

УТВЕРЖДЕНО

Министерством нефтяной промышленности

Заместитель Министра

А. В. Валлианов

18 " декабря 1981 г.

ВОДА ДЛЯ ЗАВОДНЕНИЯ НЕФТЯНЫХ ПЛАСТОВ.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НЕФТИ В ПРОМЫСЛОВОЙ  
СТОЧНОЙ ВОДЕ.

ОСТ 39-133-81

Всесоюзный нефтегазовый научно-исследовательский институт /ВНИИ/

Директор

Г. Г. Вахитов

Руководитель сектора  
стандартизации

В. С. Уголев

Руководители разработки:

руководитель лаборатории методов  
очистки сточных вод и водоподго-  
товки

В. Г. Перевалов

руководитель сектора  
стандартизации

В. С. Уголев

Исполнители:

И. И. Малкина

А. Ф. Дядькова

В. Л. Чичеров

П. В. Дергунов

А. И. Горюпов

СОГЛАСОВАНО:

Всесоюзным научно-исследовательским институтом организации,  
управления и экономики нефтяной промышленности /ВНИИОЭНГ/

Зам. директора

А. П. Смирнов

Управлением разработкой  
нефтяных и газовых месторождений  
Миннефтепрома  
Начальник управления

В. Е. Лещенко

Управлением по развитию техники  
и организации добычи нефти и газа  
Миннефтепрома  
Начальник управления

В. В. Гнатченко

Техническим Управлением Миннефтепрома

В. Н. Байдинов

УДК 628.3.024:543.3:622.246.43

Группа НО9

О Т Р А С Л Е В О Й    С Т А Н Д А Р Т

ВОДА ДЛЯ ЗАВОДНЕНИЯ НЕФТЯНЫХ  
ПЛАСТОВ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖА-  
НИЯ НЕФТИ В ПРОМЫСЛОВОЙ СТОЧ-  
НОЙ ВОДЕ

О С Т 39-133-81

Вводится впервые

Приказом Министерства нефтяной промышленности от  
" 24 " 12 1981 г.

№ 704

срок введения установлен

с " 01 " 06 1982 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на анализ промышлен-  
ных сточных сильно минерализованных, слабо минерализованных  
и пресных вод, подготовленных для заводнения нефтяных плас-  
тов, и устанавливает метод определения содержания нефти в этих  
водах экстракцией с последующим фотоэлектроколориметрирован-  
ием.

Стандарт обязателен для всех организаций Министерства  
нефтяной промышленности, осуществляющих исследования промысло-  
вых сточных вод, применяемых для заводнения нефтяных пластов.

## И. ОТБОР ПРОБ

И.1. Отбор проб воды производить через пробоотборный кран из трубопровода, по которому вода, подготовленная для заводнения нагнетается в продуктивный пласт. Пробу отбирать после свободного спуска воды из крана в течение 5-10 мин.

И.2. Отбор проб воды производить один раз в рабочую смену при нормальной работе системы подготовки воды. В случае изменения или нарушения технологического режима работы системы подготовки воды отбираются дополнительные пробы воды на анализ до восстановления нормального режима работы системы.

И.3. Объем проб воды для определения содержания нефти может колебаться от 200 до 1000 мл,

в зависимости от предлагаемого содержания нефти.

И.4. Для получения достоверных данных необходимо отбирать не менее 2-х проб.

И.5. Пробы отбирать в чистые сухие склянки, объем которых известен, со стеклянными притертыми пробками (или в отдельных случаях с полиэтиленовыми пробками).

И.6. Заполнение склянки производить под пробку. Объем склянки замеряется также под пробку. Наличие воздуха в склянке после заполнения ее водой недопустимо.

И.7. При отборе проб составляется сопроводительный документ, прилагаемый в копии к анализу. Сопроводительный документ должен содержать следующие сведения:

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

место отбора проб;

температура воды при отборе проб;

особые условия, влияющие на качество отобранных проб;  
должность и подпись лица, производившего отбор проб.

I.8. Экстракции подвергать всю отобранную пробу воды.

I.9. Растворителем ополаскивать склянку и пробку. Полученный экстракт слить в делительную воронку, куда перенесена анализируемая вода.

I.10. Проба воды должна подвергаться анализу сразу же после доставки ее в лабораторию. В случае необходимости передачи пробы другой смене ее необходимо хранить при комнатной температуре в защищенном от тепла и солнечного света месте.

## 2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НЕФТИ В ВОДЕ

### 2.1. Сущность метода.

Метод основан на извлечении (экстрагировании) нефти из воды органическим растворителем (хлороформом), который растворяет нефть, но сам практически не растворяется в воде. Растворившаяся в хлороформе нефть окрашивает его. Интенсивность окраски пропорциональна концентрации нефти. Погрешность метода  $\pm 1\%$ .

### 2.2. Аппаратура, материалы, реактивы:

фотометры различных марок (фотоэлектроколориметры, спектрофотометры);

аналитические весы различных марок;

вакуумный насос любой марки;

посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ I770-74E

емкостью: колбы мерные 50, 100 мл, пипетки 5, 10, 50мл без делений и пипетка 1, 2, 5 мл с делениями 0,1 - 0,01мл. мерные цилиндры 100 мл;

делительные воронки емкостью 500 мл., 1000 мл;

воронка Бюхнера по ГОСТ 9147-80Е

колба Бунзена по ГОСТ 6514-75 емкостью 500 мл;

воронки стеклянные по ГОСТ 8613-75;

хлороформ по ГОСТ 20015-74;

хлористый кальций по ГОСТ 4161-77;

хлористый натрий по ГОСТ 4233-77;

бумажные фильтры по ТУ 6-09-1678-77 или фильтровальная бумага по ГОСТ 12026-76.

