УТВЕРЖДАЮ
Первый Заместитель Министра
нефтяной промышленности
_____В.Ю.Филановский
"___"_____1985 г.

ЛИСТ УТВЕРЖДЕНИЯ

ВОДА ДЛЯ ЗАВОДНЕНИЯ НЕФТЯНЫХ ПЛАСТОВ.
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА В ПРОМЫСЛОВОЙ СТОЧНОЙ ВОДЕ

ОСТ 39- 191-85

Зам. директора ВНИИ П.М. Усачев

Заведующий отделом стандартизации В.С. Уголев

Заведующий отделом технологии добычи нефти В.И. Гусев

Заведующий лабораторией подготовки воды для систем ППД В.Г. Перевалов

Старший научный сотрудник И.И. Малкина

Старший научный сотрудник В.Н. Свирина

СОГЛАСОВАНО

Начальник Технического управления МНП
_____Ю.Н. Байдиков
"11" 10 1985 г.

См. на обороте

gost.e-ecolog.ru

СОГЛАСОВАНО

Начальник управления по
развитию техники, технологии
и организации добычи нефти и
газа МНП

письмо исх. N1-04 Л.Д. Чурилов

" 12 " 11 1985 г.

Начальник управления разработки
нефтяных и газовых месторождений
МНП

В.Е. Лещенко

" 16 1985 г.

Заместитель директора ВНИИОЭНГ

И.А. Десятников

" 14 " VII 1985 г.

УДК 628.3:546.72.06 Группа Н09 Л09

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ВОДА ДЛЯ ЗАВОДНЕНИЯ НЕФТЯНЫХ ПЛАСТОВ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА В ПРОМЫСЛОВОЙ СТОЧНОЙ ВОДЕ

ОСТ 39-191-85

ОКСТУ 0209

Введен впервые

Приказом Министерства нефтяной промышленности от "02" 12 1985 г. № 704 срок введения установлен с "01" 06 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на анализ промысловых сточных вод (в дальнейшем - вод), подготовленных для закачки в продуктивный коллектор с целью заводнения нефтяных пластов.

Стандарт устанавливает два метода определения содержания железа в воде - роданидный и сульфосалициловый.

Стандарт обязателен для всех предприятий и организаций Министерства нефтяной промышленности, осуществляющих исследования вод для закачки в продуктивный коллектор с целью заводнения нефтяных пластов.

## I. СУЩНОСТЬ МЕТОДОВ АНАЛИЗА

I.I. Роданидный метод основан на образовании окрашенных комплексных соединений при взаимодействии роданид-ионов аммония или калия с ионами трехвалентного железа в кислой среде.

Интенсивность окраски раствора пропорциональна концентрации железа. Концентрация железа 0,05–4,0 мг в I л воды определяют с точностью ± 0,05 мг без дополнительных операций (разбавление или концентрирование).

Интенсивность окраски измеряют на фотометре при длине волны света $\lambda$ = 450–500 нм.

При взаимодействии роданид-ионов с ионами двухвалентного железа раствор остается бесцветным.

I.2. Сульфосалициловый метод основан на образовании окрашенных комплексных соединений при взаимодействии сульфосалицилового реактива (сульфосалициловая кислота, сульфосалициловый натрий) с ионами железа. В кислых растворах окрашенное комплексное соединение дает только окисное железо. В щелочных растворах-как окисное, так и закисное. Интенсивность окраски раствора в щелочной среде пропорциональна общему содержанию железа.

Концентрации железа 0,I–I0 мг в I л воды определяют с точностью ± 0,I мг/л без дополнительных операций (разбавление, концентрирование).

Интенсивность окраски измеряют на фотометре при длине волны света: $\lambda$ = 420–430 нм при определении общего содержания железа, $\lambda$ = 480–500 нм при определении окисного железа.

I.3. При определении содержания железа с использованием фотометра строят калибровочную кривую. Построение калибровочной кривой осуществляют по рабочему раствору, который готовят из стандартного раствора железоаммонийных квасцов.

