

|  |
| --- |
| **ПРИЛОЖЕНИЕ 1**  **К ТИПОВЫМ ТРЕБОВАНИЯМ КОМПАНИИ «ПРИМЕНЕНИЕ ХИМИЧЕСКИХ РЕАГЕНТОВ НА ОБЪЕКТАХ ДОБЫЧИ УГЛЕВОДОРОДНОГО СЫРЬЯ КОМПАНИИ»** |

**МЕТОДИКИ ИСПЫТАНИЙ ХИМИЧЕСКИХ РЕАГЕНТОВ**

**№ П1-01.05 ТТР-0148**

**ВЕРСИЯ 1 ИЗМ. 1**

**МОСКВА**

**20****2****3**

СОДЕРЖАНИЕ

[1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УПАКОВКИ, МАРКИРОВКИ, ВНЕШНЕГО ВИДА ТОВАРНОЙ ФОРМЫ 4](#_Toc535308766)

[2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ДЕЙСТВИЯ ИНГИБИТОРОВ СОЛЕОТЛОЖЕНИЯ 7](#_Toc535308767)

[3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОРРОЗИОННОЙ АГРЕССИВНОСТИ ТОВАРНОЙ ФОРМЫ 13](#_Toc535308768)

[4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ И ДИСПЕРГИРУЕМОСТИ РЕАГЕНТА В МИНЕРАЛИЗОВАННОЙ ВОДЕ И НЕФТИ 15](#_Toc535308769)

[5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОВМЕСТИМОСТИ С ПЛАСТОВЫМИ ВОДАМИ,   
ЖИДКОСТЯМИ ГЛУШЕНИЯ И ДРУГИМИ ХИМИЧЕСКИМИ РЕАГЕНТАМИ 17](#_Toc535308770)

[6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ДЕЙСТВИЯ ИНГИБИТОРОВ Коррозии 24](#_Toc535308771)

[7. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ РАСТВОРЕНИЯ КАРБОНАТА И   
СУЛЬФАТА КАЛЬЦИЯ 28](#_Toc535308772)

[8. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОРРОЗИОННОЙ АГРЕССИВНОСТИ   
РАСТВОРИТЕЛЕЙ СОЛЕОТЛОЖЕНИЙ 31](#_Toc535308773)

[9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ РАСТВОРИТЕЛЕЙ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ 33](#_Toc535308774)

[10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРЯЮЩЕЙ И ДИСПЕРГИРУЮЩЕЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ РАСТВОРИТЕЛЕЙ АСПО 36](#_Toc535308775)

[11. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЫСАЛИВАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ РАСТВОРИТЕЛЯ 39](#_Toc535308776)

[12. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ДЕЙСТВИЯ ИАСПО 41](#_Toc535308777)

[13. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕЙТРАЛИЗУЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ (ЕМКОСТИ ПО СЕРОВОДОРОДу) НЕЙТРАЛИЗАТОРА СЕРОВОДОРОДА 42](#_Toc535308778)

[14. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ / ДИСПЕРГИРУЕМОСТИ ДЕЭМУЛЬГАТОРА В ВОДЕ 45](#_Toc535308779)

[15. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДЕЭМУЛЬГИРУЮЩЕЙ АКТИВНОСТИ ПРИ   
ПРЕДВАРИТЕЛЬНОМ СБРОСЕ ВОДЫ 46](#_Toc535308780)

[16. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДЕЭМУЛЬГИРУЮЩЕЙ АКТИВНОСТИ ПРИ ГЛУБОКОМ   
ОБЕЗВОЖИВАНИИ НЕФТИ 50](#_Toc535308781)

[17. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИСТЫХ СОЛЕЙ В НЕФТИ 52](#_Toc535308782)

[18. КАЧЕСТВО СБРАСЫВАЕМОЙ ВОДЫ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ   
НЕФТЕПРОДУКТОВ В ВОДЕ 58](#_Toc535308783)

[19. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЧЕСТВА СБРАСЫВАЕМОЙ ВОДЫ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МЕХАНИЧЕСКИХ ПРИМЕСЕЙ 61](#_Toc535308784)

[20. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БАКТЕРИЦИДНОЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ ХИМИЧЕСКИХ РЕАГЕНТОВ 63](#_Toc535308785)

[21. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕДИМЕНТАЦИОННОЙ УСТОЙЧИВОСТИ ТВЕРДЫХ ЧАСТИЦ В ПРОТИВОТУРБУЛЕНТНЫХ ПРИСАДКАХ 75](#_Toc535308786)

[22. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕЖФАЗНОГО НАТЯЖЕНИЯ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ РЕАГЕНТА НА ГРАНИЦЕ С КЕРОСИНОМ С ОПРЕДЕЛЕНИЕМ ЗНАЧЕНИЙ КРИТИЧЕСКОЙ   
КОНЦЕНТРАЦИИ МИЦЕЛЛООБРАЗОВАНИЯ 76](#_Toc535308787)

[23. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТОЙКОСТИ РЕАГЕНТА К СОЛЕВОЙ И   
ТЕМПЕРАТУРНОЙ АГРЕССИИ 80](#_Toc535308788)

[24. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АГРЕГАТИВНОЙ И ФАЗОВОЙ УСТОЙЧИВОСТИ   
ИНВЕРТНЫХ ЭМУЛЬСИЙ 82](#_Toc535308789)

[25. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ОБРАТНОЙ ЭМУЛЬСИИ 84](#_Toc535308790)

[26. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕРМОСТАБИЛЬНОСТИ ИНВЕРТНОЙ ЭМУЛЬСИИ 85](#_Toc535308791)

[27. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ОБРАТНЫХ ЭМУЛЬСИЙ 86](#_Toc535308792)

[28. ФОРМА ПРОТОКОЛА ГРАВИМЕТРИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ 88](#_Toc535308793)

[29. ОПРЕДЕЛЕНИЕ В СОЛЯХ МАССОВОЙ ДОЛИ НЕРАСТВОРИМЫХ В ВОДЕ ВЕЩЕСТВ 89](#_Toc535308794)

[30. ОПРЕДЕЛЕНИЕ В СОЛЯХ МАССОВОЙ ДОЛИ ИОНОВ   
ЩЕЛОЧНОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ 90](#_Toc535308795)

[31. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСХОДНОЙ НОРМЫ СОЛИ 92](#_Toc535308796)

[32. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПОМУТНЕНИЯ И ТЕМПЕРАТУРЫ   
ЗАМЕРЗАНИЯ РАСТВОРА ГЛУШЕНИЯ 95](#_Toc535308797)

[33. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕЖИВАЕМОСТИ СОЛИ 97](#_Toc535308798)

[34. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОВМЕСТИМОСТИ РАСТВОРА СОЛИ С СОЛЯНОЙ КИСЛОТОЙ, С ГЛИНОКИСЛОТОЙ, С СОЛЯМИ ПОПУТНО-ДОБЫВАЕМЫХ ВОД 98](#_Toc535308799)

[35. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ В СОЛЯХ 100](#_Toc535308800)

[36. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОВМЕСТИМОСТИ РЕАГЕНТОВ – ЗАГУСТИТЕЛЕЙ С   
ВОДНО-СОЛЕВЫМИ ОСНОВАМИ 102](#_Toc535308801)

[37. ТЕСТ НА НАЛИЧИЕ ГЕЛЕВЫХ ДЕФЕКТОВ В ЗАГУЩЕННОМ РАСТВОРЕ 105](#_Toc535308802)

[38. ТЕСТ НА СЕДИМЕНТАЦИОННУЮ УСТОЙЧИВОСТЬ СУСПЕНЗИИ ТВЕРДОЙ ФАЗЫ В ЗАГУЩЕННОМ РАСТВОРЕ 106](#_Toc535308803)

[39. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРЕННОГО КИСЛОРОДА В ВОДЕ 107](#_Toc535308804)

[40. ОПРЕДЕЛЕНИЕ эффективности действия твердых ингибиторов солеотложений 108](#_Toc535308805)

[41. ОПРЕДЕЛЕНИЕ растворимости товарной формы твердого ингибитора солеотложений в модели пластовой воды 109](#_Toc535308806)

[42. определение растворимости товарной формы твердого ингибитора солеотложений в модели нефти 111](#_Toc535308807)

[43. определение совместимости твердого ингибитора солеотложений с моделью пластовой воды, солевыми растворами глушения 113](#_Toc535308808)

[44. определение изменения коррозионной агресивности модели   
добываемой жидкости в присутствии твердого ингибитора   
солеотложений 114](#_Toc535308809)

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УПАКОВКИ, МАРКИРОВКИ, ВНЕШНЕГО ВИДА ТОВАРНОЙ ФОРМЫ

Определение упаковки, маркировки, внешнего вида товарной формы проводят по   
ГОСТ 3885.

