

Текст ОСТ 39-231-89:

Отраслевой стандарт ОСТ 39-231-89

Вода для заводнения нефтяных пластов. Определение содержания механических примесей в речных и промышленных водах

(утв. приказом Министерства нефтяной промышленности от 6 февраля 1989 г. N 100)

Дата введения 1 июля 1990 г.

Введен впервые

1. Сущность метода анализа
2. Отбор проб
3. Средства измерений, оборудование, материалы и реактивы
4. Методика определения содержания механических примесей
5. Регистрация результатов
6. Обработка результатов анализа
7. Требования безопасности

Приложение 1 Форма журнальной записи

Приложение 2 Схема установки для фильтрования под вакуумом

Настоящий стандарт распространяется на анализ качества речных и промышленных вод, применяемых для заводнения нефтяных пластов и устанавливает метод определения содержания механических примесей в этих водах.

Стандарт обязателен для всех предприятий и организаций Министерства нефтяной промышленности, осуществляющих лабораторный контроль качества воды, закачиваемой в пласты.

1. Сущность метода анализа

1.1. Количественное определение механических примесей в речных водах основано на фильтрации пробы воды через бумажный фильтр с последующей промывкой дистиллированной водой и взвешивании осадка после указанных операций.

1.2. Количественное определение механических примесей в промышленных водах, содержащих нефть, основано на экстрагировании нефтепродуктов хлороформом, фильтрации пробы через бумажный фильтр, промывке фильтра дистиллированной водой, высушивании фильтра и взвешивании осадка после указанных операций.

2. Отбор проб

2.1. Отбор проб воды производят через пробоотборный кран из трубопровода, по которому подается вода, подготовленная для закачки в пласты. Пробу отбирают после свободного спуска воды из крана не менее 5 минут.

2.2. Объем пробы воды должен быть 500-1000 мл.

2.3. Пробы воды отбирают в чистую стеклянную или полиэтиленовую емкость соответствующей вместимости с пробками.

2.4. Емкости при отборе проб заполняют под пробку.

2.5. Проба воды должна быть исследована сразу после ее отбора. При невозможности исследовать пробу непосредственно после отбора, следует ее законсервировать 10 мл 0,1% водного раствора Трилона Б.

2.6. При отборе проб воды производят запись в журнале. Копии записи прилагают к отобраным пробам. Запись должна содержать следующие сведения: Дату отбора пробы (год, месяц, число и час) , место отбора проб (водовод, кусовая насосная станция, очистные сооружения и т.д.) , должность и подпись лица, производившего отбор пробы. Форма журнальной записи приведена в приложении 1.

3. Средства измерений, оборудование, материалы и реактивы

Весы аналитические различных марок.

Шкаф сушильный с регулятором температуры.

Емкости стеклянные или полиэтиленовые вместимостью 500 и 1000 мл.

Посуда мерная лабораторная стеклянная - по ГОСТ 1770-74Е: колбы мерные, вместимостью 50 и 100 мл, цилиндры мерные, вместимостью 50 и 500 мл.

Посуда и оборудование лабораторные стеклянные - по ГОСТ 25336-82Е: воронки делительные вместимостью 1000-2000 мл, воронки лабораторные, капельница, бюксы, колбы с тубусом (колба Бунзена) вместимостью 1000 мл, пробирки, эксикатор, насос водоструйный.

Промывалка.

Воронка Бюхнера - по ГОСТ 9147-80Е.

Трубка резиновая диаметром 8 мм.

Фильтр бумажный "синяя лента" - по ТУ 6-09-1678-77.

Кальций хлористый - по ГОСТ 450-77.

Хлороформ - по ГОСТ 20015-74.

Серебро азотнокислое - по ГОСТ 1277-75.

Ацетон - по ТУ 6-09-3513-82.

Вода дистиллированная - по ГОСТ 6709-72.

Реактивы, применяемые для анализа, должны быть классификации "чистые для анализа" (ч.д.а.)

4. Методика определения содержания механических примесей

4.1. Подготовка к анализу

4.1.1. Фильтр бумажный "синяя лента" помещают в бюкс и сушат в течение 2-х часов в сушильном шкафу при температуре 105°C до постоянной массы, после чего бюкс закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течении 30 минут и взвешивают с точностью до 0,0004 г. Операцию взвешивания и высушивания повторяют до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г. Повторные высушивания фильтра производят в течение 30 минут.

4.1.2. Приготовление раствора азотнокислого серебра: 1,7 г азотнокислого серебра растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

4.2. Проведение анализа речных вод

4.2.1. Фильтрацию пробы воды через бумажный фильтр производят с помощью установки для фильтрования под вакуумом (приложение 2). Бумажный фильтр складывают соответственно внутренней поверхности воронки Бюхнера, затем увлажняют и прижимают к стенке воронки.

4.2.2. После окончания фильтрования емкость, в которой была проба воды и пробку ополаскивают несколькими порциями дистиллированной воды и фильтруют через тот же бумажный фильтр.

4.2.3. Фильтр с осадком промывают дистиллированной водой до отрицательной реакции на хлор-ион (реакция с азотнокислым серебром).

