

МИНИСТЕРСТВО НЕФТЯНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Башкирский государственный научно-исследовательский и  
проектный институт нефтяной промышленности

/БАШНИИПНЕФТЬ/

УТВЕРЖАЮ:

Заведующий института нефтя-  
ной промышленности

А. В. Валиханов

"14" *моя* 1979г.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ИНГИБИТОРОВ ОТЛОЖЕНИЯ  
СОЛЕЙ И ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ ХИМРЕАГЕНТОВ В  
ПЛАСТОВЫХ И ПРЭСНЫХ ВОДАХ

Методика контроля

РД 39-I-237-79

1979

РАЗРАБОТАН

Директор

Зам. директора

Зав. группой стандартизации

Ответственные исполнители:

зав. отделом

старший инженер

инженер

ВНЕСЕН

Зам. начальника

Ведущий специалист

ПОДГОТОВЛЕН К УТВЕРЖДЕНИЮ

Зам. начальника

Зав. отделом научно-исследовательских институтов

Зав. отделом стандартизации

СОГЛАСОВАНО

Главный инженер

Зав. отделом стандартизации

Главный инженер

Нач. отдела добычи нефти

Инженер стандартизации

УТВЕРЖДЕН

Зам. министра

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ ПРИКАЗОМ

Башкирским государственным научно-исследовательским и проектным институтом нефтяной промышленности  
/БАШКИРНЕФТЬ/

Г. А. Есбаляи

Н. Ф. Кагарманов

А. Э. Андрианова

С. Ф. Ляшин

Г. В. Галеева

Р. Г. Вахитова

Управлением по развитию техники, технологии и организации добычи нефти и газа

В. Д. Москвин

О. Е. Бекова

Техническим управле

В. Д. Барановский

Б. К. Вслонин

В. М. Фролов

ВНИИ

М. А. Кузнецов

В. С. Уголев

Башнефть

М. Н. Галлямов

Ю. И. Толкачев

Р. И. Кумылганова

Министерством нефти

А. В. Рахманов

Министерства нефтян  
от 28.08.1979г. № 41

## А Н Н О Т А Ц И Я

Фирма "Ессо" для определения содержания ингибиторов отложения солей Корексит 7642 в пластовых водах передала методические указания. Однако использование этой методики было затруднено из-за отсутствия фирменного оборудования и реактивов, состав которых запатентован (например, амнио-порошковый реагент, фирмы "Халтон" каталог ЛН - 5031).

Фирма "Петролайт" предложила для определения содержания § P-181, § P-203, § P-191, метод основанный на титровании пластовых вод раствором хлористого скандия ( $ScCl_3$ ). Дефицитность этого реагента, высокая стоимость, влияние минерализации пластовой воды, присутствие следов ионов железа, нефти, нечеткость перехода окраски и т.п.) явилось причиной невозможности широкого применения этого метода контроля на практике.

Данная методика предназначена для контроля за содержанием в пластовых (пресных) водах ингибиторов отложения солей, имеющих в своем составе фосфорорганические соединения.

Метод основан на превращении этих соединений при кипячении с продуктом "Белизна" (5-процентный раствор гипохлорида натрия) в ортофосфаты, которые затем определяются колориметрически.

Методика контроля разработана сотрудниками отдела добычи нефти и газа БашНИИнефть ст. инженером Галеевой Г.В. и инженером Вахитовой Р.Г.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ИНГИБИТОРОВ  
ОТЛОЖЕНИЯ СОЛЕЙ И ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ  
ХИМРЕАГЕНТОВ В ПЛАСТОВЫХ И ПРЕСНЫХ  
ВОДАХ

РД 39 - I-237-79

Вводится впервые

Методика контроля

Приказом Министерства нефтяной промышленности  
от 28.08.79. № 422

Срок введения с 01.12.79.

Данная методика разработана для определения содержания ингибиторов отложения солей SP-203, SP-181, SP-191 фирмы "Петролайт", Корексит 7642 фирмы "Ессо", химреагентов отечественного производства (например, НТФ, ПАФ-1, ОЭДФ и т.п.) и ингибиторов содержащих фосфорорганические соединения (эфирн. фосфонаты и т.п.) в пластовых и пресных водах.

I. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ

I.1. Определение количественного содержания ингибиторов отложения солей в пластовой (пресной воде) проводится следующим образом:

- анализируемую пробу воды следует подкислить соляной кислотой;
- кипятить в течение 45 мин. с продуктом "Белизна" (5-процентный водный раствор гипохлорита натрия). При этом фосфорорганические соединения превращаются в ортофосфаты;
- определить содержание ортофосфатов колориметрическим методом.

