

**МИНИСТЕРСТВО ТОПЛИВА И ЭНЕРГЕТИКИ РФ
АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО «НАПОР»**

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

**Инструкция по применению дезмульгатора-
ингибитора коррозии Реапон-И в процессах сбора,
транспорта и подготовки нефти**

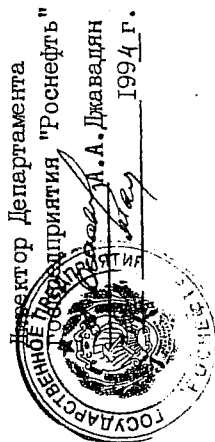
РД 39-134-94

2003

МИНИСТЕРСТВО ТОПИВА И ЭНЕРГЕТИКИ РФ

Акционерное общество "НАПОР"

УТВЕРЖДАЮ



РУКОВОДЯЩИИ ДОКУМЕНТ

Инструкция по применению дезмульгатора-ингибитора коррозии Реалон-И в процессах сбора, транспорта и подготовки нефти

РД 39-134-94

Настоящий документ разработан:

Акционерным обществом "НАПОР" (АО "НАПОР"), Государственным институтом по проектированию и исследовательским работам в нефтяной промышленности "Гипровостокнефть", производственным объединением "Татнефть" (ПО "Татнефть"), производственным объединением "Коминнефть" (ПО "Коминнефть").

Директор АО "НАПОР"

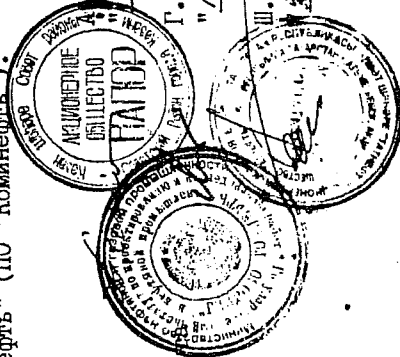
Р.Пантелеева
"10" 03 1994 г.

Зам. директора института
"Гипровостокнефть"

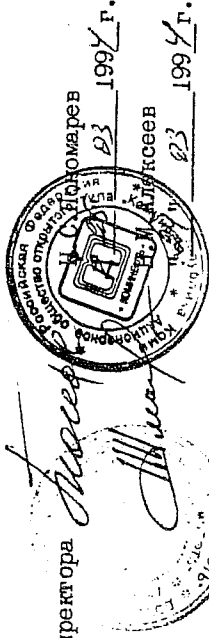
Г.Н.Позднышев
"15" 03 1994 г.

Главный инженер ПО
"Татнефть"

Ш.Ф.Тахаутдинов
"20" 03 1994 г.



Зам. генерального директора
АО "Коминетфть"
Главный инженер
ДАО "Тэбукнефть"



ОТВЕТСТВЕННЫЕ ИСПОЛНИТЕЛИ:

Научный сотрудник
АО "НАПОР" Л.С. Раимова
"10" 03 1994 г.

Зав. лабораторией промышленной
подготовки нефти института
"Гипровостокнефть", к.х.н. Ю.С. Смирнов
"14" 03 1994 г.

ИСПОЛНИТЕЛИ:

Главный инженер
ДАО "Азнакаевнефть" Р.Н. Файзуллин
"11" 04 1994 г.

Главный инженер
НГДУ "Бузулукнефть" В.В. Андреев
"14" 03 1994 г.

Главный инженер
НГДУ "Иркеннефть" А.И. Фролов
"5" 04 1994 г.

Ст. научный сотрудник
института "Гипровостокнефть" В.В. Сорокин
"14" 03 1994 г.

Инженер ПО ДАО
"Тэбукнефть" В.Н. Ульяева
"23" 03 1994 г.

Технолог цеха КПП
ДАО "Тэбукнефть" Л.Р. Ильина
"23" 03 1994 г.

Гл. технолог НГДУ
"Азнакаевнефть" В.П. Андрианов
"11" 04 1994 г.

Гл. технолог НГДУ
"Бузулукнефть" А.А. Акимов
"14" 03 1994 г.

Гл. технолог НГДУ
"Иркеннефть" В.И. Золов
"5" 05 1994 г.

СОГЛАСОВАНО:

Начальник Управления по надзору
в нефтяной и газовой промышлен-
ности Федерального горного и
промышленного надзора России

ПИСЬМО № 10-03/165
"2" 06 1994 г.

Ю.А. Додонов

АННОТАЦИЯ

Настоящий РД содержит сведения о технологии применения деэмульгатора-ингибитора коррозии Реапон-И для подготовки нефти и защите от коррозии и биоповреждений нефтепромыслового оборудования.

Приведены сведения о физико-химических свойствах реагента, правила входного контроля и хранения, требования техники безопасности.

В разработке Руководящего документа приняли участие:
от АО "НАПОР" - научный сотрудник Неизвестная Р.Г.,
зав. сектором Закиров И.Г., директор Альметьевского филиала
Миннегалиев М.Г., ведущий инженер Альметьевского филиала
Дмитриева Е.К.

Инструкция разработана на основании опытно-промышленных испытаний деэмульгатора-ингибитора коррозии Реапон-И, проведенных на предприятиях объединения "Татнефть", "Коминетфть", "Куйбышевнефть", "Оренбургнефтегаз", "Беларуснефть", "Кланскнефтегаз", "Удмуртнефть".

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

инструкция по применению деэмульгатора-ингибитора коррозии Реалон-И в процессах сбора, транспорта и подготовки нефти

РД 39-ГЗ4-94

Вводится впервые

Срок введения установлен с 1.07.94 1994г.

Настоящая инструкция является руководством для инженерно-технических работников нефтедобывающих предприятий государственного предприятия "Роснефть" при проведении работ по подготовке нефти и защите от внутренней коррозии и биоповреждений нефтесборных коллекторов и оборудования установок подготовки нефти (УПН).

1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. Деэмульгатор-ингибитор коррозии Реалон-И (в дальнейшем Реалон-И) предназначен для эффективного разрушения водонефтяных эмульсий в процессе добычи, сбора, транспорта и промышленной подготовки нефти с одновременным обеспечением защиты от коррозии систем нефтесборных трубопроводов и объектов промысловой подготовки нефти как в сероводородсодержащих, так и в углекислотных средах при наличии кислорода не выше 1,0 мг/дм³.

Реалон-И обладает также бактерицидными свойствами и полностью подавляет рост сульфатвосстанавливающих бактерий при концентрации 200 мг/дм³.

1.2. Реалон-И представляет собой композиционную смесь, состоящую из неионогенного ПАВ, катионоактивного ПАВ и растворителей. Реалон-И в зависимости от исходного сырья и показателей качества выпускается четырех марок: ИП, ИПД, ИФ, ИФД.

1.3. Реалон-И используется в товарном виде в состоянии поставки.

1.4. Основные физико-химические показатели Реалона-И приведены в таблице 1.