## 2. ОТБОР ПРОБ

2.1. Отбор проб воды производят через пробоотборный кран из трубопровода, по которому поступает вода, подготовленная для закачки в продуктивный коллектор. Пробу отбирать после свободного спуска воды из крана не менее 2 минут.

2.2. Пробы отбирать в стеклянные или полиэтиленовые емкости с пробками. Емкость мыть соляной кислотой и ополаскивать дистиллированной водой. Такой же обработке подвергать всю стеклянную посуду, используемую при выполнении анализа.

2.3. При отборе проб воды необходимо избегать контакта воды с воздухом. Для этого на пробоотборный кран надеть резиновый шланг со стеклянной трубкой на конце. Конец трубки должен доходить до дна емкости, в которую отбирается проба. Перед заполнением емкости пропустить через нее не менее двух объемов отбираемой воды.

2.4. Заполнение емкости производят под пробку. Наличие воздуха в емкости после её заполнения недопустимо.

2.5. Объем пробы для определения содержания железа не менее 500 мл.

2.6. При необходимости сохранения железа в той форме, в которой оно находится в воде, пробы воды подвергать стабилизации путем подкисления ацетатным буферным раствором или соляной кислотой до pH 4 по универсальной индикаторной бумаге.

2.6.1. Стабилизация форм железа ацетатным буферным раствором.

2.6.I.I. Приготовить ацетатный буферный раствор путем смешения равных объемов раствора уксусно-кислого натрия (68 г $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ в 500 мл $H_2O$) и раствора уксусной кислоты (I66,7 мл $CH_3COOH$ в расчете на I00% в 500 мл $H_2O$).

2.6.I.2. Во взятую пробу воды пипеткой, введенной до дна емкости, прибавить 3-5 мл буферного раствора на каждые I00 мл пробы, емкость закрыть пробкой и тщательно перемешать.

2.6.2. Стабилизация форм железа соляной кислотой.

2.6.2.I. Приготовить раствор соляной кислоты путем растворения 8,4 мл соляной кислоты плотностью I,I9 г/см$^3$ в небольшом количестве дистиллированной воды, помещенной в мерную колбу вместимостью I00 мл. Затем объем раствора довести до метки дистиллированной водой.

2.6.2.2. Определить количество раствора соляной кислоты, которое необходимо ввести в емкость с отобранной пробой воды, по предварительному подкислению дополнительно отобранной пробы воды.

2.6.2.3. Во взятую пробу воды пипеткой, введенной до дна емкости, прибавить определенное по п.2.6.2.2. количество приготовленного раствора соляной кислоты.

2.7. Пробы воды, отбираемые только на определение общего содержания железа, стабилизации не подвергать.

2.8. Отбор проб воды производят при трехсменной работе один раз в рабочую смену при установившемся режиме работы системы подготовки воды. В случае нарушения или изменения технологического режима работы системы подготовки воды отбирают дополнительные пробы воды на анализ до восстановления принятого ре-

жима работы системы.

2.9. При отборе проб воды производить запись в журнале и в копии прилагать к отобранным пробам.

Запись должна содержать следующие сведения:

дата отбора пробы (год, месяц, число, час);

место отбора проб (водовод, КНС, очистные сооружения и т.д.);

температура отбираемой воды;

особые условия, влияющие на качество отобранных проб (например, стабилизация, если имела место с указанием, какие реактивы применялись);

должность и подпись лица, производившего отбор пробы.

2.10. Пробу воды подвергать анализу сразу после доставки её в лабораторию. В случае необходимости передачи пробы другой смене можно хранить её не более 4 часов в темном помещении при температуре не выше $20^{o}$С.

2.11. Перед анализом пробу воды тщательно взболтать.

2.12. Форма журнальной записи при проведении анализа приведена в рекомендуемом приложении I.