Рекомендуемой упаковкой для химических реагентов в жидкой товарной форме является 200 литровые бочки, авто- и ж/д цистерны. Рекомендуемой упаковкой для сухой товарной формы является 1000 кг полимерная упаковка (МКР), другие виды упаковки - по согласованию с Заказчиком***.***

Рекомендуемой маркировкой на бочках, авто- и ж/д цистернах является:

* надпись или символ, характеризующий опасность продукта по ГОСТ 19433,
* название химического реагента,
* название производителя, его адрес, телефон, е-mail,
* номер партии и дата ее производства,
* номер ТУ, по которому произведен химический реагент,
* гарантийный срок хранения,
* этикетка с указанием условий хранения, мер предосторожности.

Отбор проб проводят в месте, защищенном от пыли и атмосферных осадков. Отбор проб осуществляется способами, зависящими от товарной формы реагента с соблюдением правил промышленной, пожарной, экологической безопасности и правил охраны труда.

Отбор проб жидких реагентов проводится в соответствии с требованиями ГОСТ 2517. Жидкий химический реагент перед отбором пробы из тары перемешивают. Содержимое бочки необходимо перемешать перекатыванием в течение 5 мин.

Поверхность вокруг пробок, крышек перед открыванием очищают. Отобранный объем пробы сливают в чистую сухую емкость. При сливании донной пробы фиксируют наличие или отсутствие осадка в отобранной пробе. Объединенную пробу жидкого реагента составляют смешением точечных проб в соответствии с Таблицей 1.

Отбор проб ингибиторов солеотложения в твердой товарной форме производится из каждого десятого мешка, но не менее чем из двух, путем надрезания оболочки мешка в трех местах – нижней части, середине и верхней части и выгрузке через них единичных образцов массой   
2-3 кг. После отбора единичных образцов они рассыпаются на бумагу (на мешок) на горизонтальной плоскости, усредняются методом квартования до массы в 5 кг.

**Таблица 1**

**Количество точечных проб жидкости в зависимости от количества емкостей**

| **КОЛИЧЕСТВО ТАРЫ *П*** | **КОЛИЧЕСТВО ТОЧЕЧНЫХ ПРОБ *Т*** | **КОЛИЧЕСТВО ТАРЫ *П*** | **КОЛИЧЕСТВО ТОЧЕЧНЫХ ПРОБ *Т*** |
| --- | --- | --- | --- |
| **1** | **2** | **3** | **4** |
| От 1 до 3 включительно | Все | От 1729 до 2197 включ. | 13 |
| » 4        »   64      » | 4 | »     2198  »   2744      » | 14 |
| »   65      »   125    » | 5 | »     2745  »   3375      » | 15 |
| »   126    »   216    » | 6 | »     3376  »   4096      » | 16 |
| »   217    »   343    » | 7 | »     4097  »   4913      » | 17 |
| »   344    »   512    » | 8 | »     4914  »   5832      » | 18 |
| »   513    »   729    » | 9 | »     5833  »   6859      » | 19 |
| »   730    »   1000  » | 10 | »     6860  »   8000      » | 20 |
| »   1001  »   1331  » | 11 | - | - |
| »   1332  »   1728  » | 12 | Свыше 8000 | *т[[1]](#footnote-1) = x004* |

Объединенная усредненная проба делится на два образца – арбитражный и лабораторный. Образцы маркируется этикеткой или надписью с указанием:

* названия реагента, номера партии, даты производства,
* даты отбора пробы,
* места отбора пробы.

Внешний вид реагента несет информацию о соответствии партии реагента требованиям технической документации. Требования для химического реагента следующие (если другое не оговорено в технической документации на реагенты):

* химический реагент в жидком виде должен быть однородным раствором, не должен содержать взвешенных и/или оседающих частиц, мути, осадков, иметь признаки расслоения, допускается наличие опалесценции, если таковое указано в технической документации на реагенты;
* для твердых веществ – необходима однородность состава, отсутствие посторонних включений.

**Оборудование. Реагенты. Материалы**

1. Химический стакан или пробирка по ГОСТ 25336.
2. Поднос пластиковый или металлический размером не менее 20×30 см.
3. Сито с размером ячейки 2 мм.
4. Пинцет.
5. Пробоотборная трубка длиной не менее 100 см из пластмассы или из нержавеющей стали, оборудованная сифоном и полимерным шлангом (необходима для отбора проб из емкостей).

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка к испытанию**

Вид упаковки определяют визуально, осматривая упаковку. Массу реагентов определяют по документам на груз и по маркировке на бочках, авто- и ж/д цистерн. Маркировку бочек, авто- и ж/д цистерн определяют визуально, фиксируя содержимое этикетки и надписей в «Протоколе осмотра» (форма протокола устанавливается Заказчиком самостоятельно).

**Проведение испытания**

Для жидкостей внешний вид оценивается визуальным осмотром средней пробы. Внешний вид, цвет жидких продуктов определяют визуально в химическом стакане по ГОСТ 25336.

В протоколе осмотра фиксируют: агрегатное состояние, однородность, цветность, отсутствие (наличие) расслоений, примесей, мутности, осадка, опалесценция.

Для твердых веществ внешний вид оценивается визуальным осмотром при рассеянном свете средней (представительской) пробы рассыпанной через сито на поддон.

В протоколе осмотра фиксируют: агрегатное состояние, однородность, цветность, отсутствие (наличие) примесей, наличие слежавшихся, плотных комков.

**Результат испытания**

По результатам осмотра оформляется протокол осмотра с указанием даты исследования, места исследования, данных с этикетки пробы, зафиксированных параметров проведенного исследования пробы, должности и ФИО лица, проводившего исследования, должности и ФИО руководителя профильного СП ОГ.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ДЕЙСТВИЯ ИНГИБИТОРОВ СОЛЕОТЛОЖЕНИЯ

**Аппаратура, реактивы и материалы**

Для проведения испытаний необходимо следующее оборудование, реактивы и материалы:

1. весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг, ГОСТ Р 53228;
2. весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 10 мг, ГОСТ Р 53228;
3. шкаф сушильный лабораторный с температурой нагрева до 130 0С;
4. колбы мерные 1-100-1, 1-250-1, 1-500-1 и 1-1000-1, ГОСТ 1770;
5. пипетки градуированные 1(3)-1-2-1, 1(3)-1-2-2, 1(3)-1-2-5, 1(3)-1-2-10, ГОСТ 29227;
6. пипетки с одной меткой 2-2-5, 2-2-10, 2-2-25, 2-2-50, 2-2-100, ГОСТ 29169;
7. бюретки 1-2-5-0,02; 1-2-10-0,05, ГОСТ 29251;
8. цилиндры мерные 1(3)-50, 1(3)-50, 1(3)-100, 1(3)-250, 1(3)-500, 1(3).-1000, ГОСТ 1770;
9. колбы конические Кн-2-100 ХС, Кн-2-250 ХС, Кн-2-500 ХС;
10. рН-метр или иономер с погрешностью измерения рН не более 0,05 единиц рН;
11. натрия хлорид, ГОСТ 4233;
12. магния хлорид 6-водный, ГОСТ4209;
13. кальция хлорид безводный, ГОСТ 450;
14. натрия сульфат, ГОСТ 4166;
15. натрий углекислый кислый, ГОСТ 4201;
16. бензойная кислота;
17. спирт этиловый, ГОСТ Р 55878, или ацетон, ГОСТ 2603;
18. кислота хлористоводородная, ГОСТ 3118, стандарт-титр по ТУ 2642-001-33813273;
19. натрия гидроксид, ГОСТ 4328;
20. трилон Б, ГОСТ 10652;
21. аммония хлорид, ГОСТ 3773;
22. аммиак водный концентрированный, ГОСТ 3760;
23. сульфат калия, ГОСТ 4145;
24. катионит сильнокислотный КУ-2, ГОСТ 20298;
25. магния сульфат, ГОСТ 4523;
26. нитрат свинца, ГОСТ 4236;
27. метиловый оранжевый, ТУ 6-09-5171;
28. калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.
29. серная кислота по ГОСТ 4204.
30. эриохром черный Т (хромоген черный специальный ЕТ-00), ТУ 6-09-1760;
31. мурексид (пурпурат аммония), ТУ 6-09-13-945;
32. дитизон, ТУ 6-09-07-1684.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка к испытанию**

**Приготовление растворов**

1. кислота хлористоводородная, раствор 0,1 нормальный (готовится из фиксанала или из концентрированной соляной кислоты разбавлением);
2. натрия гидроксид, раствор 20 %, 100 г натрия гидроксида растворяют в 500 см3 воды дистиллированной;
3. трилон Б, раствор 0,05 моль/дм3 эквивалента. 9,307 г трилона Б помещают в мерную колбу объемом 1000 см3, приливают 150-200 см3 воды дистиллированной, растворяют при нагревании в водяной бане. После растворения охлаждают и доводят объем дистиллированной водой до метки, фильтруют, либо готовят из фиксанала.