Таблица 1

Наименование показателя	Н о р м а			
	Реалон-ИФ	Реалон-ИФД	Реалон-ИП	Реалон-ИПД
1. Внешний вид	Жидкость от светлого до коричневого цвета	Жидкость от светлого до коричневого цвета	Жидкость темнокоричневого цвета	Жидкость темнокоричневого цвета
2. Массовая доля активной основы, %, в пределах	48-53	58-63	54-59	64-69
3. Массовая доля фосфора, %, в пределах	0,9-1,1	0,9-1,1		
4. Массовая доля ионного брома, %, в пределах			2,8-3,2	2,8-3,2
5. Защитное действие в стандартном растворе сероводородсодержащей сточной воды не менее 90% при дозировке реагента, мг/дм ³ не более	25	25	25	25
6. Кинематическая вязкость, мм ² /с при температуре °С, 20 0 минус 20	50 179 869	30 67 298	50 97 428	50 112 570
7. Плотность при 20°С, кг/дм ³ , не более	964	949	981	971
* 8. Температура застывания, °С	минус 45	минус 50	минус 40	минус 50
9. Растворимость в воде	растворяется	диспергируется	растворяется	растворяется
в нефти	растворяется	растворяется	растворяется	растворяется

* В соответствии с Изв. № 1 к ТУ 39-12966038-003-93 температура застывания Реалона-ИФ минус 45°С.

1.5. При получении новой партии Реалона-И проводится входной контроль качества реагента по показателям и методикам, приведенным в технических условиях ТУ 39-12966038-003-93.

2. ТРЕБОВАНИЯ, ПРЕДЪЯВЛЯЕМЫЕ К ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ ПРОЦЕССУ, И СРЕДСТВА ЕГО ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ

2.1. Технологический процесс применения Реалона-И должен обеспечивать качество подготавливаемой нефти, качество дренажных вод не ниже, чем до их применения и защиту от коррозии оборудования системы сбора и транспорта обводненной нефти. Степень защиты от коррозии должна составлять 80-85%, степень подавления СВЕ - 90-95%.

2.2. Условием рационального использования Реалона-И является исключение путевой дезэмульсации в системах трубопроводов промышленного сбора и транспорта нефти, предотвращение "холодного" отстоя и сброса попутных пластовых вод на установках предварительного сброса (УПС) и требований пункта 2.1. настоящего РД с контролем защитного действия в сочетании с определением концентрации реагента в воде (см. приложения № 1, 2, 3).

2.3. Дозирование Реалона-И осуществляется при помощи блочных автоматизированных установок БР-2, 5; БР-10 и др. (ОСТ 26 18-5-88Б "Блоки технологические газовой и нефтяной промышленности. Общие технические требования") или дозатора типа НД (ОСТ 26 06-2003-77 "Насосы дозирочные плунжерные и агрегаты электронасосные на их базе. Технические условия").

2.4. Дозировочный насос должен развивать давление, превышающее максимальное рабочее давление системы в точке ввода реагентов.

2.5. Система подачи реагентов должна обеспечивать равномерное распределение их в транспортируемой жидкости.

3. ТЕХНОЛОГИЯ ПРИМЕНЕНИЯ ДЕЗЭМУЛЬГАТОРА-ИНГИБИТОРА КОРРОЗИИ РЕАЛОН-И ДЛЯ ПОДГОТОВКИ НЕФТИ ПРИ ОДНОВРЕМЕННОЙ ЗАЩИТЕ НЕФТЕСВОРНЫХ КОЛЛЕКТОРОВ И УСТАНОВКИ ПОДГОТОВКИ НЕФТИ ОТ КОРРОЗИИ И БИОПОВРЕЖДЕНИЯ

3.1. Технология применения Реалона-И для подготовки нефти.

3.1.1. Перевод объектов подготовки нефти на работу с применением Реалона-И может быть осуществлен без существенных изменений технологических параметров работы установки (температуры процесса, давления, продолжительности отстаивания и режима стабилизации нефти). В ходе отработки технологии вносятся соответствующие корректировки параметров процесса для обеспечения получения качества нефти и дренажных вод не ниже, чем до применения Реалона-И.

3.1.2. Технология применения Реалона-И предусматривает непрерывную подачу реагента на групповой замерной установке или дожимной насосной станции. В случае необходимости предусматривается дополнительное дозирование реагента на УПН.

3.1.3. Предварительный расход Реалона-И устанавливается на основании лабораторных исследований согласно приложению 4.

3.1.4. Производительность дозирочного насоса определяется расчетным путем по количеству обрабатываемой эмульсионной нефти, содержанию воды в эмульсии, по расходу реагента, рекомендованного для данной конкретной установки.

Перечисленные параметры связаны уравнением

$$q = \frac{Q(100 - W)}{1000 \cdot \rho_1} \cdot \rho_2 \cdot C$$

где q - производительность дозирочного насоса, $\text{дм}^3/\text{ч}$;

Q - количество нефтяной эмульсии, поступившей на обработку, $\text{м}^3/\text{ч}$;

W - массовая доля воды в нефтяной эмульсии, %;

C - рекомендуемый расход реагента, г/т нефти;

ρ_2 - плотность поступающей на обработку нефти, кг/м^3 ;

ρ_1 - плотность дезэмульгатора, кг/м^3 .

3.1.5. В случае получения некондиционной нефти расход реагента увеличивается до уровня, при котором установка давала кондиционную нефть.

3.1.6. Если при установленном удельном расходе реагента обеспечивается получение нефти требуемого качества, но не достигается степень защиты от коррозии 80%, то удельный расход реагента, подаваемого в систему сбора и транспорта нефти, увеличивают.

3.1.7. При проведении технологического процесса подготовки нефти предусматривается анализ водонефтяной эмульсии после ступени предварительного сброса и подготовленной нефти на содержание воды по ГОСТ 2477-65 "Нефтепродукты. Метод определения содержания воды", анализ подготовленной нефти на содержание хлоридов по ГОСТ 21534-76 "Нефть. Методы определения содержания хлоридов солей", а также анализ дренажных вод на содержание нефтепродуктов и количество взвешенных частиц (КВЧ) по ГОСТ 38-01195-80. Вода техническая оборотная сточная нефтеперерабатывающих заводов. Методы измерения взвешенных и растворенных веществ".

3.2. Технология применения Реалона-И в качестве ингибитора коррозии и бактерицида

3.2.1. Защита нефтесборных коллекторов осуществляется при дозировании Реалона-И в систему сбора и транспорта нефти. Если реагент не обеспечивает степень защиты на 80%, удельный расход реагента необходимо увеличить.

3.2.2. Контроль эффективности защиты оборудования от коррозии производится в соответствии с приложением 5.

Оценка бактерицидного действия производится в соответствии с "Методикой определения сульфатовосстанавливающих бактерий в нефтепромысловых средах" (ВНИИСПНефть, Уфа, 1975).