I.2. Методика позволяет определять содержание фосфорорганических соединений в количествах от 3 мг/л и более в пластовых и пресных водах.

## 2. НЕОБХОДИМОЕ ХИМИКО-ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ

Колбы конические, термостойкие емк. 250 мл 6-10 шт.  
Стеклолитые бусинки (диаметр 4-6 мм) из сплошного стекла 50-100 шт.  
Мерные колбы емк. 100 мл 6-10 шт.  
Воронки стеклянные диаметром 70-100 мм, 6-10 шт.  
Цилиндры емк. - 1, 2, 5, 10 мл.  
Электрическая плита с терморегулятором - 2 шт.

## 3. НЕОБХОДИМЫЕ РЕАКТИВЫ

Соляная кислота ( $HCl$ ), ГОСТ 3118-67  
Продукт "Беллана" для бытовых нужд, выпускаемый Уфимским хим. заводом содержит 5% гипохлорита натрия, ТУ6-15-75-73  
Аммоний молибденовокислый  $(NH_4)_6 Mo_7 O_{24} \cdot 4H_2O$  "хч" ГОСТ 3765-72  
Аскорбиновая кислота, пищевая ГОСТ 4815-76  
Серная кислота, "чда", ГОСТ 4204-77  
Сурьма треххлористая ( $SbCl_3$ ) "ч", ТУ6-09-336-71  
Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72  
Трилон "Б"  $C_{10}H_{14}O_8 N_2 Na_2 \cdot 2H_2O$ , ГОСТ 10652-63

## 4. УДАЛЕНИЕ ПРИМЕСЕЙ, НЕФТИ И СЕРОВОДОРОДА

- механические примеси и нефть удаляют фильтрацией через бумажный фильтр;
- сероводород удаляют кипячением проб.

## 5. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРА МОЛИБДАТА АММОНИЯ

5.1. Прилить к 300 мл дистиллированной воды при перемешивании 144 мл концентрированной серной кислоты. Охладить этот раствор приблизительно до 20°C.

5.2. 12,5 г молибдата аммония растворить в 200 мл дистиллированной воды.

5.3. 0,235 г хлорида сурьмы растворить в 100 мл дистиллированной воды.

5.4. Слить растворы, приготовленные по пп.5.1, 5.2, 5.3 в мерную колбу емкостью 1 л и довести объем раствора в колбе до метки, приливая дистиллированную воду.

5.5. Реактив хранить в склянке из темного стекла.

#### 6. ПРИГОТОВЛЕНИЕ 5-ПРОЦЕНТНОГО РАСТВОРА АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ

6.1. Растворить 5 г аскорбиновой кислоты в 95 мл дистиллированной воды в мерной колбе емк.100 мл.

6.2. Хранить раствор на холоде.

6.3. При пожелтении раствор готовить заново.

#### 7. ПРИГОТОВЛЕНИЕ 10-ПРОЦЕНТНОГО РАСТВОРА ТРИЛОНА Б

7.1. Растворить 10 г трилона Б в 90 мл дистиллированной воды, в колбе емк.100 мл.

#### 8. ПОСТРОЕНИЕ КАЛИБРОВОЧНОЙ КРИВОЙ

8.1. Приготовить 0,1-процентный раствор реагента ( ЗР-181, ЗР-203, ЗР-191, Корексил 7642, НТФ и др.). Для этого в мерную колбу поместить 100 мг реагента и довести объем до 100 мл дистиллированной водой ( 1 мл раствора содержит 1 мг реагента).

8.2. В ряд конических колб взять по 0; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мл приготовленного раствора реагента и добавить по 50 мл пластовой воды (при содержании ионов железа в воде не более 30 мг/л), а при содержании ионов железа 30-60 мг/л добавить по 2С мл пластовой воды, 1 мл 10-процентного раствора трилона Б и по 30 мл дистиллированной воды.

8.3. Ввести в пробирки по 0,5 мл концентрированного раствора соляной кислоты и встряхивать растворы в течение 3-х минут.

8.4. Затем в колбы прлить еще по 50 мл дистиллированной воды (общий объем пробирки составит 100 мл).

8.5. Опустить в раствор 15-20 стеклянных бусинок.

8.6. Колбы с растворами поместить на плитки, довести до кипения и кипятить 5 минут.

