбциометр-нефелометр типа ЛМФ-69.

Прибор-самописец типа КСП-4 по ГОСТ 7I64-78.

Пипетки мерные на 20 и I00 $см^3$ по ГОСТ I770-74.

Цилиндры мерные на 20 и I00 $см^3$ по ГОСТ I770-74.

5.3. Реактивы

Кальций хлористый по ГОСТ 4460-77.

Барий хлористый по ГОСТ 4I08-72.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77.

Натрий сернокислый по ГОСТ 6053-77.

Растворы исследуемых реагентов (0,I г/л).

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

5.4. Подготовка приборов

Прибор ЛМФ-69, переключенный на измерение в режиме светопропускания, и прибор-самописец включают в сеть и прогревают в

течение 30 мин. Производят настройку шкалы прибора самописца. Для этого в химический стакан наливают дистиллированную воду и при закрытой шторке фотоэлектроколориметра устанавливают "нуль" шкалы самописца, после чего шторку открывают и устанавливают стрелку прибора-самописца на деление "100", соответствующее 100%-ному светопропусканию. При этом используется красный светофильтр (λ = 610 нм).

5.5. Проведение испытания

В химический стакан, помещенный в кюветный отсек прибора ЛМФ-69, заливают последовательно дистиллированную воду, растворы: исследуемого реагента, углекислого натрия (или сернокислого натрия), хлористого натрия, включают магнитную мешалку прибора и добавляют раствор хлористого кальция (или хлористого бария). Объемы заливаемых растворов и их концентрация приведены в табл.2. Полный объем смеси растворов и воды в стакане должен составлять 100см^3. Указанный в табл.2 объем исследуемого реагента в см^3 соответствует расходу в мг/л.

Таблица 2

Наименование растворов и их концентрация г-экв/л	Объем растворов в см^3 при определении селективности действия реагента на кристаллизацию соли		
	$CaCO_3$	$CaSO_4$	$BaSO_4$
Натрий углекислый 0,05	20	-	-
Натрий хлористый 4,00	5	-	15
Натрий сернокислый 1,00	-	20	-
Натрий сернокислый 0,05	-	-	2
Кальций хлористый 4,00	-	5	-
Кальций хлористый 0,05	20	-	-
Барий хлористый 0,05	-	-	2
Растворы ингибиторов 0,1 г/л	0-50	0-50	0-50
Вода дистиллированная	5-55	25-75	31-81

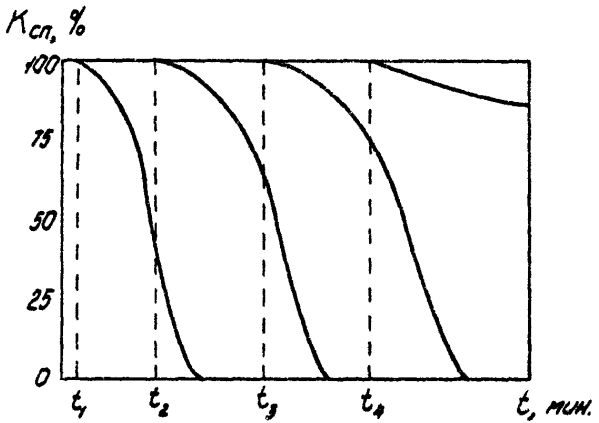

Рис.I. Определение индукционного периода по кривой изменения коэффициента светопропускания:

t_1 - индукционный период без ингибитора;

t_2, t_3, t_4 - с ингибиторами

После добавления раствора хлористого кальция (бария) производится запись кривой изменения коэффициента светопропускания во времени. Характерные виды кривых показаны на рис.I. На начальных участках кривых коэффициент светопропускания есть величина постоянная (IOO%). По месту излома кривой определяют конец индукционного периода. Для принятых моделей пересыщенных растворов (табл.2) индукционный период кристаллизации карбоната кальция в опытах без ингибитора равен 0,5 мин., сульфата кальция - I,5 мин., сульфата бария - - 2,5 мин.

Если индукционный период в присутствии реагента превышает IO минут, то следует считать, что данный реагент является ингибитором образования осадка данной соли жесткости.

Из этих же опытов устанавливается минимальная дозировка реагента (т.е. концентрация, при которой индукционный период превышает IO минут).