3.2.3. При малых величинах защитного действия необходимо осуществлять дополнительное дозирование ингибитора коррозии, совместимого с Реалоном-И.

4. УКАЗАНИЯ МЕР БЕЗОПАСНОСТИ И ОХРАНА Окружающей СРЕДЫ

4.1. Применение Реалона-И должно осуществляться при соблюдении общих санитарно-гигиенических требований по ГОСТ 12.1.005-88; общих требований безопасности и промышленности по ГОСТ 12.1.007.76; "Правил безопасности в нефтяной и газовой промышленности"

(Москва, 1983, 100 "Авангард"); "Правил безопасности при эксплуатации установок подготовки нефти на предприятиях нефтяной промышленности", утвержденных Госгортехнадзором СССР 16.07.76г.

4.2. Реалон-И по степени воздействия на организм человека в соответствии с ГОСТ 12.1.007.76 относится к 3 классу опасности.

Величина среднесмертельной дозы (LD_{50}) Реалона-И марки ИП составляет 3200 мг/кг, марки ИИД - 3500 мг/кг, марки ИФ - 3220 мг/кг, марки ИФД - 3500 мг/кг.

За ориентировочно-безопасный уровень воздействия (ОЕВУ) принята величина 10 мг/м³.

4.3. Реалон-И марки ИП оказывает кожно-раздражающее действие, обладает слабым резорбтивным эффектом и не вызывает состояние сенсibilизации организма. Кумулятивная способность средне выражена. Препарат обладает слабым эмбриотоксическим, гонадотропным и мутагенным эффектом. Рекомендуемая ПДК химреактанта в воде водоемов - 0,3 мг/дм³, лимитирующий признак вредности - органо-лептический.

Реалон-И марки ИИД оказывает раздражающее действие на кожу и слизистые, обладает резорбтивным воздействием. Возможность сенсibilизации организма не установлена, кумулятивная способность средне выражена. Химреактент обладает слабым эмбриотоксическим и мутагенным эффектом, ПДК в воде водных объектов - 0,75 мг/дм³, лимитирующий признак вредности - органолептический.

Реалон-И марки ИФ обладает слабо-выраженным кожно-раздражающим воздействием, действует на слизистые оболочки глаз, проявляет кумулятивную активность. Аллергенным, мутагенным, гонадотоксическим, тератогенным действием не обладает. ПДК в воде водных объектов рекомендуется на уровне 0,22 мг/дм³, лимитирующий показатель вредности - органолептический.

Реалон-И марки ИФД оказывает нерезко выраженное повреждающее действие на слизистые оболочки глаз. Препарат относится к соединениям со слабой кумулятивной активностью. Аллергенным, мутагенным, гонадотоксическим, тератогенным действием не обладает. ПДК в воде водоемов рекомендуется на уровне 0,9 мг/дм³, лимитирующий показатель вредности - органолептический.

4.4. В состав Реалона-И входят до 35% растворители. Среди них наиболее опасным является метанол. ПДК паров метанола в воздухе рабочих помещений составляет 5 мг/м³.

4.5. С целью исключения возможности попадания Реалона-И в воздух рабочей зоны необходимо обеспечить полную герметичность емкостей, оборудования, коммуникаций и средств отбора проб, предусмотреть механизацию работ при применении реагента.

4.6. К работе с Реалоном-И допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие обучение согласно "Положению о порядке обучения рабочих и инженерно-технических работников безопасным методам работ на предприятиях и организациях НИИ", требованиям настоящей инструкции и ознакомленные с вредным действием реагента на организм.

4.7. Беременные женщины, кормящие матери и лица, имеющие заболевания печени, почек, кожи к работе с Реалоном-И не допускаются.

4.8. Работающие с Реалоном-И должны быть обеспечены средствами индивидуальной защиты: костюмы из х/б ткани по ГОСТ 12.4.111-82, ГОСТ 12.4.112-82 или халаты по ГОСТ 12.4.131-83, ГОСТ 12.4.132-83; очки защитные типа 0 или ЗН по ГОСТ 12.4.013-85Е, резиновые перчатки по ГОСТ 50435-92 или рукавицы по ГОСТ 12.4.010-75, фильтрующий противогаз марки ЕК9.

4.9. Дезазация загрязненности реагентом спецордежды производится кипячением в растворе соды с массовой долей 5% в течение 1-2 часов или замачиванием в течение суток в том же растворе.

4.10. В случае попадания реагента в глаза их следует промыть большим количеством воды, а затем раствором борной кислоты с массовой долей 1-2%.

4.11. При попадании реагента на кожу необходимо удалить продукт ватным тампоном, смоченным спиртом и промыть водой, а затем раствором борной кислоты с массовой долей 1-2%.

4.12. Все производственные бригады и места работы должны быть обеспечены аптечками с набором медикаментов, инструментов и перевязочных материалов для оказания доврачебной помощи.

В состав аптечки должны входить средства от головной боли, болеутоляющие средства (анальгин и др.), йод, вазелин, перманганат калия, борная кислота, нашатырный спирт, вата, бинты, жгуты,

термометры, сердечные средства (корвалол, настойка валерианы), десенсибилизирующие средства (димедрол, глюконат кальция), сода, этиловый спирт с массовой долей 40%.

4.13. Реалон-И в воздушной среде и сточных водах токсичных соединений не образует.

4.14. Реалон-И в соответствии с ГОСТ 12.1.044-89 относится к легковоспламеняющимся жидкостям. Пожаровзрывоопасные характеристики реагентов приведены в табл.2.

Таблица 2

Наименование показателя!	Р е а г е н т				
	Реалон-ИФ	Реалон-ИФД	Реалон-ИП	Реалон-ИПД	Реалон-ИПД
1. Температура вспышки, °С	36	21	23		11
2. Температура воспламенения, °С	43	22	25		12
3. Температура самовоспламенения, °С	338	383	398		398

4.15. Запрещается переливать реагенты вблизи источников нагретия, искрения, открытого огня. Оборудование и трубопроводы должны быть заземлены. Все рабочие места должны быть обеспечены средствами пожаротушения (пенные и углекислотные огнетушители, песок, асбестовое одеяло). Электропроводятели, осветильники и электропроводки установки по заливке Реалона-И должны быть во взрывозащищенном исполнении.

4.16. В случае загорания небольших количеств реагента тушить его песком, кошмой, углекислотным или пенным огнетушителем. Развившиеся пожары разлитого реагента на большой площади тушить пенной струей.

4.17. Отогревать замерзшие трубы и запорную арматуру следует только паром или горячей водой. Пользование открытым огнем запрещается.

4.18. При необходимости проведения ремонтных работ трубопроводы должны быть освобождены от реагента.

При чистке и ремонте цистерн и емкостей из-под Реалона-И следует руководствоваться правилами работ в замкнутых аппаратах.