## 3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ОБОРУДОВАНИЕ, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Фотометры любых марок (фотоэлектроколориметры, спектрофотометры и т.д.).

Аналитические и технические весы любых марок. Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770-74Е вместимостью 100, 200,

250, 500 и 1000 мл. Пипетки градуированные по ГОСТ 20292-74Е вместимостью 1,2, 5, 10, 15, 20, 25 и 50 мл. Стеклянные палочки. Стеклянные стаканы, вместимостью 250-300 мл, колбы конические, вместимостью 250 мл. Измерительные цилиндры, вместимостью 50-100 мл.

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205-77.

Аммоний надсернокислый (персульфат) по ГОСТ 20478-75.

Аммоний роданистый по СТ СЭВ 222-75.

Кислота сульфосалициловая по ГОСТ 4478-78.

Аммиак водный по ГОСТ 3760-79.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Метиловый оранжевый по ТУ 6-09-5171-84

Натрий уксуснокислый по ГОСТ 199-78.

Кислота уксусная по ГОСТ 61-75.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Реактивы должны быть квалификации "чистые для анализа" (ч.д.а).

## 4. РОДАНИДНЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА

4.1. Подготовка к анализу

4.1.1. Произвести перекристаллизацию железоаммонийных квасцов по ГОСТ 4011-72, если их качество не соответствует ГОСТ 4205-77.

4.1.2. Приготовить стандартный раствор железоаммонийных квасцов, в 1 мл которого содержится 0,1 мг железа: на аналити-

ческих весах взять навеску 0,8634 г железоаммонийных квасцов и растворить её декантацией в небольшом количестве дистиллированной воды, перенести в мерную колбу вместимостью 1000 мл и добавить по каплям соляную кислоту плотностью 1,19 г/см$^3$ до получения прозрачного раствора. Довести дистиллированной водой объем раствора до метки. Закрыть колбу пробкой и перемешать раствор.

Срок и условия хранения раствора - по ГОСТ 4212-76.

4.1.3. Приготовить рабочий раствор железоаммонийных квасцов, в 1 мл которого содержится 0,01 мг железа, путем десятикратного разбавления стандартного раствора дистиллированной водой.

Рабочий раствор готовить в день проведения анализа.

4.1.4. Приготовить 50% раствор роданистого аммония: 50 г соли роданистого аммония растворить в 50 мл дистиллированной воды для получения 100 г раствора.

4.2. Проведение анализа.

4.2.1. Определение общего содержания железа.

При наличии в анализируемой воде нефти, а также других органических и минеральных примесей, воду перед анализом подкислить до pH 4, кипятить до уменьшения объема на 1/3, остудить и дистиллированной водой довести до первоначального объема. После обработки воду профильтровать через плотный фильтр.

В мерную колбу вместимостью 100 мл поместить от 1 до 50 мл исследуемой воды, исходя из предполагаемого содержания железа, добавить 2 мл соляной кислоты плотностью 1,19 г/см$^3$, 2-3 кристалла персульфата аммония, перемешать, добавить 2 мл раствора ро-

данистого аммония и довести дистиллированной водой до метки. Раствор перемешать и измерить оптическую плотность на фотометре. Время от перемешивания до замера оптической плотности не должно превышать I мин. При анализе использовать кюветы, которые применяли при построении калибровочного графика.

В качестве эталона сравнения берут исследуемую воду, с которой проведены все операции при подготовке её к анализу, кроме внесения роданистого аммония. Если окраска исследуемого образца выходит за пределы разрешающей способности имеющегося фотометра, то необходимо разведение анализируемой воды дистиллированной водой, сохраняя pH воды, равное 4.

Концентрацию железа находят по калибровочному графику с последующим вычислением по формуле (6.I).

4.2.I.I. Построение калибровочного графика.