По данным испытания выносится заключение о селективности или универсальности ингибирующего действия реагента по отношению к конкретному виду осадкообразующей соли.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОВМЕСТИМОСТИ ИНГИБИТОРА С ПЛАСТОВОЙ ВОДОЙ

6.I. Сущность метода

Совместимость реагента с пластовой водой данного месторождения определяется путем ее смешения с растворами ингибитора различной концентрации. При несовместимости ингибитора с пластовой водой раствор мутнеет или в нем возникает вязкий гель.

6.2. Оборудование и реактивы

Воронка делительная

Весы технические

Стаканы химические на 100 см^3 по ГОСТ 10394-72

Пипетки с делениями на 2 см^3 по ГОСТ 20292-74Е

Цилиндр мерный на 100 см^3 по ГОСТ 1770-74

Хлороформ по ГОСТ 20015-74

Фильтры бумажные по ГОСТ 12026-76

Исследуемые ингибиторы

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

6.3. Подготовка пластовой воды

Образец пластовой воды освобождают от нефти и механических примесей. Для этого нефть из воды экстрагируют хлороформом в делительной воронке в соотношении 10:1 (вода : хлороформ), отстаивают в течение 30 мин., отделяют хлороформ, а водную часть фильтруют через бумажный фильтр.

6.4. Ход испытания

Навески ингибитора 0,5; 1; 1,5; 2,5 и 5 г переносят в пять химических стаканов емкостью по 100 см^3.

К навескам ингибитора добавляют соответственно 9,5; 9,0; 8,5; 6,5 и 5 см^3 дистиллированной воды. Сумма навески ингибитора и добавленной дистиллированной воды должна составлять 10,0 г. К полученным растворам ингибиторов (5, 10, 15, 25 и 50%) приливают по 40 см^3 пластовой воды, перемешивают, дают постоять 3 часа и наблюдают за изменением вида раствора. Если смесь раствора ингибитора данной концентрации с пластовой водой не мутнеет или не выделяет гель, то следует считать, что

данный ингибитор при данной концентрации совместим с пластовой водой.

Из этого опыта устанавливается также начальная концентрация рабочего раствора, которую следует рекомендовать для промышленных испытаний. При выборе последней также учитываются возможности дозировочного оборудования (марки и производительность дозировочных насосов, производительность установки и т.д.), имеющегося на установке подготовки нефти.

7. ОЦЕНКА ИНГИБИРУЮЩЕЙ АКТИВНОСТИ

7.I. Сущность метода

Ингибирующая активность определяется по изменению скорости образования солевого осадка на поверхности трубчатого электронагревателя в присутствии ингибитора и сравнением с данным контрольного опыта (без ингибитора). Для этого электронагреватель помещают в стеклянный кожух, через который циркулирует модельный раствор, содержащий соль жесткости (сернокислый или двууглекислый кальций). Скорость образования осадка рассчитывается по изменению массы электронагревателя до и после испытания. Выбор вида модельного раствора, содержащего соль жесткости, определяется природой солевого осадка, образующегося в теплообменном оборудовании установки подготовки нефти[x)].

7.2. Оборудование

Термостат водяной любого типа (например, *U*-8, *U*-I0)

Регулировочный автотрансформатор на I0А

---

x) Определяется по данным химического анализа осадка, отобранного при вскрытии аппарата. Анализ производится по ГОСТ 23260-78, ГОСТ 3210-77.

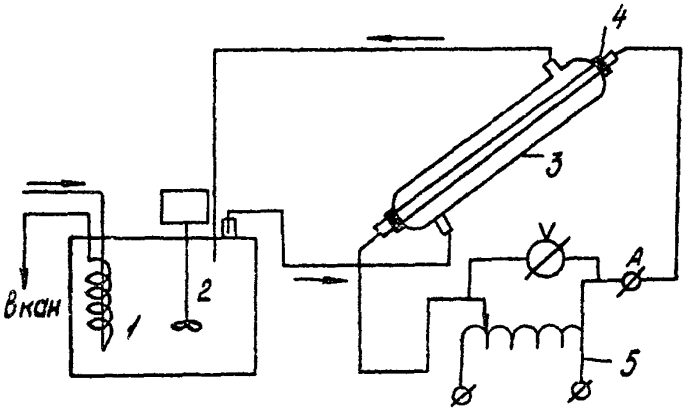

Рис. 2. Схема установки для определения ингибирующей активности:
I - термостат
2 - мешалка
3 - стеклянный кожух
4 - электронагреватель
5 - регулятор напряжения