4.19. Реалон-И транспортируются в железнодорожных цистернах (по ГОСТ 10674-82), автоцистернах, стальных бочках и других видах тары, перевозятся всеми видами транспорта в условиях, обеспечивающих сохранность продукты и тары.

4.20. Емкости, заполненные реагентом (в том числе расходные емкости дозирующих установок), должны иметь четкие надписи: "Огнеопасно", "Не курить".

Емкости должны иметь указатель уровня, дыхательный клапан.

4.21. Реалон-И должен храниться в таре или стальных емкостях, исключающих попадание в них атмосферных осадков и пыли, защищенных от действия прямых солнечных лучей.

Гарантийный срок хранения Реалона-И 5 лет.

Место хранения реагента должно быть обваловано, ограждено и обеспечено необходимыми средствами пожаротушения (по пункту 4.14).

4.22. На участках, где предусматривается закачка Реалона-И проводится следующие мероприятия:

- обеспечение герметичности системы по зачке реагента;
- обваловка площадки, где установлены емкости с реагентом для локализации очага в случае аварийного разлива реагента.

4.23. При аварийном разливе реагента участок обваловывается и засыпается песком, загрязненный песок убирается в специально отведенное место уничтожения, согласованное с местными органами санитарного надзора. Уничтожение реагента производится сжиганием в специальных устройствах, оснащенных соответствующими фильтрами.

При горении реагента выделяются углекислый газ, окислы азота. Загрязненное реагентом оборудование промывать раствором соды с массовой долей 5%.

4.24. С целью исключения вредного воздействия реагента на окружающую среду категорически запрещается сливать продукт в канализационные системы, ведущие на сооружения биологической очистки, а также в открытые водоемы.

М Е Т О Д И К А

спектрофотометрического определения деэмульгатора-ингибитора коррозии Реалона-ИФ и деэмульгатора-ингибитора коррозии Реалона-ИФД в дренажной воде в системе нефтесбора

1. Назначение метода

Метод предназначен для определения концентрации деэмульгаторов-ингибиторов коррозии Реалон-ИФ (РИФ) и Реалон-ИФД (РИФД) в дренажной воде в системе нефтесбора. При дозировке этих реагентов в водонефтяную эмульсию происходит перераспределение составляющих реагентов в системе нефть-вода. Поэтому концентрацию реагентов РИФ и РИФД в воде оценивают по содержанию в опорастворимой компоненты, которая представляет собой фосфорорганическое соединение и при построении калибровочного графика на оси абсцисс откладывают содержание реагентов в пересчете на фосфорсодержащую компоненту.

2. Принцип метода

Метод основан на окислении фосфорорганических соединений, входящих в состав реагента, до ортофосфатов и последующем их взаимодействии с молибдатом аммония в кислой среде с образованием фосфорно-молибденовой гетерополикикслоты, восстановлением её аскорбиновой кислотой в присутствии треххлористой сурьмы до фосфорно-молибденового комплекса, окрашенного в голубой цвет.

3. Мешающее влияние

Определение мешают высокие концентрации ионов железа. Влияние устраняют добавлением раствора аскорбиновой кислоты в исследуемую пробу после окисления.

4. Оборудование, материалы, реактивы

Фотоэлектрический колориметр КФК-2-УХЛ 4.2.
Весы лабораторные общего назначения 2 класс точности по ГОСТ 24104-88.
Набор гирь Г-2-210 по ГОСТ 7323-82.
Секундомер ТУ 25-1894.003-90.

Электролитика по ГОСТ 14919-83.

Колба К_Н-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336-82.

Воронка делительная ВД-1-250-ХС-ГОСТ 25336-83.

Колба 1-1000-2 ГОСТ 1770-74.

Колба 2-200-2 ГОСТ 1770-74.

Колба 2-100-2 ГОСТ 1770-74.

Колба 2-50-3 ГОСТ 1770-74.

Колба 2-25-2 ГОСТ 1770-74.

Пипетка 3-1-1 ГОСТ 20292-74.

Пипетка 3-1-2 ГОСТ 20292-74.

Пипетка 3-1-5 ГОСТ 20292-74.

Пипетка 3-1-10 ГОСТ 20292-74.

Пипетка 3-1-25 ГОСТ 20292-74.

Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72.

Кислота соляная ГОСТ 3118-77.

Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3715-78.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77.

Сурьма (Ш) хлорид ТУ 6-09-17-252-88.

Кислота аскорбиновая, пищевая Госуд. фармакоп. СССР, X изд., стр. 6.

Известь хлорная по ГОСТ 1692-85.

Изопропиловый спирт ТУ 6-09-402-87.

Изобутиловый спирт ГОСТ 6016-77.

Натрий углекислый ГОСТ 84-76.

Натрий гидроокись ГОСТ 4328-77.

Калий иодистый ГОСТ 4232-74.

Натрий серноватистокислый, фиксанал по ТУ 6-09-2540-87.

Крахмал, ч. по ГОСТ 10163-76.

5. Подготовка к анализу

5.1. Приготовление молибденового реактива

Раствор 1: к 300 см³ дистиллированной воды прилить при перемешивании 144 см³ концентрированной серной кислоты. Охлаждать раствор до комнатной температуры.

Раствор 2: растворить 12,5 г молибдата аммония в 200 см³ дистиллированной воды.

Раствор 3: растворить 0,235 г хлорида сурьмы в 100 см³ раствора 1.

Растворы 1, 2 и 3 слить в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и довести уровень раствора до метки дистиллированной водой. Готовый раствор хранить в склянке из темного стекла в прохладном месте.

5.2. Приготовление раствора гипохлорита натрия

Раствор А: 20 г NaOH растворить в 180 см³ дистиллированной воды.

Раствор Б: 120 г Na₂CO₃ растворить в 180 см³ дистиллированной воды.

В мерный стакан вместимостью 2 дм³ помещают 300 г хлорной извести, приливают растворы А и Б, доводят объем раствора в стакане до 1 дм³ дистиллированной водой. Смесь хорошо перемешивают и оставляют стоять в течение 5 дней в темном месте. Затем прозрачный слой над осадком осторожно сливают и фильтруют. Хранить в склянке из темного стекла!

5.2.1. Определение концентрации гипохлорита натрия

В коническую колбу вместимостью 250 см³ помещают 50 см³ раствора серной кислоты молярной концентрации эквивалента серной кислоты $C(1/2 H_2SO_4) = 0,1$ моль/дм³, прибавляют 1 г сухого иодида калия и после растворения вносят от 1 до 2 см³ раствора гипохлорита натрия. Плотно закрыв колбу, смесь перемешивают и через 5 мин титруют выделившийся иод раствором тиосульфата натрия молярной концентрации эквивалента $C(Na_2S_2O_3) = 0,1$ моль/дм³. При наступлении слабо желтой окраски раствора в колбу добавляют 1 см³ раствора крахмала и титрование продолжают до исчезновения синей окраски раствора. Молярную концентрацию эквивалента гипохлорита натрия (С) в моль/дм³ вычисляют по формуле

$$C = \frac{C_I \cdot V_I}{V_2},$$

где C_I - молярная концентрация эквивалента тиосульфата натрия $C(Na_2S_2O_3)$, моль/дм³;

V_I - объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см³;

V_2 - объем аликвотной части раствора гипохлорита натрия, см³.