Для приготовленного раствора трилона Б определяют значение истинной концентрации. В коническую колбу объемом 200-250 см3 отмеривают пипеткой Мора 5 мл 0,1 Н раствора сульфата магния, добавляют 90-95 см3 воды дистиллированной, 10 см3 аммиачного буферного раствора, 0,1 г смеси индикатора хромогена черного ЕТ-00 с натрием хлоридом. Перемешивают до растворения и титруют приготовленным раствором трилона Б до перехода окраски из винно-красной в чисто синюю.

Согласно закону эквивалентности рассчитывают концентрацию трилона Б:



где:

*NMgSO4* – концентрация раствора сульфата магния, моль/дм3 эквивалента;

*VMgSO4* – объем раствора сульфата магния, взятый для титрования, см3;

*VТ* – объем трилона Б, пошедший на титрование, см3.

1. аммиачный буферный раствор (рН = 10). 27 г аммония хлорида растворяют в 100 см3 воды дистиллированной, смешивают со 175 мл аммиака водного концентрированного, приливают воду дистиллированную до объема 500 см3. Если рН полученного раствора меньше 10, приливают аммиак водный концентрированный. Если рН раствора больше 10, к нему добавляют аммония хлорид;
2. сульфат калия, раствор 0,0200 моль/дм3 эквивалента. 0,4357 г сульфата калия, предварительно высушенного в течение 2 ч при 105-110 °C, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают;
3. нитрат свинца, раствор 0,02 моль/дм3 эквивалента. 1,66 г нитрата свинца растворяют в 450 см3 дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 500 см3, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Точную концентрацию раствора определяют не реже 1 раза в месяц титрованием стандартного раствора сульфата калия.

Для установления точной концентрации раствора нитрата свинца в коническую колбу вместимостью 100 см3 вносят 4 см3 стандартного раствора сульфата калия, добавляют 6 см3 воды и доводят рН раствора до 4 раствором соляной кислоты. Добавляют 30 см3 этилового спирта или ацетона и индикатора дитизона в таком количестве, чтоб раствор был сине-зеленого цвета. Пробу титруют раствором нитрата свинца при постоянном перемешивании содержимого колбы до перехода окраски в красно-фиолетовую.

Точную концентрацию раствора нитрата свинца находят по формуле:



где:

*NPb* – концентрация раствора нитрата свинца, моль/дм3 эквивалента;

*Nк* – концентрация раствора сульфата калия, моль/дм3 эквивалента;

*Vк* – объем раствора сульфата калия, взятый для титрования, см3;

*VPb* – объем раствора нитрата свинца, пошедший на титрование, см3.

1. катионит сильнокислотный КУ-2. Катионит заливают дистиллированной водой на 24 ч, воду сливают и заливают на 24 ч раствором соляной кислоты 4 моль/дм3.Окрасившийся раствор сливают, промывают катионит 2-3 раза дистиллированной водой декантацией и повторяют обработку раствором соляной кислоты до исчезновения окрашивания в желтый цвет. Далее проводят тренировку катионита: для этого 80-100 г катионита, обработанного соляной кислотой, помещают в воронку для фильтрования с колбой Бунзена и последовательно промывают раствором гидроксида натрия 1 моль/дм3, дистиллированной водой, раствором соляной кислоты 1 моль/дм3 и снова водой. Объем жидкости при каждой обработке должен составлять около 100 см3. Промывка дистиллированной водой осуществляется при включенном вакууме. Проводят 10-12 циклов обработки, отмывают дистиллированной водой до рН 6, хранят под слоем дистиллированной воды 3 месяца;
2. магния сульфат, раствор 0,1 моль/дм3 эквивалента (готовят из фиксанала);
3. соляная кислота, 1 моль/дм3, К 250 см3 раствора соляной кислоты 1 моль/дм3 добавляют 750 см3 дистиллированной воды и перемешивают;
4. соляная кислота, 4 моль/дм3, 170 см3 концентрированной соляной кислоты смешивают с 330 см3 дистиллированной воды;
5. гидроксид натрия, 1 моль/дм3. 40 г гидроксида натрия растворяют в 1 дм3 дистиллированной воды;
6. метиловый оранжевый, раствор 0,1%. 0,1 г метилового оранжевого растворяют в 100 см3 воды дистиллированной;
7. эриохром черный Т (хромоген черный специальный ЕТ-00). 0,5 г индикатора растирают в фарфоровой ступке с 50 г натрия хлорида;
8. мурексид. 0,5 г индикатора растирают в фарфоровой ступке с 50 г натрия хлорида;
9. дитизон. 0,1 г дитизона растирают в 5 г бензойной кислоты в фарфоровой ступке.

При моделировании растворов вод раздельно готовят растворы А и Б, которые моделируют катионную составляющую (раствор А) и анионную составляющую (раствор Б). Их раздельное приготовление обусловлено предотвращением преждевременного осадкообразования при смешении растворов. Для моделирования катионов кальция, магния и натрия в растворе А используют, например, хлориды кальция, магния и натрия, для моделирования остальных анионов в растворе Б используют сульфат и гидрокарбонат натрия.

Ниже приведены примеры ионного состава воды и солевой состав для их приготовления:

1. Солевой состав, моделирующий карбонатные отложения: Ca2+ = 1100 мг/дм3, Mg2+ = 380мг/дм3, Na+ = 7500 мг/дм3, HCO– = 976 мг/дм3, Cl– = 14023 мг/дм3. Для получения имитата предварительно готовятся два раствора: А и Б. Раствор А содержит кальция хлорида 3046 мг/дм3 и магния хлорида (шестиводного) 3177 мг/дм3. Раствор Б – натрия хлорида 18084 мг/дм3 и натрия гидрокарбоната 1344 мг/дм3.
2. Солевой состав, моделирующий гипсовые отложения: Ca2+ = 4911 мг/дм3, Mg2+ = 148 мг/дм3, Na+ = 11623 мг/дм3, SO42– = 8792 мг/дм3, Cl– = 20291 мг/дм3. Для получения имитата предварительно готовятся два раствора: А и Б. Раствор А содержит кальция хлорида 1360 мг/дм3. Раствор Б – натрия хлорида 18800 мг/дм3, магния хлорида (шестиводного) 1240 мг/дм3 и натрия сульфата 13000 мг/дм3.

Для имитирования содержания ионов бария или стронция используют их хлориды.

Конкретный модельный состав воды и соответственно растворов А и Б, которые будут использованы при анализе определяется исходя из состава вод месторождения (осложненного объекта), применительно к которому будет проводиться подбор ингибитора.

**Приготовление раствора А**

На весах аналитических берут навеску необходимого количества компонентов раствора А, помещают в мерную колбу объемом 500 см3, растворяют в 100-150 см3 дистиллированной воды, доводят до метки, перемешивают, фильтруют через фильтр «белая лента», в случае выпадения осадка. Затем определяют содержание ионов кальция. Для этого в коническую колбу объемом 200-250 см3 отмеривают пипеткой Мора 5 см3 приготовленного раствора, приливают 45 см3 воды дистиллированной и 2,5 см3 20 %-ного раствора гидроксида натрия. Добавляют мурексид (до окраски жидкости в розовый цвет). Полученную смесь титруют раствором трилона Б до перехода окраски из розовой в фиолетовую. Содержание ионов кальция (мг/дм3) рассчитывают по формуле:



где:

*VТ* – объем трилона Б, пошедшего на титрование, мл;

*NТ* – молярная концентрация эквивалента раствора трилона Б, моль/дм3 эквивалента;

*5* – объем, взятый для титрования;

*2* – коэффициент, учитывающий то, что при смешении растворов А и Б в процессе определения эффективности ингибирования концентрация всех компонентов уменьшится в 2 раза;

*20,04* – молярная масса эквивалента иона кальция, г/моль.

**Приготовление раствора Б**

На весах аналитических берут навеску необходимого количества компонентов раствора Б, помещают в мерную колбу объемом 500 см3, растворяют в 100-150 см3 дистиллированной воды, доводят до метки, перемешивают, фильтруют через фильтр «белая лента», в случае выпадения осадка.

*Определение содержания гидрокарбонат-ионов в имитате.*

25 см3 приготовленного раствора Б помещают в сухую коническую колбу для титрования, прибавляют 5-6 капель раствора метилового оранжевого и титруют раствором соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/дм3 до перехода желтой окраски раствора в оранжево- розовую (появление розоватого оттенка). Содержание гидрокарбонат-ионов (мг/дм3) рассчитывают по формуле:



где:

*VHCl* – объем соляной кислоты, пошедшей на титрование, см3;

*NHCl* – молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм3;

2*5* – объем, взятый для титрования;

*2* – коэффициент, учитывающий то, что при смешении растворов А и Б в процессе определения эффективности ингибирования концентрация всех компонентов уменьшится в 2 раза;

*61* – молярная масса эквивалента гидрокарбонат-иона, г/моль.