Вольтметр

Амперметр

Ротаметр

Цилиндры мерные на 100, 500 и 2000 $см^3$ по ГОСТ 1770-74

Трубчатый электронагреватель типа ТЭН, жидкостный на 110 в, длиной 350-380 мм и диаметром 12-14 мм по ГОСТ 13268-74

Весы технические

Кожух стеклянный

7.3. Реактивы

Кальций хлористый по ГОСТ 4460-77

Натрий сернокислый по ГОСТ 6053-77

Натрий хлористый по ГОСТ 4233-77

Натрий двууглекислый по ГОСТ 2156-76

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72

Исследуемые ингибиторы

7.4. Проведение испытания

Собирают установку, состоящую из термостата, ротаметра, стеклянного кожуха с электронагревателем и лабораторного регулировочного автотрансформатора, вольтметра и амперметра по схеме рис.2. Электронагреватель предварительно зачищают наждачной бумагой с зернистостью абразива от 24 до 38 и взвешивают на технических весах. В термостат заливают дистиллированную воду, включают насос, после чего последовательно заливают растворы двууглекислого натрия или сернокислого натрия (в зависимости от отложений в аппарате), хлористого натрия, ингибитора и в последнюю очередь - раствор хлористого кальция. Объемы смешиваемых растворов приведены в табл.3. Во избежание выпадения осадка карбоната кальция в объеме следует внимательно

но следить за чистотой рабочих растворов. При появлении в объеме рабочего раствора осадка его следует профильтровать или же приготовить свежий раствор. Раствор хлористого кальция перед заливкой в термостат предварительно разбавляется дистиллированной водой в 8-I0 раз. Суммарный объем раствора в термостате должен составлять 8 л.

Таблица 3

Наименование растворов и их концентрация, г-экв/л	Объемы сливаемых растворов и концентрация реактива при оценке ингибирования			
	карбоната кальция		сульфата кальция	
	Объем, $см^3$	Концентрация реактива в термостате, мг-экв/л	Объем, $см^3$	Концентрация реактива в термостате, мг-экв/л
Натрий двууглекислый,I	80	I0	-	-
Натрий хлористый,4	400	200	4000	2000
Натрий сернокислый,I	-	-	848	I06
Кальций хлористый,4	20	I0	2I2	I06
Раствор ингибитора,Iг/л	0-400	0-50	0-400	0-50
Вода дистиллированная	7I00-7500	-	2560-2960	-

После двухминутного перемешивания жидкости в термостате раствор прокачивают через стеклянный кожух с электронагревателем и измеряют расход с помощью ротаметра. Расход должен находиться в пределах 40 ± 3 $см^3/с$.

Через регулировочный автотрансформатор на электронагреватель подают нагрузку I500 ватт.

Контроль нагрузки проводится по величине напряжения и силы тока. Температура раствора в камере термостата должна поддерживаться на уровне $50\pm I^{\circ}C$ и регулируется путем изменения

расхода охлаждающей воды, подаваемой из водопровода в змеевик термостата. Полное время испытания с момента подачи нагрузки на электронагреватель должно составлять 5,5 часов.

По окончании испытания электронагреватель выключают из сети, выключают насос термостата, сливают раствор из кожуха, нагреватель извлекают из кожуха, промывают слабой струей водопроводной воды и сушат в сушильном шкафу при температуре I05°С в течение 30 минут, после чего взвешивают.

Эффективность действия ингибитора отложения солей рассчитывают по формуле

$$Э = (1 - \frac{P}{P_0}) \cdot 100\%,$$

где P - масса осадка, полученного в присутствии данного ингибитора, г;

P_0 - масса осадка, полученного в контрольном опыте, г.

Ингибитор считается эффективным, если величина $Э$ превышает 80% при расходе не выше I0 мг/л.

8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОРРОЗИОННОЙ АКТИВНОСТИ

8.I. Сущность метода

Коррозионную активность ингибиторов солевых отложений определяют по уменьшению массы контрольных образцов, погруженных в рабочие растворы ингибиторов. Концентрация рабочего раствора устанавливается в соответствии с п.6.

Контрольные образцы изготавливаются из тех же материалов, что и оборудование, подвергающихся воздействию рабочих растворов ингибиторов (плунжеры дозировочных насосов - из стали Х18Н9Т, емкости и трубопроводы - из стали 3).