16
Для определения реагента используют 0,8-1 моль/дм³ гипохлорита натрия, который хранят в темном и прохладном месте.

5.3. Приготовление раствора аскорбиновой кислоты с массовой долей 5%
5 г аскорбиновой кислоты растворить в 95 см³ дистиллированной воды.

5.4. Приготовление стандартного раствора реагентов РИФ (РИФД) с массовой концентрацией 0,5 г/дм³

0,05 г реагента растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см³.

5.5. Построение калибровочного графика

В ряд конических колб вместимостью 250 см³ вносят 0,00; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 см³ стандартного раствора реагента РИФ (РИФД) и доводят объем в колбах до 50 см³ пластовой водой без реагента.

Приготовленные растворы содержат реагент РИФ (РИФД) в мг, соответственно: 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 мг (в пересчете на фосфорсодержащую компоненту). В колбы с рабочими растворами добавляют 0,5 см³ концентрированной соляной кислоты и помещивают в течение 3 минут. Ставят колбы на разогретую плитку и кипятят в течение 5 минут. Затем вводят в кипящий раствор 3 см³ раствора гипохлорита натрия и кипятят в течение 1,5 ч, поддерживая объем раствора в колбе 40-50 см³ горячей дистиллированной водой. Растворы после окисления охлаждают и количественно переносят в делительные воронки, доводят общий объем раствора в воронке до 50 см³. Затем добавляют 2 см³ раствора аскорбиновой кислоты с массовой долей 5%, перемешивают, добавляют 5 см³ молибденового реагента и хорошо перемешивают. При этом наблюдается постепенное окрашивание растворов в голубой цвет. Через 10 минут в воронки вносят по 20 см³ изобутилового спирта. Встряхивают содержимое воронок в течение 1 минуты. После четкого разделения фаз отделяют нижний водный слой, а спиртовый слой сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³, куда предварительно вносят 1 см³ изопропилового спирта. Доводят объем раствора в колбе до метки изобутиловым спиртом, содержимое колб перемешивают и выдерживают 2 минуты, измеряют оптические плотности растворов при $\lambda = 670$ нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 50 мм, используя в качестве раствора сравнения изобутиловый спирт.

По результатам определений строят калибровочный график, откладывая по оси абсцисс содержание РИФ или РИФД (в пересчете на фосфорсодержащую компоненту) в мг, по оси ординат - оптическую плотность.

6. Проведение анализа

6.1. Для удаления нефти пробу помещают в делительную воронку и отделяют нижний водный слой. Объем пробы воды для анализа выбирают в зависимости от предполагаемой концентрации реагента.

В качестве холостой пробы используется проба воды того же месторождения, что и исследуемая вода, но не содержащая реагента. В случае нефтяных эмульсий, эмульсию отбирают в делительную воронку, оставляют на сутки, если разделение не произошло, нагревают на водяной бане до 60 °С, затем отделяют нижний водный слой. Окисление холостой пробы воды проводят также как и исследуемой. Объем исследуемой воды и холостой пробы для проведения анализа берется одинаковым.

Концентрация реагента, мг/дм ³	5	10	20
Объем пробы для анализа, см ³	20	10	5

6.2. Ход определения

Необходимый для анализа объем **пробы** воды вносят в термостойкие конические колбы вместимостью 250 см³, которые тщательно промыты хромовой смесью в день определения. Использовать посуду для других определений не рекомендуется. Объем в колбах доводят до 50 см³ дистиллированной водой, добавляют 0,5 см³ концентрированной соляной кислоты и помещивают в течение 3 минут, ставят колбы на разогретую плитку и кипятят в течение 5 минут. Затем вводят в кипящий раствор 3 см³ раствора гипохлорита натрия и кипятят в течение 1,5 часов, поддерживая объем раствора в колбе 40-50 см³ горячей дистиллированной водой. Раствор после окисления охлаждают и количественно переносят в делительную воронку вместимостью 250 см³, доводят объем в воронке до 50 см³. Затем добавляют 5 см³ раствора аскорбиновой кислоты с массовой долей 5% (а при высоком содержании ионов железа в пробе добавляют 20 см³ раствора аскорбиновой кислоты), перемешивают, добавляют 5 см³ молибденового реагента и хорошо перемешивают. Через 10 минут в

воронку вносят 20 см³ изобутилового спирта. Встряхивают содержимое воронок в течение 1 минуты. После четкого разделения фаз отделяют нижний водный слой, а спиртовый слой сливают в мерную колбу вместимостью 25 см³, куда предварительно вносят 1 см³ изобутилового спирта. Доводят объем раствора в колбе до метки пропиловым спиртом. Содержимое колбы перемешивают и измеряют оптическую плотность раствора как описано в п.5.5.

При проведении анализа пробы воды на остаточное содержание реагента необходимо вычитать значение оптической холостой пробы (D) из значения оптической плотности исследуемой воды (D_x):

$$D = D_x - D$$

По значению D определяют по графику содержание реагента (C), мг.

7. Обработка результатов

Концентрацию реагента РИФ или РИФД в пересчете на фосфорсодержащую компоненту (C_x) в мг/дм³ рассчитывают по следующей формуле

$$C_x = \frac{C \cdot 1000}{V}$$

где: C - содержание реагента, найденное по калибровочному графику, мг;

V - объем аликвоты пробы воды, взятой для анализа, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 2,4 мг/дм³. Пределы допустимого расхождения случайной составляющей погрешности измерений 0,7 мг/дм³, при доверительной вероятности P = 0,95.

М Е Т О Д И К А

экстракционно-фотометрического определения массовой концентрации дезмульгатора-ингибитора коррозии Реалон-МП

Принцип метода. Метод основан на образовании в кислой среде окрашенной в желтый цвет соли КПАВ, входящего в состав реагента РИП, с красителем бромфеноловым синим; экстракции её хлороформом и последующим фотометрированием хлороформенного экстракта.