*Определение содержания сульфат-ионов в имитате.*

Перед выполнением анализа отфильтровывают на воронке через неплотный бумажный фильтр 5- 10 г катионита в Н+-форме, помещают его в коническую колбу вместимостью 250 см3 и споласкивают 20-25 см3 анализируемым раствором. Вносят в колбу с катионитом 50-70 см3 анализируемой воды и выдерживают пробу в течение 10 минут, периодически встряхивая колбу. Дают катиониту осесть и отбирают пипеткой 10 см3 воды в коническую колбу вместимостью 100 см3. Добавляют 30 см3 этилового спирта или ацетона и индикатора в таком количестве, чтобы раствор был сине-зеленого цвета. Пробу титруют раствором нитрата свинца при постоянном перемешивании содержимого колбы до перехода окраски в красно-фиолетовую. Содержание сульфат-ионов (мг/дм3) рассчитывают по формуле:



где:

*VPb* – объем соляной кислоты, пошедшей на титрование, см3;

*NPb* – молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм3;

Vв – объем раствора Б, взятый для титрования после катионирования, см3;

*2* – коэффициент, учитывающий то, что при смешении растворов А и Б в процессе определения эффективности ингибирования концентрация всех компонентов уменьшится в 2 раза;

*48,03* – молярная масса эквивалента сульфат-иона, г/моль;

*0,95* – поправка, учитывающая систематическую погрешность определения.

**Приготовление раствора ингибитора**

500 мг ИС растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды с последующим доведением объема раствора до 100 см3 в мерной колбе. В 1 см3 раствора содержится 5 мг ИС.

**Проведение испытания**

Эффективность ИС определяют при концентрациях 5, 10, 20, 30, 40 и 50 мг/дм3, что соответствует 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 и 1,0 мл раствора ИС. В колбы емкостью 250 см3 пипеткой Мора вносят 50 мл раствора А, добавляют раствор ИС, затем приливают 50 см3 раствора Б. Колбы закрывают полимерной пленкой и термостатируют при температуре 90 °C в течение 4 часов. Допускается проводить термостатирование при температурах, соответствующих условиям объекта, где планируется применение реагента (объекты подготовки нефти, объекты поддержания пластового давления). Затем пробы охлаждают и фильтруют через плотный фильтр «синяя лента». Для определения содержания ионов кальция в конические колбы отбирают пипеткой Мора 10 см3 фильтрата объем фильтрата (в зависимости от содержания ионов кальция в пробе может быть скорректирован), добавляют 40 см3 дистиллированной воды, 2,5 см3 20%-ного раствора натрия гидроксида и 10-15 мг смеси мурексида и натрия хлорида. Содержание ионов кальция рассчитывается по формуле:



где:

*VТ* – объем трилона Б, пошедшего на титрование, см3;

*NТ* – молярная концентрация эквивалента раствора трилона Б, моль/дм3 эквивалента;

*10* – объем, взятый для титрования;

*20,04* – молярная масса эквивалента иона кальция, г/моль.

Для сравнения параллельно проводится опыт без добавления ИС.

**Обработка результатов**

Эффективность действия ИС (*ЭИСО*, %) определяют по формуле:



где:

*Сх* – содержание ионов кальция в пробе, не содержащей ИС, мг/дм3;

*Ср* – содержание ионов кальция в пробе, содержащей ИС, после термостатирования, мг/дм3;

*С0* – содержание ионов кальция в исходном растворе, мг/дм3.

Результаты испытаний заносят в Таблицу 2.

Таблица 2

Оформление результатов лабораторных испытаний ингибиторов солеотложений

| **Обозначение (маркировка) ингибитора** | **Концентрация ингибитора** | **Состав среды (модельной)** | **Значения замеряемых величин** | | | | **Расчётное значение эффективности действия ИС, %** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Содержание ионов Са2+ в исходном растворе, мг/дм3** | **Объём трилона Б, пошедший на титроване, мг/дм3** | **Содержание ионов Са2+ после термоста-тирования, мг/дм3** | **Количество ионов Са2+ удержанного химическим реагентом, мг/дм3** |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |

Аналогичный экспериментальный подход используется для определения эффективности ингибиторов солеотложения по отношению к другим отложениям (стронций, барий), то есть определяется эффективность удержания этих солеобразующих ионов в растворе после смешения и температурном смешении.

Для использования ИС по технологии задавки в пласт проводят адсорбционно-десорбционный эксперимент на фильтрационных установках. По результатам определяются адсорбционные свойства реагентов и рассчитываются объемы пачек для задавок.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОРРОЗИОННОЙ АГРЕССИВНОСТИ ТОВАРНОЙ ФОРМЫ

**Оборудование, материалы, реактивы**

1. Весы аналитические с погрешностью измерения 0,0002 г по ГОСТ Р 53228.
2. Термостат или водяная баня с терморегулятором, обеспечивающие температуру в рабочем объеме от плюс 25 до плюс 90 °C с допустимой погрешностью ± 2 °C.
3. Эксикатор по ГОСТ 25336 с влагопоглотителем или сушильный шкаф, обеспечивающий температуру 50-350 0С.
4. Стеклянные ячейки объемом не менее 750 см3.
5. Образцы – пластинки из углеродистой стали Ст.3.
6. Пинцет по ГОСТ 21241.
7. Штангенциркуль ШЦ-П-250-0,05 по ГОСТ 166.
8. Шпатель металлический или резинка карандашная.
9. Шкурка шлифовальная на бумажной или тканевой основе с размером зерна 4∙10-2 мм по ГОСТ 3647.
10. Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.
11. Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.
12. Ацетон по ГОСТ 2603.
13. Кислота соляная по ГОСТ 3118.
14. Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.
15. Серная кислота по ГОСТ 4204.
16. Натрия гидроокись по ГОСТ 4328.
17. Раствор для удаления продуктов коррозии химическим методом по ГОСТ Р 9.907 состава:

* кислота серная по ГОСТ 4204;
* кислота лимонная по ГОСТ 3652;
* тиомочевина по ГОСТ 6344;
* вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Проведение испытания**

Испытания коррозионной агрессивности реагентов (товарной формы или водных растворов) проводят в соответствии с ГОСТ Р 9.905. Коррозионная агрессивность оценивается гравиметрическим методом, по изменению массы образцов из углеродистой стали.

Испытуемые образцы - пластины должны изготавливаться из углеродистой стали Ст3 в соответствии с требованиями, предъявляемыми ГОСТ Р 9.905. Для подвески образцов в них сверлят отверстие диаметром 5 мм. Образцы около отверстия маркируют цифровым клеймом. Соотношение площади поверхности образцов к объему реагента должно составлять не менее 1:10 (на 1 см2 площади образцов 10 см3 реагента).

Перед проведением испытаний поверхность образцов шлифуют до шероховатости Ra не более 1,6 мкм по ГОСТ 2789, протирают ватой или фильтровальной бумагой, обезжиривают ацетоном, выдерживают 1 ч в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более 0,0002 г. Подготовленные образцы закрепляют в держателях установок в вертикальном положении и помешают в испытательные ячейки, заполненные реагентом (товарной формой реагента или его водным раствором).

Статические испытания проводят в ячейках, установленных в суховоздушные термостаты. Температура и продолжительность испытаний должны оговариваться отдельно, либо в Программе ЛИ, либо в Техническом задании. Если иное не оговорено, испытания проводят при комнатной температуре в течение 24 часов в зависимости от направления использования химического реагента.

Сразу после испытаний образцы подвергают визуальному осмотру: определяют наличие и характер продуктов коррозии, после снятия продуктов коррозии - характер коррозии.

Для определения потери массы образцов их поверхность должна быть очищена в следующей последовательности:

* рыхлые продукты коррозии удаляют шпателем или резинкой карандашной;
* при наличии плотной пленки из продуктов коррозии допускается их удаление химическим методом по ГОСТ Р 9.907;
* образцы промывают водопроводной и дистиллированной водой, высушивают фильтровальной бумагой, обезжиривают ацетоном, упаковывают в фильтровальную бумагу и выдерживают в эксикаторе с влагопоглотителем в течение 1 часа, после чего взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более 0,0002 г.

*Примечание:* *При использовании химического метода удаления продуктов коррозии проводят контрольное травление согласно п. 2.3 ГОСТ Р 9.907-2007 на образцах, не подвергавшихся коррозионным испытаниям. Потерю массы контрольных образцов учитывают при определении коррозионных потерь.*

**Обработка результатов**

Скорость общей коррозии К в (г/(м2∙час)) вычисляют по формуле:



где:

m0, m1 – масса образца до и после испытания соответственно, г;

S – площадь поверхности образца, м2;

τ – время экспозиции, час.