8.2. Оборудование и материалы

Весы аналитические типа ВЛО 200 г - I по ГОСТ I3268-74
Цилиндр мерный на I л по ГОСТ I770-74
Лента холоднокатаная по ГОСТ 503-7I из стали 3 и стали XI8H9T
Эксикаторы по ГОСТ 6371-73
Наждачная бумага по ГОСТ 6456-75
Кислота серная по ГОСТ 4204-77
Аммоний лимоннокислый по ГОСТ 7234-79
Тиомочевина по ГОСТ 6344-73
Кислота соляная по ГОСТ 857-78
Уайт-спирит по ГОСТ 3134-78
Кальция окись по ГОСТ 8677-76
Магния окись по ГОСТ 4526-75
Растворы ингибиторов
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72

8.3. Контрольные образцы для испытаний изготавливаются из холоднокатаной ленты стали 3 и XI8H9T, размеры 20х25х0,5 мм. Для подвески образцов возле одной из сторон на расстоянии 2-3 мм от края сверлится отверстие диаметром 3 мм. Образец около отверстия маркируется цифровыми клеймами. Размеры образцов по длине и ширине выдерживают с точностью до I мм.

Поверхность образцов не должна иметь следов ржавчины, царапин, заусениц и других дефектов. Острые края образцов должны быть сглажены наждачной бумагой с зернистостью абразивного материала от 24 до 36.

8.4. Подготовка к испытаниям

Подготовка металлических образцов должна проводиться в следующей последовательности:

снять консервирующую смазку с поверхности металла уайт-спиритом ;

тщательно обезжирить поверхность образцов кашицей из смеси окиси кальция и окиси магния (I:I) ;

поместить образцы на I мин в I0%-ный раствор соляной кислоты ;

промыть образцы в проточной водопроводной воде ;

осушить поверхность фильтровальной бумагой, завернуть образцы в сухую фильтовальную бумагу, выдержать не менее I часа в эксикаторе с влагопоглотителем (например, с хлористым кальцием) ;

взвесить образцы на аналитических весах с точностью до четвертого знака.

8.5. Проведение испытаний

В стеклянный сосуд наливают 700 $см^3$ рабочего раствора ингибитора и погружают в него контрольные образцы, подвешенные на капроновых лесках Образцы должны быть полностью погружены в раствор и не должны соприкасаться друг с другом.

Через 30 суток образцы вынимают из раствора, промывают в проточной водопроводной воде. Продукты коррозии удаляют травлением образцов в течение 5 мин при комнатной температуре в растворе следующего состава , г/л :

серная кислота	- 84
аммоний лимоннокислый	- I00
тиомочевина	- I0
вода дистиллированная	- до I л

Остатки травильного раствора с образцов удаляют промывкой в водопроводной, а затем в дистиллированной воде. Влагу с образцов удаляют фильтровальной бумагой. Образцы заворачивают в сухую

фильтровальную бумагу, переносят в эксикатор и выдерживают в нем в течение I часа.

Высушенные в эксикаторе образцы осматривают на наличие язв и питтингов, после чего взвешивают на аналитических весах с точностью до четвертого знака.

Скорость коррозии (проникновения коррозии в глубину металла) определяют по формуле

$$\Pi = \frac{\Delta m}{\delta \cdot S \cdot r},$$

где Π - скорость коррозии, мм/год;

Δm - потеря массы, г;

δ - плотность металла, г/мм^3;

S - площадь поверхности образца, мм^2;

r - продолжительность испытания, год.

Ингибитор должен считаться выдержавшим испытание, если на поверхности образца отсутствуют язвы и питтинги, а скорость коррозии стали в рабочем растворе не превышает 0,I0 мм/год (5-й балл коррозионной стойкости по ГОСТ I38I9-68).

9. ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ИНГИБИТОРОВ ОТЛОЖЕНИЯ СОЛЕЙ НА КАЧЕСТВО ПОДГОТОВКИ НЕФТИ

9.I. Сущность метода

Влияние ингибиторов отложения солей на качество подготовки нефти определяют по изменению содержания солей и воды в нефти данного месторождения, для чего нефть обрабатывают смесью ингибитора и деэмульгатора.

9.2. Оборудование и реактивы

Термостатируемый сосуд

Делительные воронки

Пипетки по ГОСТ 1770-74

Цилиндры мерные на 100 $см^3$ по ГОСТ 1770-74

Шкаф сушильный по ГОСТ 7365-55

Аппарат для количественного определения содержания воды в нефтяных, пищевых и других продуктах по ГОСТ 1594-69 Е.