1. Оборудование, материалы, реактивы

Фотоэлектроресистор КЭК-2-УХЛ-4,2;

Весы лабораторные общего назначения 2 класса точности по ГОСТ 24104-88;

Набор гирь 1-2-210 ГОСТ 7338-82;

Секундомер ТУ 25-1894.003-90;

Колба 2-25-2 ГОСТ 1770-74;

Колба 2-50-2 ГОСТ 1770-74;

Колба 2-500-2 ГОСТ 1770-74;

Воронка В-36-80 ХС ГОСТ 25336-82;

Воронка ВД-1-250 ГОСТ 25336-82;

Цилиндр 2-50 ГОСТ 1770-74;

Пипетка 5-1-1 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 6-1-2 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 7-1-2 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 3-1-5 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 3-1-10 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 7-1-10 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 7-1-20 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 7-1-25 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 3-1-50 ГОСТ 20292-74;

Фильтры бумажные ТУ 6-09-1706-82;

Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72;

Спирт этиловый по ТУ 6-09-1710-77;

Хлороформ по ГОСТ 20015-88;

Бромфеноловый синий, индикатор ТУ 6-09-1058-76 (ч.д.а.);

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор с молярной концентрацией эквивалента C(HCl)=0,2 моль/дм³ (0,2 н).

2. Подготовка к анализу

2.1. Приготовление раствора индикатора

бромфенолового синего

Навеску индикатора массой 0,025 г растворяют в этиловом спирте в мерной колбе вместимостью 25 см³. Раствор готовят ежедневно.

2.2. Приготовление стандартного раствора РИП

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят навеску РИП массой 0,05 г, растворяют в растворе этилового спирта с массовой долей 30%, доводят до метки раствором этилового спирта, перемешивают в течение 2 часов и оставляют на ночь.

2.3. Построение калибровочного графика

В делительную воронку вместимостью 250 см³ вносят последовательно 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 см³ стандартного раствора РИП, что соответствует содержанию РИП в мл в пробе: 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6. Далее в воронку добавляют отфильтрованную пластиную воду, не содержащую реагента (или используют модель минерализованной воды, соответствующую по солевому составу воде исследуемого месторождения), доводят общий объем раствора в воронке до 50 см³. Затем в воронку вносят 2,0 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента $C(HCl)=0,2$ моль/дм³, 0,5 см³ раствора индикатора и 10,0 см³ хлороформа. Воронку встряхивают 2 мин. После расслоения фаз хлороформный слой фильтруют через бумажные фильтры в кюветы с толщиной рабочего слоя 10 мм. Оптическую плотность экстректа измеряют при $\lambda = 400$ нм относительно холостой пробы. Для этого в делительную воронку вносят 50 см³ используемой воды без реагента.

На основании полученных данных строят калибровочный график, откладывая по оси ординат – значения оптической плотности (D), а по оси абсцисс – содержание РИП (C) в мл.

3. Проведение анализа

3.1. Подготовка пробы к анализу

Исследуемую пробу воды отделяют от нефти и фильтруют через бумажный фильтр. При необходимости фильтрование повторяют.

Если после отделения нефти проба окрашена и очень мутная, на каждые 50 см³ пробы добавляют 5 г кристаллического хлористого

натрия, хорошо встряхивают и оставляют на ночь. На следующий день фильтруют через бумажный фильтр.

Аналогичным образом готовят холостую пробу воды, не содержащую реагента и далее используют для получения раствора сравнения.

3.2. Ход определения

В зависимости от предполагаемого количества реагента соответствующую аликвоту подготовленной воды (например, при количестве реагента 50 мг/дм³ $V_{ал.} = 10$ см³, при 10 мг/дм³ $V_{ал.} = 50$ см³) вносят в делительную воронку. Доводят общий объем (по необходимости) в воронке до 50 см³ водой, которую использовали для построения калибровочного графика. Далее добавляют 2,0 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента $C(HCl)=0,2$ моль/дм³, 0,5 см³ индикатора, 10,0 см³ хлороформа и встряхивают воронку в течение 2 мин. Дав отстояться, фильтруют хлороформный экстрект в кювету с толщиной рабочего слоя 10 мм и измеряют оптическую плотность при $\lambda = 400$ нм. В качестве раствора сравнения используют холостую пробу, для приготовления которой в делительную воронку отбирают объем аликвоты, равный объему исследуемой воды, взятому для анализа.

4. Обработка результатов

По калибровочному графику находят содержание РИП в мг, соответствующее полученной величине оптической плотности (D). Массовую концентрацию реагента в воде (X) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V_{ал.}},$$

где C – содержание РИП, найденное по калибровочному графику, мг; $V_{ал.}$ – объем аликвоты воды, взятый для анализа, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое из двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 2 мг/дм³.

М Е Т О Д И К А

экстракционно-фотометрического определения массовой концентрации дезэмульгатора-ингибитора коррозии
Реапон-ИПД

Принцип метода. Метод основан на образовании в кислой среде окрашенной в желтый цвет соли КПАВ, входящего в состав реагента РИПД, с красителем бромфеноловым синим, экстракции её хлороформом и последующим фотометрированием хлороформного экстракта.

1. Оборудование, материалы, реактивы

Фотоэлектрочелюстиметр КФК-2-УХЛ-4,2;

Весы лабораторные общего назначения 2 класса точности по ГОСТ 24104-88;

Набор гирь Г-2-210 ГОСТ 7329-82;

Секундомер ТУ 25-1894.003-90;

Колба 2-25-2 ГОСТ 1770-74;

Колба 2-50-2 ГОСТ 1770-74;

Колба 2-500-2 ГОСТ 1770-74;

Воронка В-36-80 ХС ГОСТ 25336-82;

Воронка ВД-1-250 ГОСТ 25336-82;

Цилиндр 2-50 ГОСТ 1770-74;

Пипетка 5-1-1 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 5-1-2 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 7-1-2 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 3-1-5 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 3-1-10 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 7-1-10 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 7-1-20 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 7-1-25 ГОСТ 20292-74;

Пипетка 3-1-50 ГОСТ 20292-74;

Фильтры бумажные ТУ 6-09-1706-82;

Вода дистиллированная ГОСТ 6709-72;

Спирт этиловый по ТУ 6-09-1710-77;

Хлороформ по ГОСТ 20015-88;

Бромфеноловый синий, индикатор ТУ 6-09-1058-76 (ч.д.а.);

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77, раствор с молярной концентрацией эквивалента $S(HCl)=0,2$ моль/дм³ (0,2 н).

2. Подготовка к анализу

2.1. Приготовление раствора индикатора бромфенолового синего

Навеску индикатора массой 0,025 г растворяют в этиловом спирте в мерной колбе вместимостью 25 см³. Раствор готовят ежедневно!

2.2. Приготовление стандартного раствора РИПД

В мерную колбу вместимостью 50 см³ вносят навеску РИПД массой 0,05 г, растворяют в растворе этилового спирта с массовой долей 30%. доводят до метки раствором этилового спирта, перемешивают в течение 2 часов и оставляют на ночь.