Скорость коррозионного проникновения Кг в мм/год вычисляют по формуле:



1,12 – коэффициент для перевода единиц измерения г/(м2∙час) в мм/год.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение скоростей коррозии трех пластинок, абсолютное расхождение между которыми не превышает 0,040.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ И ДИСПЕРГИРУЕМОСТИ РЕАГЕНТА В МИНЕРАЛИЗОВАННОЙ ВОДЕ И НЕФТИ

**Оборудование, материалы, реактивы**

Для проведения испытаний необходимо следующее оборудование, реактивы и материалы:

1. весы аналитические с погрешностью измерения 0,0002 г по ГОСТ Р 53228.
2. натрия хлорид по ГОСТ 4233.
3. магния хлорид 6-водный по ГОСТ 4209.
4. кальция хлорид по ГОСТ 450.
5. натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201.
6. барий хлористый 2-водный по ГОСТ 4108.
7. кальций сернокислый по ТУ 6-09-706-76.
8. колбы 2-1000-2 по ГОСТ 1770.
9. вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.
10. пробирки П 2-25-14/23 ХС по ГОСТ 1770 или пробирки П 2-20-14/23 ХС по ГОСТ 1770.
11. микрошприц типа МШ-1 по ТУ 6.2000 5Е2.833.105 ТУ.
12. Керосин по ОСТ 38.01.408-86 или ТУ.
13. Петролейный эфир по ГОСТ 11992-66 или ТУ.
14. Нефрас С3-80/120 по ГОСТ 26377-844 или ТУ.
15. Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.
16. Серная кислота по ГОСТ 4204.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Проведение испытания**

Испытание следует проводить при комнатной температуре на модели (имитате) пластовой воды/нефти. Для приготовления имитата пластовой воды используют воду следующего приготовления:

В мерную колбу вместимостью 1 дм3 помещают 11,36 мг кальция сернокислого; 78,12 мг натрия углекислого кислого; 138600 мг хлористого натрия; 41600 мг хлористого кальция; 40700 мг шестиводного хлористого магния; 560 мг двуводного хлористого бария и растворяют в воде дистиллированной. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой. При наличии осадка отфильтровывают.

*Примечание. При определении совместимости ингибитора с пластовой водой можно использовать пластовую воду с месторождения, очищенную от нефти и механических примесей экстракцией хлороформа. Для этого смесь воды с хлороформом 10:1 отстаивают в течение 30 минут, затем после отделения хлороформа водная часть фильтруется через бумажный фильтр.*

Пластовая вода в количестве 10 мл помещается в стандартную мерную пробирку, снабженную притертой стеклянной пробкой. Образец реагента в количестве 100 мкл, что примерно соответствует его 1 %-ной концентрации, осторожно добавляется на поверхность воды в пробирке с помощью микрошприца. Пробирка закрывается пробкой, после чего содержимое пробирки перемешивается однократным переворачиванием.

Далее оценивается способность реагента к образованию прозрачного раствора или дисперсии. Если после однократного перемешивания содержимое пробирки остается прозрачным, то реагент считается водорастворимым. Появление опалесценции говорит об образовании микроэмульсии. Такой реагент относится к категории самодиспергируемых.

Если после однократного переворачивания пробирки реагент не образует раствор или микроэмульсию, то содержимое пробирки перемешивается более энергично пятикратным переворачиванием. Далее оценивается способность реагента образовывать эмульсию. Если после пятикратного перемешивания содержимое пробирки приобретает слабоокрашенное «молочное» состояние, которое сохраняется не менее 12 часов, то такой реагент считается диспергируемым. Если содержимое пробирки расслаивается в течение 1-12 часов, то реагент считается слабо диспергируемым. Если после пятикратного переворачивания эмульсия либо не образуется вовсе, либо расслаивается в течение 1 часа, то реагент считается недиспергируемым в пластовой воде.

**Растворимость/диспергируемость в нефти**

В качестве модели нефти используется смесь петролейного эфира, Нефраса (С3-80/120), керосина в соотношении 1:1:1. Модель нефти в количестве 10 мл помещается в стандартную мерную пробирку, снабженную притертой пробкой. Образец химического реагента в количестве 200 мкл, что примерно соответствует его 2 %-ной концентрации, осторожно добавляется на поверхность углеводородов в пробирке с помощью микрошприца. Пробирка закрывается пробкой. Содержимое пробирки перемешивается однократным переворачиванием. Оценивается способность реагента к образованию прозрачного раствора или дисперсии.

Если после однократного перемешивания содержимое пробирки остается прозрачным, то реагент считается нефтерастворимым. Если после однократного перемешивания содержимое пробирки опалесцирует в проходящем свете, то реагент образует микроэмульсию и считается самодиспергируемым. Если после однократного переворачивания пробирки реагент не образует раствор или микроэмульсию, то содержимое пробирки перемешивается более энергично пятикратным переворачиванием.

Оценивается способность реагента образовывать эмульсию.

Если после пятикратного перемешивания содержимое пробирки приобретает состояние, которое сохраняется не менее 12 часов, то реагент считается диспергируемым. Если содержимое пробирки расслаивается в течение 1-12 часов, то реагент считается слабо диспергируемым. В случае если после пятикратного переворачивания эмульсия либо не образуется вовсе, или расслаивается в течение 1 часа, то реагент считается недиспергируемым в нефти.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОВМЕСТИМОСТИ С ПЛАСТОВЫМИ ВОДАМИ, ЖИДКОСТЯМИ ГЛУШЕНИЯ И ДРУГИМИ ХИМИЧЕСКИМИ РЕАГЕНТАМИ

В рамках проверки совместимости оцениваются риски проявления осложнения при контакте испытуемого реагента с пластовыми флюидами, технологическими жидкостями и другими совместно применяемыми реагентами. Среди проявления осложнений выделяют выпадение осадков, газовыделение, разогрев и взаимное снижение эффективности испытуемых реагентов и других совместно применяемых базовых реагентов.

В самом общем виде перекрестное использование реагентов, которое сопрягается с рисками несовместимости, и которые необходимо оценить при тестировании, отражены в Таблице 3. Для деэмульгаторов, используемых на объектах подготовки нефти необходима проверка совместимости с композициями, направленных на интенсификацию добычи (ОПЗ, ГРП и т.д.). При этом выделяется технологическая и физико-химическая совместимости.

Технологическая совместимость оценивается по взаимному изменению эффективности совместно применяемых базовых реагентов в рабочих дозировках в присутствии испытуемого (критерий – снижение эффективности не более 8%) при совместном применении. Тесты по технологической совместимости проводятся при высоком риске потери эффективности реагента или потери качества нефти.

Физико-химическая совместимость оценивается по изменению фазового состояния смеси испытуемого реагента с совместно применяемыми базовыми реагентами в рабочих дозировках (осадки, эмульсии, коллоидные частицы, газо- и тепловыделение при смешении). Тесты по физико-химической совместимости проводятся в случае низкого риска потери эффективности реагентами.

Таблица 3

Перекрестное использование реагентов с возможным риском несовместимости

| **№** | **СИСТЕМА** | **РЕАГЕНТ** | **РИСК НЕСОВМЕСТИМОСТИ** | |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ** | **ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКОЙ** |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** |
| 1 | Система и Технологии Добычи | ИС | 2, 7-*б* | 8, 13, 36, 37 |
| 2 | ИК | 1, 13 | 36, 37 |
| 3а | ПАВ |  | 8, 9, 10, 36, 37 |
| 3б | Эмульгаторы |  | 36, 37 |
| 4 | Ингибитор гидратов |  | 36, 37 |
| 5 | Растворитель АСПО |  | 36 |
| 6 | Ингибитор АСПО |  | 36 |
| 7а | Депрессоры для добычи | 6 | 36 |
| 7б | Деэмульгаторы для добычи | 1, 22 | 36 |
| 8 | Соли глушения |  | 1, 8, 9, 10, 12, 36, 37, 38 |
| 9 | Соляная кислота |  | 8, 12, 36, 37 |
| 10 | Глинокислота |  | 8, 12, 36, 37 |
| 11 | Взаимный растворитель |  | 36, 37 |
| 12 | Загуститель солевых растворов |  | 8, 9, 10, 36, 37 |
| 13 | Бактерицид | 2 | 1, 36, 37 |
| 14 | Система Транспорта | ИС | 18-б | 36, 37 |
| 15 | ИК | 1, 14, 17, 20 | 36 |
| 16 | Растворитель АСПО |  | 36 |
| 17 | Ингибитор АСПО |  | 36 |
| 18а | Депрессоры | 17 | 36 |
| Деэмульгаторы для транспорта | 7-б, 14 | 18-б, 36 |
| 18б |
| 19 | Бактерицид |  | 18-б, 36, 37 |
| 20 | Нейтрализатор сероводорода |  | 18-б, 36, 37 |
| 21 | Система подготовки | Нейтрализатор сероводорода |  | 22, 23, 25, 36, 37 |
| 22 | Деэмульгатор | 1, 7-б, 12, 14, 23, 24, 25 | 22 (с базовым ДЭ) |
| 23 | Пеногасители |  | 21, 22, 24, 25, 36 |
| 24 | ИС | 25 | 21, 22, 25, 36, 37 |
| 25 | ИК | 24 | 21, 22, 24, 36, 37 |
| 26 | Растворитель АСПО |  | 36 |
| 27 | Соляная кислота |  | 36, 37 |
| 28 | Глинокислота |  | 36, 37 |
| 29 | Система ППД | Соляная кислота |  | 37 |
| 30 | Глинокислота |  | 37 |
| 31 | Бактерицид |  | 37 |
| 32 | ИС | 33 | 37 |
| 33 | ИК | 31, 32 | 37 |
| 34 | Поглотитель кислорода | 31, 32, 33 | 37 |
| 35 | ПАВ. Эмульгаторы |  | 36, 37 |
| 36 | Пласт флюиды | Нефть |  |  |
| 37 | Попутная вода |  |  |
| 38 | Керн |  | 8 |

