

УТВЕРЖДЕНО

Министерством нефтяной  
промышленности

Заместитель Министра

А.В.Валиханов

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

В.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.Данцова

В.Л.Чичеров

П.В.Дергунов

А.И.Торопов

СОГЛАСОВАНО:

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

Зам.директора

А.П.Смирнов

Управлением разработок  
нефтяных и газовых мес-  
торождений Миннефтепрома  
Начальник управления

В.Е.Лещенко

Управлением по развитию техники,  
технологий 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 промыс-  
ловых 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 фотоэлектроколориметрирова-  
нием.

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

## **I. ОТБОР ПРОБ**

**I.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.**

**I.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.**

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

**в зависимости от предлагаемого содержания нефти.**

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

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

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

**I.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.

1.8. Экстракции подвергать всю отобранную пробу воды.

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

1.10. 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 1770-74Е

емкостью: колбы мерные 50, 100 мл, пипетки 5, 10, 50 мл без делений и пипетки 1, 2, 5 мл с делениями 0,1 - 0,01 мл. 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 склянки 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 ( $C_I$ ) 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:

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

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

$V$  - объем экстракта, полученного при экстракции пробы 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:

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