2.3. Построение калибровочного графика

В делительную воронку вместимостью 250 см³ вносят последовательно 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 см³ стандартного раствора РИПД, что соответствует содержанию РИПД в мг в пробе: 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6. Далее в воронку добавляют отфильтрованную пластовую воду, не содержащую реагента (или используют модель минерализованной воды, соответствующую по соленому составу воде исследуемого месторождения), доводят общий объем раствора в воронке до 50 см³. Затем в воронку вносят 2,0 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента $S(HCl)=0,2$ моль/дм³ 0,5 см³ раствора индикатора и 10,0 см³ хлороформа. Воронку встряхивают 2 мин. После расслоения фаз хлороформный слой фильтруют через бумажные фильтры в кюветы с толщиной рабочего слоя 10 мм. Оптическую плотность экстракта измеряют при $\lambda=400$ нм относительно холостой пробы. Для этого в делительную воронку вносят просто 50 см³ используемой воды без реагента.

На основании полученных данных строят калибровочный график, откладывая по оси ординат - значения оптической плотности (D), а по оси абсцисс - содержание РИПД (C) в мг.

3. Проведение анализа

3.1. Подготовка пробы к анализу

Исследуемую пробу воды отделяют от нефти и фильтруют через бумажный фильтр. При необходимости фильтрование повторяют.

Если после отделения нефти проба окрашена и очень мутная, на

М Е Т О Д И К А

каждые 50 см³ пробы добавляют 5 г кристаллического хлористого натрия, хорошо встряхивают и оставляют на ночь. На следующий день фильтруют через бумажный фильтр.

Аналогичным образом готовят холодную пробу воды, не содержащую реагента и далее используют для получения раствора сравнения.

3.2. Ход определения

В зависимости от предполагаемого количества реагента соответствующую аликвоту подготовленной воды (например, при количестве реагента 50 мг/дм³ $V_{ал.} = 5 \text{ см}^3$, при 10 мг/дм³ $V_{ал.} = 50 \text{ см}^3$) вносят в делительную воронку. Доводят общий объем (по необходимости) в воронке до 50 см³ водой, которую использовали для построения калибровочного графика. Далее добавляют 2,0 см³ раствора соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента $S(\text{HCl}) = 0,2 \text{ моль/дм}^3$, 0,5 см³ индикатора, 10,0 см³ хлороформа и встряхивают воронку в течение 2 мин. Дав отстояться, фильтруют хлороформенный экстракт в кювету с толщиной рабочего слоя 10 мм и измеряют оптическую плотность при $\lambda = 400 \text{ нм}$. В качестве раствора сравнения используют холодную пробу, для приготовления которой в делительную воронку отбирают объем аликвоты, равный объему исследуемой воды, взятому для анализа.

4. Обработка результатов

По калибровочному графику находят содержание РИПД в мг, соответствующее полученной величине D . Массовую концентрацию реагента в воде (X) в мг/дм³ вычисляют по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V_{ал.}},$$

где C – содержание РИПД, найденное по калибровочному графику, мг;

$V_{ал.}$ – объем аликвоты воды, взятый для анализа, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое из двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 2 мг/дм³.

определения деэмульгирующей способности реагентов с целью установления их относительной эффективности

1. Назначение методики

Методика предназначена для проведения анализа деэмульгирующей активности реагентов:

- в процессе теплохимической деэмульсации;
- при обработке эмульсии при низких температурах путем продолжительного контактирования с реагентом.

2. Аппаратура, реактивы и растворы

Весы лабораторные общего назначения 3 класс точности по ГОСТ 24104-88;

титратор;
центрифуга ручная;
термостат с системой терморегулирования;
термометр по ГОСТ 28498-90;
колба 2-100-2 по ГОСТ 1770-74Е;
колба 2-200-2 по ГОСТ 74Е;
цилиндр 4-50 по ГОСТ 1770-74;
стаканы В(Н)-1-50 ТС по ГОСТ 25336-82;
стакан В(Н)-1-600 ТС по ГОСТ 25336-82;
пробирки П-1-10-0,2 ХС по ГОСТ 1770-74;
пинетка 4-2-1 и 4-2-2 по ГОСТ 20292-74;
палочки стеклянные НС-Р по ГОСТ 25336-82;
спирт изопропиловый ТУ 6-09-402-87;
кешилол каменноугольный по ГОСТ 9949-76;
толуол по ГОСТ 5789-78;
деэмульгаторы-ингибиторы коррозии, подлежащие испытанию.

3. Выбор объекта исследования

Исследование деэмульгирующей способности реагентов проводят на естественных эмульсиях с массовой долей эмульгированной воды от 20 до 50%.

Эмульсия для проведения исследования эффективности реагентов отбирается из отдельной скважины или групповой установки (ГУ) и

должна отмечаться постоянством устойчивости содержания воды, степени дисперсности и минерализации водной фазы. Время от момента отбора проб эмульсии до начала проведения испытания не должно превышать 3 часов.

4. Подготовка к анализу

Приготовление раствора испытуемого реагента (в лаборатории)

Для точной дозировки реагента в навеску эмульсии и достижения наилучшего контактирования реагента с эмульгированной водой, исследуемый реагент используется в виде растворов с массовой долей 0,5% или 1,0% в смеси изопропилового спирта и ксилола в соотношении 1:3. В стакан вместимостью 50 см³ на лабораторных весах берется навеска исследуемого реагента ($1 \pm 0,01$) г.

Навеска реагента растворяется в 20–30 см³ растворителя и переливается в мерную колбу вместимостью 100 см³ или 200 см³, в зависимости от того готовится раствор с массовой долей 1% или 0,5%. Стакан обмывается 3 раза по 20 см³ растворителем, который также сливается в мерную колбу, раствор доводится растворителем до метки.

5. Определение эффективности деэмульгатора в процессе теллохимической деэмульсации

В цилиндры вместимостью 50 см³ отбирают пробы водонефтяной эмульсии 50 см³. В пробы эмульсии вводятся заданный объем раствора исследуемого реагента, приготовленного по п.4. Одновременно ставится серия проб с различной массовой концентрацией деэмульгатора. Раствор деэмульгатора в пробу водонефтяной эмульсии вводится с помощью пипетки. Удельный расход деэмульгатора подбирается таким образом, чтобы каждый последующий расход был в 1,5 раза выше предыдущего. Такая постановка эксперимента позволяет построить кривую обезвоживания.

Проба эмульсии перемешивается с деэмульгатором вручную (10 минут). Затем пробы эмульсии помещают в термостат при заданной температуре опыта (40°C или 60°C). Отстаивание проб эмульсии осуществляется при заданной температуре в течение 1–2 часов. Заданная температура отстаивания поддерживается с точностью $\pm 2^\circ\text{C}$.

с помощью контактного термометра и электромагнитного реле.

Через 15,30 и 60 минут после начала отстаивания отмечается объем свободно выделившейся воды. По истечении времени отстаивания пробы эмульсии вынимаются из термостата, крупные капли воды, осевшие на стенках отстойников сбиваются стеклянной палочкой вниз.