При составлении программ лабораторного тестирования следует учитывать конкретные условия и место подачи реагентов на месторождении, а также технологические жидкости, которые вступают в непосредственный контакт с испытуемым реагентом.

При формировании программ ЛИ испытуемого реагента следует учитывать степень совместного применения и включать проверку совместимости:

* с используемыми на месторождении деэмульгаторами на объектах подготовки нефти вне зависимости от степени удаленности точки ввода испытуемого реагента до объекта подготовки;
* с жидкостями, с которыми реагент вступает в контакт в технологической цепочке в рабочей и ударной дозировке (пластовые флюиды, жидкости глушения и т.д);
* с реагентами, которые проистекают в одном потоке с рабочей дозировкой, то есть обладают одной зоной действия (подаются на одном кусту, скважине, одной или соседних точках ввода, но в один трубопровод).

Например, для реагентов для защиты трубопроводов и подаваемых в затрубное пространство скважины включение теста на совместимость с жидкостями глушения и пластовой водой в программу ЛИ нецелесообразно.

При изменении схемы подачи или технологии у применяемых реагентов может появиться новая совместная зона действия, совместимость этих реагентов ранее не была оценена в рамках лабораторного тестирования. В этом случае профильное СП ОГ несет ответственность за проверку совместимости реагентов в новой совместной зоне действия.

**Определение совместимости с пластовыми водами**

**Аппаратура, реактивы и материалы**

Для проведения испытаний необходимо следующее оборудование, реактивы и материалы:

1. весы аналитические с погрешностью измерения 0,0002 г по ГОСТ Р 53228;
2. натрия хлорид по ГОСТ 4233;
3. магния хлорид 6-водный по ГОСТ 4209;
4. кальция хлорид по ГОСТ 450;
5. натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201;
6. барий хлористый 2-водный по ГОСТ 4108;
7. кальций сернокислый по ТУ 6-09-706;
8. пипетки градуированные 4-1-1 по ГОСТ 29169;
9. колбы 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
10. пробирки П 2-25-14/23 ХС по ГОСТ 1770 или пробирки П 2-20-14/23 ХС по ГОСТ 1770;
11. Термостат, водяная баня с терморегулятором, обеспечивающие температуру в рабочем объеме от плюс 25 до плюс 90 °C с допустимой погрешностью ±2 °C.
12. вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.
13. Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.
14. Серная кислота по ГОСТ 4204.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка к испытанию**

**Приготовление рабочего раствора минерализованной воды**

Испытание следует проводить на моделях (имитатах) пластовых вод месторождений ОГ, где планируется применение химического реагента. Допускается использование имитата пластовой воды следующего приготовления.

В мерную колбу вместимостью 1 дм3 помещают 11,36 мг кальция сернокислого; 78,12 мг натрия углекислого кислого; 138600 мг хлористого натрия; 41600 мг хлористого кальция; 40700 мг шестиводного хлористого магния; 560 мг двуводного хлористого бария и растворяют в воде дистиллированной. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой. При наличии осадка раствор отфильтровывают.

*Примечание: При определении совместимости ингибитора с пластовой водой можно использовать пластовую воду с месторождения, очищенную от нефти и механических примесей экстракцией хлороформа. Для этого смесь воды с хлороформом 10:1 отстаивают в течение 30 минут, затем после отделения хлороформа водная часть фильтруется через бумажный фильтр.*

**Приготовление рабочего раствора ингибитора**

В мерную колбу вместимостью 100 см3 вносят 10 г исследуемого ингибитора и растворяют в воде дистиллированной. Объем раствора в колбе доводят до метки.

**Проведение испытания**

В первую серию из пяти пробирок при помощи пипетки наливают по 1, 3, 5, 7, 9 см3 минерализованной воды, затем пипеткой вносят 9, 7, 5, 3, 1 см3 рабочего раствора ингибитора. Концентрация ингибитора в полученных смесях равна, соответственно: 90, 70, 50, 30, 10 г/дм3. Смеси тщательно перемешивают, пробирки закрывают крышкой и выдерживают в течение 3 часов при 20 °C. Пробой сравнения служит минерализованная вода без ингибитора.

Во вторую серию из пяти пробирок при помощи пипетки также наливают по 1, 3, 5, 7, 9 см3 минерализованной воды, затем пипеткой вносят 9, 7, 5, 3, 1 см3 рабочего раствора ингибитора. Концентрация ингибитора в полученных смесях равна, соответственно: 90, 70, 50, 30, 10 г/дм3. Смеси тщательно перемешивают, пробирки закрывают крышкой и выдерживают в течение 3 часов в термостате или водяной бане при пластовой температуре того объекта, где планируется применение ингибитора. Пробой сравнения служит минерализованная вода без ингибитора.

**Обработка результатов**

Заключение о совместимости либо несовместимости химического реагента с минерализованной водой делается по результатам визуального определения. За результат показателя совместимости химического реагента с минерализованной водой принимается содержание химического реагента в той смеси, которая по внешнему виду не отличается от пробы сравнения. Если наблюдается выпадение осадка или образование взвешенных коллоидных хлопьев, или выделение реагента в отдельную фазу (если назначение реагента это не предусматривает), результат считается отрицательным. Пример оформления результатов анализа представлено в Таблице 4.

Таблица 4

Пример оформления результатов определения совместимости   
химического реагента с пластовой водой

| **КОНЦЕНТРАЦИЯ ХИМИЧЕСКОГО РЕАГЕНТА, Г/ДМ3** | **СТЕПЕНЬ МУТНОСТИ** | **НАЛИЧИЕ РАССЛОЕНИЯ, ГЕЛЯ** |
| --- | --- | --- |
| **1** | **2** | **3** |
| **ПРИ 20 0С** | | |
| 0 | Отсутствует | Отсутствует |
| 10 | Отсутствует | Отсутствует |
| 30 | Отсутствует | Отсутствует |
| 50 | Отсутствует | Отсутствует |
| 70 | Отсутствует | Отсутствует |
| 90 | Отсутствует | Отсутствует |
| **ПРИ ПЛАСТОВОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ** | | |
| 0 | Отсутствует | Отсутствует |
| 10 | Отсутствует | Отсутствует |
| 30 | Отсутствует | Отсутствует |
| 50 | Отсутствует | Отсутствует |
| 70 | Отсутствует | Отсутствует |
| 90 | Отсутствует | Отсутствует |

**Определение совместимости с жидкостями глушения**

**Аппаратура, реактивы и материалы**

Для проведения испытаний необходимо следующее оборудование, реактивы и материалы:

1. натрия хлорид по ГОСТ 4233;
2. кальция хлорид по ГОСТ 450;
3. пипетки градуированные 4-1-1 по ГОСТ 29169;
4. колбы 2-100-2 по ГОСТ 1770;
5. пробирки П 2-25-14/23 ХС по ГОСТ 1770 или пробирки П 2-20-14/23 ХС по ГОСТ 1770;
6. Термостат, водяная баня с терморегулятором, обеспечивающие температуру в рабочем объеме от плюс 25 до плюс 90 °C с допустимой погрешностью ± 2 °C.
7. вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

Допускается использование реактивов и аппаратуры, выпускаемых по другой документации, квалификации не ниже указанной в данном подразделе.

**Подготовка к испытанию**

**Приготовление растворов солей глушения**

Приготовление раствора галита (хлорида натрия) проводят следующим образом. В мерную колбу вместимостью 100 см3 вносят 24 г соли и растворяют в дистиллированной воде. Объем раствора в колбе доводят до метки.

Приготовление раствора хлорида кальция проводят следующим образом. В мерную колбу вместимостью 100 см3 вносят 33 г безводной соли и растворяют в дистиллированной воде. Объем раствора в колбе доводят до метки.