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

### 2.3. Построение калибровочного графика.

2.3.1. С поверхности воды отстойника, в котором производится отстаивание сточной воды, отобрать плавающую нефть. Нефть затем высушить хлористым кальцием и отфильтровать под вакуумом.

Допускается применение обезвоженной нефти, если известно, что она содержится в исследуемой сточной воде.

2.3.2. Для приготовления рабочего раствора (подготовленного по п.2.3.1) взять навеску 1000 мг нефти на аналитических весах, растворить в мерной колбе емкостью 100 мл в небольшом количестве (10-15 мл) хлороформа и затем довести до метки 100 мл хлороформом.

В результате разведения в рабочем растворе должно быть обеспечено содержание в 1 мл хлороформа 10 мг нефти.

2.3.3. Из рабочего раствора приготовить серию стандартных растворов. Содержание нефти в 1 мл стандартного раствора должно быть соответственно равно 0,05; 0,1; 0,15; 0,2; 0,4; 0,5; 0,6; 0,8; 1,0; 1,5 мг.

2.3.4. На фотоэлектроколориметре определить оптическую плотность каждого стандартного раствора для основных рабочих кювет, согласно заводской инструкции пользования прибором.

2.3.5. На миллиметровой бумаге в прямоугольной системе координат с равномерными шкалами построить для каждой рабочей кюветы зависимости оптической плотности раствора нефти в хлороформе от концентрации нефти в 1 мл хлороформа (в дальнейшем калибровочный график).

2.3.6. При постоянном составе нефти и применении одних и тех же фотометра и кюветы необходимо лишь периодически (1-2 раза в месяц) проверять 2 - 3 точки калибровочного графика, выполняя работы в соответствии с п.п. 2.2.1. - 2.3.5. В случае отклонения заново построить калибровочный график.

#### 2.4. Проведение анализа

2.4.1. В обезжиренную делительную воронку вместимостью 500 или 1000 мл перенести весь объем пробы, взятой на анализ. Допускается изменение объема пробы воды в зависимости от предполагаемого содержания нефти в воде от 200 мл до 500 мл. В том случае, если вода пресная или слабо минерализованная (до

10 г/л солей) в анализируемую воду добавить 20г хлористого натрия и взбалтывать до его полного растворения.

Внутреннюю поверхность сылянки и пробку тщательно ополоснуть хлороформом, который затем слить в делительную воронку, в которую перенесена анализируемая вода. Затем в делительную воронку ввести 20 мл хлороформа, тщательно перемешать путем опрокидывания делительной воронки с закрытой пробкой.

После отстаивания в течение 2-3 мин., отстоявшийся экстракт нефти в хлороформе слить через бумажный фильтр в мерный цилиндр. Для того, чтобы вода не попала в цилиндр с экстрактом, не допускается полный слив экстракта. В делительной воронке остается слой экстракта около 0,5 - 1см.

X/ Экстрагирование нефти из воды проводить до получения бесцветного отстоя хлороформа в делительной воронке.

Число последовательных экстракций не должно быть менее трех.

Объем экстракта измеряется в мерном цилиндре. Можно перенести весь объем мерную колбу с доведением чистым хлороформом до метки ( но это увеличит расход хлороформа).

2.4.2. Экстракт перенести в кювету фотометра и определить оптическую плотность.

2.4.3. Содержание нефти в 1мл. экстракта ( $C_T$ ) определить по калибровочному графику.

-----  
X/ Работа с хлороформом должна производиться в вытяжном шкафу с нижней вытяжкой.

2.4.4. При концентрации экстракта, не позволяющей замерить оптическую плотность ни в одной кювете, с которой построен калибровочный график, необходимо сделать разбавление чистым хлороформом. Объем разбавленного экстракта подсчитать по формуле:

$$V = \frac{V - V_2}{V_3}$$

где  $V_1$  - объем разбавленного экстракта, мл;  
 $V$  - объем экстракта ( в данном случае требующего разбавления), мл сильно окрашенного;  
 $V_2$  - объем после разбавления  $V_1$  сильно окрашенного экстракта, мл;  
 $V_3$  - объем сильно окрашенного экстракта, взятый на разбавление, мл.

При разбавлении экстракта по калибровочной кривой определяется содержание нефти в 1 мл разбавленного экстракта.

### 3. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Содержание нефти в воде вычисляют по формуле:

$$C = \frac{C_I \cdot V \cdot 1000}{W} \text{ . мг/л}$$

где:  $C_I$  - содержание нефти в 1 мл экстракта (по калибровочному графику на основании оптической плотности экстракта), мг;

$V$  - объем экстракта, полученного при экстракции проб воды, взятой на анализ, мл;



$W$  - объем пробы воды, взятой на анализ, мл.

При определении содержания нефти необходимо проведение не менее двух определений.

В случае разбавления сильно окрашенного экстракта ( по п. 2.4.4.) содержание нефти в воде вычисляют по формуле:

$$C = \frac{C_1 \cdot V_1 \cdot 1000}{W} = \frac{C_1 \cdot V \cdot V_2 \cdot 1000}{V_3 \cdot W}, \text{ Мг/л}$$