После этого производится отбор проб обезвоженной нефти. Общее время с момента извлечения проб из термостата до операции отбора обезвоженной нефти не должно превышать 30 минут. Непосредственно перед отбором проб измеряется объем выделившейся воды.

Объемная доля остаточной воды в нефти определяется с помощью центрифуги: пробы воды разбавляют толуолом 1:1 с добавкой реагента (100 г/т).

6. Определение эффективности деэмульгатора при обработке нефти путем продолжительного контактирования эмульсии с реагентом

Пробы водонефтяной эмульсии 50 см³ отбирают в отстойники вместимостью 50 см³. Затем вводится заданный объем раствора исследуемого реагента. Одновременно ставится серия проб с различной массовой концентрацией деэмульгатора в каждой пробе, что позволяет получить полную картину обработки нефти без нагревания.

Пробы эмульсии, обработанные реагентом перемешиваются вручную (10 минут). После этого эмульсии отстаиваются в течение 1–2 часов при заданной температуре опыта (от 5°C до 30°C).

Через 15,30 и 60 минут после начала отстаивания, отмечается объем свободно выделившейся воды. По истечении времени отстаивания пробы эмульсии, крупные капли воды, осевшие на стенках отстойников сбиваются стеклянной палочкой вниз.

После этого производится отбор проб обезвоженной нефти, непосредственно перед отбором проб измеряется объем выделившейся воды.

Объемная доля остаточной воды в нефти определяется с помощью центрифуги: пробы нефти разбавляют толуолом 1:1 с добавкой реагента (100 г/т).

7. Вычисление результатов измерений

Определение деэмульгирующей способности реагентов проводится дважды и рассчитываются результаты (средние) двух определений.

Результаты опытов представляются в виде таблицы, показывающей динамику отделения воды в процессе отстаивания через 30 мин, 1 час и по окончании отстаивания, которая выражается объемом выделившейся воды (а) в процентах и рассчитывается по формуле

$$a = \frac{W_{\text{выд}}}{W_{\text{исх}}} \cdot 100,$$

где $W_{\text{выд}}$ - объем выделившейся воды, см^3 ;

$W_{\text{исх}}$ - объем воды в исходной эмульсии, см^3 .

Остаточное водосодержание ($W_{\text{ост}}$) в процентах может быть рассчитано по формуле

$$W_{\text{ост}} = \frac{W_{\text{исх}} - W_{\text{выд}}}{Q_{\text{исх}} - W_{\text{выд}}} \cdot 100,$$

где $W_{\text{исх}}$ - объем воды в исходной эмульсии, см^3 ;

$W_{\text{выд}}$ - объем выделившейся воды, см^3 ;

$Q_{\text{исх}}$ - объем пробы исходной эмульсии, см^3 .

М Е Т О Д И К А

определения защитного действия дезмульгатора-ингибитора коррозии Реалон-И электрохимическим методом

Метод заключается в измерении величины поляризационного сопротивления исследуемых электродов в неингибированной среде с последующей оценкой защитного действия.

1. Аппаратура, материалы и реактивы

Установка, в комплект которой входят:

измеритель скорости коррозии Р-5035;

электрохимическая ячейка (рис.1), представляющая собой стеклянный сосуд с боковыми отводами и горловиной, притертой под резиновую пробку номер 45.

стержневой измерительный преобразователь лабораторного типа (рис.2), состоящий из корпуса (1), выполненного из оргстекла или тефлона, в который ввинчены и залиты эпиксидной смолой стойки из углеродистой стали (2) с гнездами для подключения к измерителю скорости коррозии. На стойки привинчиваются через резиновые уплотнения (3) и резиновые прокладки (4) исследуемые электроды (5), представляющие собой металлические стержни из стали марок Ст 3 по ГОСТ 380 или Ст 10, 20, 08 КП по ГОСТ 10504 диаметром $(6 \pm 0,01)$ мм и длиной $(45 \pm 0,01)$ мм. Измерительный преобразователь вставляется в резиновую пробку номер 46 по ТУ 38-1051835-88;

магнитная мешалка по ТУ 25-11-834-80;

кислота соляная по ГОСТ 3118-77. Раствор с массовой долей 15%;

спирт этиловый по ГОСТ 18300-87;

бумага фильтровальная по ГОСТ 12026-76;

шкурка шлифовальная по ГОСТ 6456-82 или по ГОСТ 5009-82.

1.2. Подготовка к испытаниям

1.2.1. Отобранные в контрольных точках образцы водонефтяной эмульсии переливают в делительные воронки для отделения водной фазы. Расслаивание водонефтяной эмульсии можно производить в стеклянных банках, плотно закрытых крышкой.

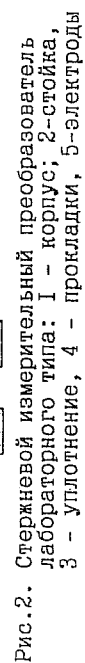


Рис. 1

Отделившуюся воду из делительных воронок (или стальных банок) с помощью шланга, опущенного на дно воронки (банки) переливают в электрохимическую ячейку в объеме, достаточном для её заполнения с небольшим переливом.

1.2.2. Подготовка исследуемых электродов

Рабочую поверхность электродов непосредственно перед испытанием зачищают шкуркой, навинчивают на измерительный преобразователь, обезжиривают этиловым спиртом. Обезжиренные электроды помещают в раствор соляной кислоты с массовой долей 15% до покрытия электродов пузырьками газа и тщательно промывают проточной водой.

1.3. Проведение испытаний

Испытание проводят в неингибируемой и ингибируемой испытуемых средах.

Измерительный преобразователь с электродом, подготовленным по п.1.2.2 помещают в электрохимическую ячейку, заполненную испытуемой средой по п.1.2.1, включают магнитную мешалку, подключают измерительный преобразователь к измерителю скорости коррозии Р-5035 и начинают замеры поляризационного сопротивления (Р).

При проведении испытаний в неингибируемой среде замеры проводят с интервалом 10-15 мин до получения установившегося значения поляризационного сопротивления, т.е. до тех пор, когда показания прибора в течение часа будут отличаться не более чем на 10-15%.

При проведении испытаний в ингибируемой среде замеры поляризационного сопротивления проводят каждые 30 мин в течение 5-6 часов до получения установившегося значения.

1.4. Обработка результатов

Защитное действие (Z) в процентах вычисляют по формуле

$$Z = \frac{R_I - R_0}{R_I} \cdot 100,$$

где R_I - поляризационное сопротивление в среде с ингибитором, ом;

R_0 - поляризационное сопротивление в среде без ингибитора, ом;

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное расхождение между которыми не превышает допускаемое расхождение, равное 1,5%.

Допускаемая абсолютная суммарная погрешность результата анализа $\pm 0,6\%$ при доверительной вероятности $P=0,95$.

Заказ 169

Тираж 100 экз.

Офсетная лаборатория Казанского государственного
технологического университета

420015, Казань, К.Маркса, 68