Для построения калибровочного графика взять мерные колбы вместимостью I00 мл и ввести в них определенное количество рабочего раствора железоаммонийных квасцов, например, 0, I, 3, 5, 7, 9, I2 мл и т.д. Затем добавить I0-I5 мл дистиллированной воды, перемешать, добавить 2 мл соляной кислоты плотностью I,I9 г/см$^3$, 2-3 кристалла персульфата аммония и перемешать, добавить 2 мл раствора роданистого аммония и довести дистиллированной водой до метки. Все перемешать и измерить оптическую плотность на фотометре. Время от перемешивания до замера оптической плотности не должно превышать I мин.

По полученным значениям оптических плотностей и заданным концентрациям железа построить калибровочный график.

На оси ординат отложить значения оптических плотностей, на оси абсцисс - концентрации железа, мг/л.

Количество точек для построения калибровочного графика должно быть не менее 7.

4.2.2. Определение содержания окисного железа.

Содержание окисного железа определять согласно п.4.2.I, но при анализе не добавлять персульфат аммония.

При построении калибровочного графика персульфат аммония не добавлять. Построение графика - согласно п. 4.2.I.I.

4.2.3. Определение содержания закисного железа.

Содержание закисного железа определять расчетным путем по разности между общим содержанием железа и содержанием окисного железа (см. формулу 6.2).

## 5. СУЛЬФОСАЛИЦИЛОВЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА

5.I. Подготовка к анализу.

5.I.I. Провести перекристаллизацию железоаммонийных квасцов по ГОСТ 4011-72, если их качество не соответствует ГОСТ 4205-77.

5.I.2. Приготовить стандартный раствор согласно п. 4.I.2

5.I.3. Приготовить рабочий раствор согласно п.4.I.3.

5.I.4. Приготовить I0% раствор сульфосалициловой кислоты: I00 г сульфосалициловой кислоты растворить в 900 мл дистиллированной воды.

5.I.5. Приготовить раствор аммиака (2 : 3); 40 мл 25% аммиака разбавить дистиллированной водой до I00 мл.

5.I.6. Приготовить раствор соляной кислоты плотностью I,I2 г/см$^3$: к 65 мл дистиллированной воды прилить I00 мл соляной кислоты плотностью I,I9 г/см$^3$.

5.2. Проведение анализа.

5.2.I. Определение общего содержания железа.

При наличии в воде нефти, а также других органических и минеральных примесей обработку пробы воды производить по п. 4.2.I.

В мерные колбы вместимостью I00 мл поместить от I до 50 мл исследуемой воды, исходя из предполагаемого содержания железа, добавить I0 – I5 мл дистиллированной воды, 5 мл I0% раствора сульфосалициловой кислоты, перемешать, добавить 2,5 мл раствора аммиака и довести дистиллированной водой до метки. Раствор перемешать и через I0 мин. (± 0,5 мин.) замерить оптическую плотность. При определении оптической плотности использовать кюветы, которые применялись при построении калибровочного графика.

В качестве эталона сравнения берут исследуемую воду, с которой проведены все операции по подготовке её для анализа, кроме введения сульфосалициловой кислоты.

5.2.I.I. Построение калибровочного графика.

Для построения калибровочного графика взять мерные колбы вместимостью I00 мл, поместить в них заданное количество рабочего раствора железоаммонийных квасцов, например 0, I, 3, 5, 7, 9, I2, I5, 20 мл и т.д. Затем добавить I0–I5 мл дистиллированной воды, перемешать, добавить 5 мл I0% раствора сульфосалици-

ловой кислоты, перемешать, добавить 2,5 мл раствора аммиака и довести дистиллированной водой до метки. Перемешать раствор и через 10 мин (± 0,5 мин.) замерить оптическую плотность.

По полученным значениям оптических плотностей и заданным концентрациям железа построить калибровочный график. На оси ординат отложить значения оптических плотностей, на оси абсцисс – концентрации железа, мг/л. Количество точек для построения калибровочного графика должно быть не менее 7.

5.2.2. Определение содержания окисного железа.