**Приготовление рабочего раствора химического реагента**

В мерную колбу вместимостью 100 см3 вносят 10 г исследуемого химического реагента и растворяют в воде дистиллированной. Объем раствора в колбе доводят до метки.

**Проведение испытания**

В первую серию из пяти пробирок при помощи пипетки наливают по 1, 3, 5, 7, 9 см3 раствора галита (хлорида натрия), затем пипеткой вносят 9, 7, 5, 3, 1 см3 раствора химического реагента. Концентрация химического реагента в полученных смесях равна, соответственно: 90, 70, 50, 30, 10 г/дм3. Смеси тщательно перемешивают, пробирки закрывают крышкой и выдерживают в течение 3 часов при 20 °C. Пробой сравнения служит раствор галита (хлорида натрия) без добавления химического реагента.

Во вторую серию из пяти пробирок при помощи пипетки также наливают по 1, 3, 5, 7, 9 см3 раствора галита (хлорида натрия), затем пипеткой вносят 9, 7, 5, 3, 1 см3 раствора химического реагента. Концентрация химического реагента в полученных смесях равна, соответственно: 90, 70, 50, 30, 10 г/дм3. Смеси тщательно перемешивают, пробирки закрывают крышкой и выдерживают в течение 3 часов в термостате или водяной бане при пластовой температуре того объекта, где планируется применение химического реагента. Пробой сравнения служит раствор галита (хлорида натрия) без добавления химического реагента.

В третью серию из пяти пробирок при помощи пипетки наливают по 1, 3, 5, 7, 9 см3 раствора хлорида кальция, затем пипеткой вносят 9, 7, 5, 3, 1 см3 раствора химического реагента. Концентрация химического реагента в полученных смесях равна, соответственно: 90, 70, 50, 30, 10 г/дм3. Смеси тщательно перемешивают, пробирки закрывают крышкой и выдерживают в течение 3 часов при 20 °C. Пробой сравнения служит раствор хлорида кальция без добавления химического реагента.

В четвертую серию из пяти пробирок при помощи пипетки также наливают по 1, 3, 5, 7, 9 см3 раствора хлорида кальция, затем пипеткой вносят 9, 7, 5, 3, 1 см3 раствора химического реагента. Концентрация химического реагента в полученных смесях равна, соответственно: 90, 70, 50, 30, 10 г/дм3. Смеси тщательно перемешивают, пробирки закрывают крышкой и выдерживают в течение 3 часов в термостате или водяной бане при пластовой температуре того объекта, где планируется применение химического реагента. Пробой сравнения служит раствор хлорида кальция без добавления химического реагента.

**Обработка результатов**

Заключение о совместимости либо несовместимости химического реагента с растворами глушения делается по результатам визуального определения. За результат показателя совместимости химического реагента с растворами глушения принимается содержание химического реагента в той смеси, которая по внешнему виду не отличается от пробы сравнения. Форма заполнения результатов анализа представлена в Таблице 5.

Таблица 5

**Оформление результатов определения совместимости   
ингибитора солеотложения с растворами глушения**

| **ЖИДКОСТЬ ГЛУШЕНИЯ** | **КОНЦЕНТРАЦИЯ ИНГИБИТОРА, Г/ДМ3** | **СТЕПЕНЬ МУТНОСТИ** | **НАЛИЧИЕ РАССЛОЕНИЯ, ГЕЛЯ** |
| --- | --- | --- | --- |
| **1** | **2** | **3** | **4** |
| Галит (хлорид натрия) | При 20 °C | | |
| 0 |  |  |
| 10 |  |  |
| 30 |  |  |
| 50 |  |  |
| 70 |  |  |
| 90 |  |  |
| При пластовой температуре | | |
| 0 |  |  |
| 10 |  |  |
| 30 |  |  |
| 50 |  |  |
| 70 |  |  |
| 90 |  |  |
| Хлорид кальция | При 20 0С | | |
| 0 |  |  |
| 10 |  |  |
| 30 |  |  |
| 50 |  |  |
| 70 |  |  |
| 90 |  |  |
| При пластовой температуре | | |
| 0 |  |  |
| 10 |  |  |
| 30 |  |  |
| 50 |  |  |
| 70 |  |  |
| 90 |  |  |

**Определение совместимости с другими химическими реагентами**

Оценка совместимости химических реагентов осуществляется с целью установления возможности их совместного применения и включает определение эффективности использования химического реагента в присутствии совместно применяемого химического реагента. Для тестирования химические реагенты смешиваются в рабочих эффективных дозировках, рабочей средой является воды, нефти (или имитатах), в которых используются реагенты, тестирование проводится согласно методике определения эффективности по соответствующему классу химических реагентов. Показателем, характеризующим совместимость химических реагентов, является коэффициент совместимости *Ксовм*, определяемый по следующей формуле:

Ксовм = q2/q1

где:

*q1* – эффективность основного химического реагента в рабочей дозировке в среде, не содержащей какого-либо другого (вторичного) химического реагента;

*q2* – эффективность основного химического реагента в рабочей дозировке в среде, содержащей какой-либо другой (вторичный) химический реагент.

Считается, что если:

0,92 ≤ *Ксовм* – химические реагенты совместимы (присутствие второго химического реагента незначительно изменяет эффективность использования основного химического реагента);

*Ксовм* < 0,92 –химические реагенты не совместимы (присутствие второго химического реагента снижает эффективность использования основного химического реагента);

*Ксовм* > 1,08 –химические реагенты совместимы с синергетическим эффектом (присутствие второго химического реагента повышает эффективность использования основного химического реагента).

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ДЕЙСТВИЯ ИНГИБИТОРОВ Коррозии

Оценку эффективности действия ИК проводят электрохимическим и/или гравиметрическим методами. Предпочтение следует отдавать результатам гравиметрического анализа. При оценке эффективности действия ИК на сероводородсодержащих средах используют только гравиметрический метод.

Гравиметрический метод заключается в определении потери массы металлических образцов за время их пребывания в ингибированной и неингибированной средах с последующей оценкой эффективности защитного действия ИК по изменению скорости коррозии. Испытуемыми средами служат ингибированные и не ингибированные модельные пластовые воды, водно-нефтяная эмульсия и (или) водная часть водно-нефтяной среды.

Для проведения испытаний ИК гравиметрическим методом необходимо следующее оборудование, реактивы и материалы:

1. ячейки для гравиметрических испытаний, обеспечивающие в течение времени испытаний стабильное поддержание и контроль параметров испытания, возможность продувки среды инертным газом с целью деаэрации и в дальнейшем насыщения сероводородом и (или) диоксидом углерода, введение ингибитора в среду, термостатирование;
2. устройства для перемешивания испытуемой среды с варьированием скорости перемешивания;
3. регулируемый источник диоксида углерода (блок подготовки газов БПГ-38, БПГ-37 или аналогичный прибор);
4. диоксид углерода, ГОСТ 8050;
5. ацетон, ГОСТ 2603;
6. натрий хлористый, ГОСТ 4233;
7. бикарбонат натрия, ГОСТ 4201;
8. кальций хлористый, ГОСТ 450;
9. магний хлористый, 6-водный, ГОСТ 4209;
10. кальций хлористый обезвоженный, ТУ 6-09-4711;
11. кислота соляная, ГОСТ 3118;
12. вода дистиллированная, ГОСТ Р 58144;
13. эксикатор, ГОСТ 25336;
14. весы лабораторные, ГОСТ Р 53228;
15. бумага фильтровальная, ГОСТ 12026;
16. пинцет;
17. шлифовальные материалы.
18. Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.
19. Серная кислота по ГОСТ 4204.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка образцов**

Для проведения испытаний рекомендуется применять плоские образцы (пластины) в соответствии с требованиями ГОСТ Р 9.905. Марка металла образца должна совпадать с маркой материала объекта испытаний. Для того чтобы исключить, по возможности, влияние неоднородностей, общая площадь испытуемого образца должна быть как можно больше, с учетом соотношения объема испытуемого раствора не менее 20 см3 на 1 см2 площади поверхности образца.

Соотношение площади поверхности образца и его массы должно быть большим и способствовать максимальному количеству потерь металла от коррозии.

Поверхность образца шлифуют до шероховатости Ra не более 1,6 мкм по ГОСТ 2789 и обезжиривают ацетоном. Степень обезжиривания контролируют по полному смачиванию водой поверхности образца. После обезжиривания последующие операции с образцами необходимо проводить с помощью пинцета или фильтровальной бумаги.

Для активации поверхности образца его погружают на одну минуту в раствор 15 %-ной соляной кислоты, затем тщательно промывают проточной и дистиллированной водой, высушивают фильтровальной бумагой, упаковывают в неё, выдерживают в эксикаторе с влагопоглотителем в течение 1 часа и взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более 0,0001 г.