Термостат водяной любого типа с терморегулятором

Растворы деэмульгаторов 0,1%

Растворы ингибиторов отложения солей, 1 г/л

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72

9.3. Ход испытания

В термостатируемые сосуды емкостью 100 $см^3$ заливают по 95 $см^3$ нефти. В химические стаканы емкостью 10 $см^3$ наливают дистиллированную воду, по 1 $см^3$ 0,1% раствора деэмульгатора и 0,1-0,5 - 1 $см^3$ раствора ингибитора. Полный объем смеси в стаканчиках должен составлять 5 $см^3$. Растворы в стаканчиках тщательно перемешивают и выливают в термостатируемые сосуды с нефтью. Смесь в сосудах перемешивают при частоте вращения мешалки в 10 $с^{-1}$ в течение 30 мин при температуре 60°С. Полученную смесь выливают в делительные воронки и выдерживают в шкафу при температуре 60°С в течение 1 часа. После этого отстоявшуюся воду отделяют, а в нефти определяют содержание хлористых солей потенциометрическим титрованием по ГОСТ 21534-76 и содержание воды по ГОСТ 2477-65.

Аналогично выполняют контрольный опыт (без ингибитора) с добавкой только реагента-деэмульгатора.

Содержание солей и воды в нефти, получившееся при добавке ингибитора, сравнивают с результатами контрольного опыта и выносят соответствующее заключение о влиянии ингибитора на ка-

чество подготовки нефти. Ингибитор не должен увеличивать содержания солей и воды в нефти по сравнению с контрольным опытом.

IO. ИСПЫТАНИЕ НА ТЕРМИЧЕСКУЮ СТАБИЛЬНОСТЬ

IO.I. Сущность метода

В основу испытания положено определение ингибирующей активности водного раствора реагента после его термической обработки.

IO.2. Оборудование и реактивы

Автоклав типа ГК-IOI
Колбы конические на IOO $см^3$ по ГОСТ IO394-72
Цилиндры мерные на IOO $см^3$ по ГОСТ I770-74
Растворы ингибиторов, I г/л

IO.3. Ход испытания

IOO мл раствора ингибитора концентрации I г/л наливают в коническую колбу емкостью IOO мл и помещают в камеру автоклава. Закрывают камеру крышкой и создают давление $3 \cdot IO^5$ Па, после чего включают нагрев и доводят температуру до I30°С. Выдерживают раствор при I30°С в течение 3 часов, после чего нагрев выключают и температуру постепенно снижают до комнатной. Постепенно сбрасывают давление до атмосферного. Извлекают колбу с раствором из камеры автоклава и определяют ингибирующую активность по п.7.

Ингибитор следует считать термостабильным, если после его термической обработки эффективность действия превышает 80%.

II. ЗАКЛЮЧЕНИЕ О РЕЗУЛЬТАТАХ ИСПЫТАНИЙ

Вывод об ингибирующих и других технологических свойствах реагента, предназначенного для защиты технологического оборудования подготовки нефти от солевых отложений, делается на основании выполнения всех видов испытаний по п.п. 3-10 и соответствия полученных результатов требованиям, указанным в табл.I.

По результатам испытаний составляются протокол и акт лабораторных испытаний по установленной форме (см.,например, ОСТ 39.004-80) с выводом о целесообразности (или нецелесообразности) проведения опытно-промышленных испытаний данного реагента.

СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
I. Общая схема подбора ингибиторов солевых отложений	4
2. Отбор проб	6
3. Оценка агрегатного состояния	7
4. Определение нерастворимых в воде мехпримесей	7
5. Определение принадлежности реагента к ингибиторам отложения солей	9
6. Определение совместимости ингибитора с пластовой водой	I2
7. Оценка ингибирующей активности	I4
8. Определение коррозионной активности	I8
9. Исследование влияния ингибиторов отложения солей на качество подготовки нефти	2I
IO. Испытание на термическую стабильность	23
II. Заключение о результатах испытаний	24

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

М Е Т О Д И К А
ПОДБОРА ИНГИБИТОРОВ ОТЛОЖЕНИЯ СОЛЕЙ ДЛЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ ПОДГОТОВКИ НЕФТИ
РД 39-I-64I-8I

ВНИИСПТнефть
450055, Уфа-55, просп.Октября,I44/3

Подписано в печать I8.02.82 П03I83
Формат 60х90 I/I6. Уч.-изд.л. I,2. Тираж 200 экз.
Заказ 47

Ротапринт ВНИИСПТнефти

gost.e-ecolog.ru