4.2.4. Фильтр с осадком в бюксе сушат в сушильном шкафу при температуре 105-110°C до постоянной массы и взвешивают.

4.3. Проведение анализа промышленных вод

4.3.1. Пробу воды переливают в делительную воронку. Механические примеси, оставшиеся на пробке и стенках емкости, смывают хлороформом и дистиллированной водой в ту же делительную воронку.

4.3.2. В делительную воронку добавляют 20-25 мл хлороформа.

4.3.3. Содержимое делительной воронки тщательно перемешивают для экстракции из воды нефтепродуктов. После отстаивания в течение 2-3 минут экстракт фильтруют через бумажный фильтр, подготовленный по п. 4.2.1 без слива промежуточного слоя. Экстракцию повторяют несколько раз до получения бесцветного экстракта.

4.3.4. После завершения экстракции, через тот же бумажный фильтр фильтруют небольшими порциями промежуточный слой. Допускается попадание на фильтр из делительной воронки небольшого количества воды.

4.3.5. После окончания фильтрации промежуточного слоя бумажный фильтр смачивают 10-15 мл ацетона и профильтровывают всю пробу воды из делительной воронки.

4.3.6. Фильтр с осадком, не вынимая из воронки Бюхнера, помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре 60°C в течение 30 минут.

4.3.7. Воронку Бюхнера с подсушенным бумажным фильтром снова помещают в установку для фильтрования под вакуумом. Фильтр с осадком отмывают при комнатной температуре дистиллированной водой до отрицательной реакции на хлор-ион.

4.3.8. Фильтр с осадком сушат на воздухе до воздушно-сухого состояния и переносят в бюкс, в котором проводили взвешивание пустого бумажного фильтра.

4.3.9. Фильтр с осадком в бюксе сушат в сушильном шкафу при температуре 105-110°C до постоянной массы и взвешивают.

5. Регистрация результатов

Результаты анализов вод записывают в журнале в соответствии с приложением 1.

6. Обработка результатов анализа

Содержание механических примесей в речных и промышленных водах (X) в миллиграммах на литр вычисляют по формуле

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 1000}{V}$$

где m_1 - масса бюкса с фильтром и осадком, мг

m_2 - масса бюкса с фильтром без осадка, мг

V - объем пробы воды, взятый на анализ, мл

7. Требования безопасности

7.1. Анализы производят в вытяжном шкафу по ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ "Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности", ГОСТ 12.0.003-74 "Опасные и вредные производственные факторы" .

7.2. К самостоятельной работе в химических лабораториях допускаются лица, прошедшие инструктаж, обучение безопасным методам и сдавшие экзамен на допуск к самостоятельной работе согласно "Положению о порядке обучения работников Миннефтепрома безопасным методам работы".

7.3. Легковоспламеняющиеся и горючие жидкости хранят в толстостенных банках, с четкими надписями наименования содержащегося в них вещества. Банки должны быть закрыты притертыми пробками, заполненными на 0,75 ее объема. Банки помещают в специальный металлический ящик, дно которого выложено асбестом.

7.4. Все работы с ацетоном и хлороформом производят в вытяжном шкафу при работающей вентиляции.

7.5. Все работы с использованием вакуума следует обязательно проводить в защитных очках.

Приложение 1

Рекомендуемое

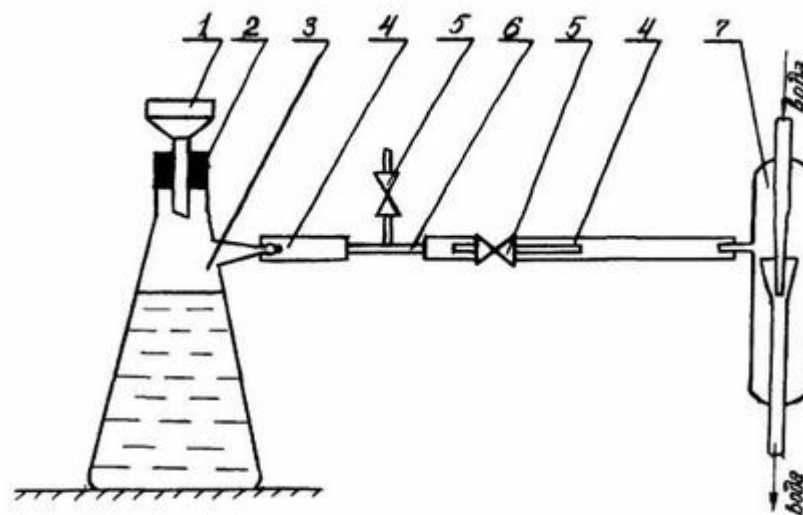
Форма журнальной записи

Дата отбора пробы	Время отбора проб, час	Место отбора проб	Количество проб, взятых на анализ, шт.	Содержание механических примесей, мг/л	Должность и подпись производившего отбор проб
-------------------	------------------------	-------------------	--	--	---

Приложение 2

Рекомендуемое

Схема установки для фильтрования под вакуумом



1 - воронка Бюхнера; 2- пробка резиновая;
3 - колба Бунзена; 4 - шланг вакуумный
резиновый; 5 - краны; 6 - тройник; 7 - водо-
струйный насос