8.7. Затем в кипящий раствор добавляют 3,5 мл реагента "Белизна" и в течение 45 минут все пробы интенсивно кипятят ( в присутствии ионов железа растворы приобретают желтую окраску). Объем проб уменьшится примерно до 50 мл и должен поддерживаться в этом пределе путем периодического добавления горячей дистиллированной воды.

8.8. По истечении 45 минут пробы охладить до комнатной температуры, перенести в ряд мерных колб емкостью 100 мл. Тщательно сполоснуть конические колбы многократно дистиллированной водой, которую также влить в эти же мерные колбы. Довести объемы в колбах до 80-85 мл.

8.9. К каждой пробе прилить 2 мл раствора аскорбиновой кислоты, переменить, добавить 5 мл раствора молибдата аммония и довести объемы растворов в колбах до метки дистиллированной водой. Тщательно перемешать пробы. При этом наблюдается окрашивание растворов от голубого до синего цвета.

8.10. Через 10 минут определять величину оптической плотности на спектрофотометре (фильтр № 9,  $\lambda$  в 680 нм, кювета с толщиной слоя 10 мм).

8.11. По результатам определения построить калибровочную кривую в координатах: оптическая плотность - содержание ингибитора мг в 100 мл (емкость мерной колбы 100 мл)

## 9. ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ

9.1. Для определения содержания ингибиторов солистолюбивей (фосфорорганических соединений) в пластиковых и пресных водах взять пробу объемом 50 мл в конические термостойкие колбы (емк. 250 мл) при содержании ионов железа не более 30 мг/л. При содержании ионов железа 30-60 мг/л взять пробу объемом не более 20 мл, добавить 1 мл 10-процентного раствора трилона Б и довести объем до 50 мл дистиллированной водой. Содержание ингибитора во взятой пробе не должно превышать 2 мг.

9.2. Если содержание ингибитора превышает 2 мг, взять в колбу меньшее количество пробы и довести ее объем до 50 мл дистиллированной водой.

9.3. Для анализа брать 2 параллельные пробы.

9.4. Далее определение веса по пп.8.3-8.10.

9.5. Зная величину оптической плотности, по калибровочной кривой определять содержание данного фосфорорганического соединения в пробе пластовой (пресной) воды, в мг.

9.6. Расчет содержания ингибитора в пластовой воде производится по формуле:

$$\frac{A \cdot 1000}{V}, \text{ мг/л}$$

где А - содержание ингибитора, найденное по калибровочной кривой, мг во взятой на анализ пробе.

V - объем взятой на анализ пробы воды, мл

1000 - множитель для перевода результата в мг/л.

Директор Башниппетфти, д.т.н., профессор	<i>М. М. Мамедов</i>	Г.А. БАБАЛИН
Специалист по стандартизации	<i>А. Ф. Ф.</i>	А.Э. АНДРИАНОВА
Руководитель разработки начальник отдела добычи	<i>А. М. М.</i>	С.Ф. ЛЕЖИДИ
Ст. инженер	<i>Т. М. М.</i>	Г.В. ГАЛЕЕВА
Инженер -	<i>Р. Т. Т.</i>	Р.Т. ВАХИТОВА

СОГЛАСОВАНО :

Главный инженер  
объединения Башнефть

Начальник отдела добычи  
нефти объединения Башнефть

- Специалист по стандартизации

*М. Н. Г.*  
М.Н. ГАЛЛИЛОВ

*Д. И. Т.*  
Д.И. ТОЛКАЧЕВ

*Р. И. К.*  
Р.И. КУМЫГАНОВА



СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
1. ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ .....	1
2. НЕОБХОДИМОЕ ХИМИКО-ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ .....	2
3. РЕАКТИВЫ .....	2
4. УДАЛЕНИЕ МЕХРИМЕСЕЙ, НЕФТИ И СЕРОВОДОРОДА .....	2
5. ПРИГОТОВЛЕНИЕ РАСТВОРА МОЛИБДАТА АММОНИА .....	2
6. ПРИГОТОВЛЕНИЕ 5-ПРОЦЕНТНОГО РАСТВОРА АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ .....	3
7. ПОСТРОЕНИЕ КАЛИБРОВОЧНОЙ КРИВОЙ .....	3
8. ХОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФОРОРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕ- НИЙ .....	4

ЛИСТ РЕГИСТРАЦИИ ИЗМЕНЕНИЙ

Изм.	номера листов				Номер документа	Подпись	Дата
	измененных	замененных	новых	актуализированных			