В мерные колбы вместимостью 100 мл поместить от 1 до 50 мл исследуемой воды, исходя из предполагаемого содержания железа, добавить 10–15 мл дистиллированной воды, добавить 5 мл 10% раствора сульфосалициловой кислоты, перемешать, добавить 0,1 мл раствора соляной кислоты плотностью 1,12 г/см$^3$ и довести дистиллированной водой до метки. Раствор перемешать и через 10 мин. (± 0,5 мин) замерить оптическую плотность. При определении оптической плотности использовать кюветы, которые применялись при построении калибровочного графика.

Концентрация окисного железа находится по калибровочному графику с последующим вычислением по формуле (6.1).

5.2.2.1. Построение калибровочного графика.

Для построения калибровочного графика взять мерные колбы вместимостью 100 мл, поместить в них заданное количество рабочего раствора железоаммонийных квасцов, например, 0, 1, 3, 5, 7, 9, 12, 15, 20 и т.д. Затем добавить 10–15 мл дистиллированной воды, перемешать, добавить 5 мл 10% раствора сульфосалициловой кислоты, перемешать, добавить 0,1 мл раствора соляной кис-

лоты плотностью I,I2 г/см$^3$ и довести дистиллированной водой до метки. Раствор перемешать и через I0 мин (±0,5 мин) замерить оптическую плотность.

По полученным значениям оптических плотностей и заданным концентрациям железа построить калибровочный график. На оси ординат отложить значения оптических плотностей, на оси абсцисс - концентрации железа мг/л. Количество точек для построения калибровочного графика должно быть не менее 7.

5.2.3. Определение содержания закисного железа.

Содержание закисного железа определять расчётным путём по разности между общим содержанием железа и содержанием окисного железа (см. формулу 6.2).

## 6. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

6.I. Расчёт общего содержания железа $C_{общ.ж}$ и окисного железа $C_{ок.ж}$ производить по формуле:

$$C = \frac{C_I \cdot 100}{V}, \qquad (6.I)$$

где $C$ - искомая концентрация железа, мг/л;

$C_I$ - концентрация железа, найденная по соответствующему калибровочному графику, мг/л;

$V$ - объём пробы воды, взятой на определение, мл.

6.2. Расчёт содержания закисного железа производить по формуле:

$$C_{зак.ж} = C_{общ.ж} - C_{ок.ж}, \qquad (6.2)$$

где $C_{зак.ж}$ – концентрация закисного железа, мг/л;

$C_{общ.ж}$, $C_{ок.ж}$ – общая концентрация железа и концентрация окисного железа, вычисленные по формуле (6.1), мг/л.

6.3. Для анализа отбирать две пробы. Из каждой пробы делать два параллельных определения.

Допускаемые расхождения между определениями не должны превышать значений, указанных в таблице.

Таблица

| Измеряемая величина, мг/л | Допускаемые расхождения, % |
|---|---|
| до 0,5 | ± 25 |
| до I | ± 20 |
| до I0 | ± I0 |
| I0 – 20 | ± 5 – ±3 |
| до 50 | ± 2 |

## 7. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

7.I. Приготовление кислоты нужных концентраций производить под вытяжным шкафом.

7.2. Отбирать кислоту только сифоном или пипеткой с помощью груши.

7.3. Кипячение производить под тягой на электрической плитке закрытого типа.

7.4. Во время кипячения дверцы вытяжного шкафа должны быть по возможности закрыты. Наблюдать за процессом через стеклянные дверцы.

Приложение I
рекомендуемое

Форма журнальной записи

| Дата отбора проб | Место отбора проб | Температура отбираемой воды, °С | Проводимая обработка при отборе проб | | | Количество проб, взятых на анализ | Предварительные операции перед проведением анализа | Количество пробы, взятое для определения, мл | Разведение | Оптическая плотность | Концентрация железа, мг/л |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | Без стабилизации | Стабилизация | | | | | | | |
| | | | | солянокислой | ацетатным буферным раствором | | | | | | |



gost.e-ecolog.ru