**Среды для испытаний**

В лабораторных условиях оценку защитного действия ингибиторов рекомендуется проводить в моделях пластовых вод нефтяного месторождения, так как замена пластовых вод модельными средами позволяет повысить воспроизводимость результатов испытаний. Моделирование состава пластовой воды основывается на результатах химического анализа попутно-добываемых вод. При испытаниях в двухфазных средах в качестве углеводородной фазы необходимо использовать нефть, отобранную с объекта ОГ, для которого проводятся испытания. Проба нефти должна быть с содержанием воды не более 1%, содержание каких-либо химических реагентов не допускается. Срок хранения модельной среды не более 5 суток. Если скважины будущего объекта испытаний помимо коррозии осложнены выносом КВЧ (песок, другие твердые отложения) с средним содержанием более 100 мг/л ЛИ по определению эффективности ингибиторов коррозии производят в проточных ячейках с моделированием компонентного состава воды и КВЧ (содержание и гранулометрический состав). При этом при подборе эффективной дозировки требование по минимальной требуемой эффективности (скорость коррозии менее 0,1 мм/год) сохраняется. Если на объекте испытания происходит вынос КВЧ с содержанием менее 100 мг/л, то лабораторное определение эффективности можно производить в обычной стеклянной ячейке с магнитной мешалкой без моделирования содержания КВЧ.

**Порядок проведения гравиметрических испытаний**

Подготовленные образцы помещают в ячейку с испытуемой средой. Образцы должны быть жестко закреплены для предохранения их от вибрации и обеспечения свободного контакта с испытуемой средой. Время испытаний отсчитывают с момента помещения образцов в среду. Время испытаний образцов в ингибированной и не ингибированной испытуемой среде должно быть равным.

Испытуемую среду при проведении испытаний в водно-нефтяной эмульсии или в водной части водно-нефтяной эмульсии готовят следующим образом: в два стеклянных сосуда, снабженные перемешивающим устройством и нижним тубусом с краном, заливают нефть и модельную пластовую воду в соотношении, предусмотренном Программой испытаний, перемешивают в течение 5 минут со скоростью, обеспечивающей образование эмульсии. В один из сосудов дозируют исследуемый ИК и продолжают перемешивание в обоих сосудах в течение 30 минут, после чего в зависимости от Программы испытаний эмульсию отстаивают до разделения фаз и берут для испытаний водную фазу либо, не дожидаясь разделения фаз, помещают водно-нефтяную эмульсию в ячейки. При проведении испытаний в однофазной водной среде модельную пластовую воду помещают в ячейки и дозируют в них исследуемый ИК.

В соответствии с Программой испытаний испытуемая среда может деаэрироваться инертным газом (азот, гелий) и насыщаться сероводородом и (или) диоксидом углерода. Сероводород получают по ОСТ 39-099.

В ячейке создают режим, соответствующий Программе испытания. Продолжительность испытаний устанавливают в соответствии с ГОСТ Р 9.905. При проведении сравнительных испытаний время испытания должно быть не менее 6 часов. Колебания температуры испытуемой среды не должны превышать  2 °C. Уменьшение объема среды вследствие испарения не должно превышать 1%.

В каждом режиме проводят не менее двух параллельных испытаний на образцах в количестве не менее трех для каждого испытания.

Сразу после испытаний образцы подвергают визуальному осмотру: определяют наличие и цвет продуктов коррозии, после снятия продуктов коррозии – характер коррозии. Обо всех характерных особенностях должна быть соответствующая запись в протоколе испытаний.

Для определения потери массы образцов их поверхность должна быть очищена в последовательности:

1. нефть и рыхлые продукты коррозии удаляют шпателем, щеткой и одним из растворителей: бензином, керосином, уайт-спиритом;
2. при наличии плотной пленки из продуктов коррозии их удаление производят по ГОСТ Р 9.907, в случае проведения данной операции до основных испытаний убыль массы не должна быть учтена при подсчете скорости коррозии;
3. образцы промывают водопроводной и дистиллированной водой, высушивают фильтровальной бумагой, обезжиривают ацетоном, упаковывают в фильтровальную бумагу, выдерживают в эксикаторе с влагопоглотителем в течение 1 часа и взвешивают на аналитических весах.

**Обработка результатов гравиметрических испытаний**

Скорость общей коррозии коррозии () в вычисляют по формуле:



где:

 – масса образца до испытания, г;

 – масса образца после испытания, г;

*S* – площадь поверхности образца, м2;

 – время испытания, ч.

Для перевода полученного значения общей скорости коррозии в единицы измерения мм/год используют формулу:

*V*кор · 1,12

1,12 – коэффициент для перевода единиц измерения г/(м2∙час) в мм/год.

Результаты испытаний заносят в протокол, который должен содержать следующую информацию:

* обозначение ИК (маркировка);
* марка стали образцов;
* концентрация Ик;
* состав и температура среды;
* продолжительность испытания;
* значения замеряемых величин;
* расчетное значение эффекта защиты;
* результаты статистической обработки.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ РАСТВОРЕНИЯ КАРБОНАТА И СУЛЬФАТА КАЛЬЦИЯ

**Средства измерений и вспомогательное оборудование:**

* весы лабораторные общего назначения по ГОСТ Р 53228, 2 класса точности, диапазон взвешивания от 0,01 до 600 г, допустимая погрешность взвешивания ±0,03;
* весы лабораторные электронные GR-202 (или аналогичные) по ГОСТ Р 53228, диапазон взвешивания от 0,01 до 210 г, класс точности - (1), погрешность взвешивания 0,07-0,3 мг;
* шкаф сушильный лабораторный с температурой нагрева 200 0С;
* банки с винтовой крышкой, ИСО 9002, ИСО 4796-1, вместимостью 0,1 дм3;
* воронки В-36-80ХС ГОСТ 25336;
* корзиночка из стальной сетки с ячейками 1х1 мм. Диаметр корзиночки 20 мм, высота – 20 мм.

**Реактивы и материалы:**

* вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144;
* бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026;
* растворитель солевых отложений;
* кубики мрамора размером 10х10х10 мм;
* реальные промысловые отложения с содержанием карбоната кальция и сульфата кальция;
* кальций сульфат по ТУ 6-09-706-76.

Средства измерений, применяемые при измерениях, должны быть проверены.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Условия выполнения измерений**

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

* температура окружающего воздуха, от 15 до 25 °C;
* относительная влажность воздуха, от 30 до 80 %;
* атмосферное давление, мм рт. ст. от 630 до 800;
* напряжение переменного тока электрической сети, В (220 ± 22);
* частота переменного тока электрической сети, Гц (50 ± 1);

**Метод измерений**

Метод измерений основан на растворении определенного количества мрамора или сульфата кальция (гипса) в течение времени в растворителе солевых отложений и последующем гравиметрическом определении не растворившейся части.

**Требования безопасности и охраны окружающей среды**

* При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с реактивами согласно ГОСТ 12.1.007.
* При выполнении измерений необходимо соблюдать правила электробезопасности, согласно ГОСТ Р 12.1.019 и инструкции по эксплуатации приборов.
* Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.
* К выполнению измерений допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие инструктаж по технике безопасности и изучившие документацию на применяемые средства измерений.

**Подготовка к выполнению измерений**

Для выполнения измерений эффективности растворения карбонатных отложений и удельной ёмкости растворителей используют калиброванные мраморные кубики. Размер кубиков 10х10х10 мм. Кубики мрамора взвешивают на аналитических весах с точностью ± 0,0002 г.

Для испытаний эффективности растворения сульфатных отложений и полной ёмкости растворителей используют калиброванные кубики, изготовленные из натуральных отложений сульфата кальция размером 10х10х10 мм, или измельченные натуральные отложения сульфата кальция, которые помещают в заранее взвешенные корзиночки из стальной сетки. Корзиночку с образцом взвешивают, высчитывают массу навески гипса с точностью ± 0,0002 г. В случае отсутствия натуральных отложений гипса используют сульфат кальция. Растворитель взвешивают на электронных весах в количестве, соответствующем соотношению 10/1 (растворитель /отложения) по массе, с точностью ± 0,02 г. Для определения удельной емкости растворителей солеотложений используемый для испытаний растворитель предварительно взвешивают.

**Проведение испытаний**

Определение эффективности растворения мрамора.

Кубик мрамора помещают в банку с винтовой крышкой, приливают растворитель и выдерживают в течение 6 часов в статических условиях. По достижении заданного времени растворитель с мрамором отфильтровывают через предварительно взвешенный и доведенный до постоянной массы фильтр, нерастворившийся мрамор промывают водой и высушивают до постоянной массы.

Определение эффективности растворения отложений сульфата кальция (гипса).

При использовании кубиков из натуральных отложений сульфата кальция определение эффективности растворения проводят аналогично как с образцами мрамора. В случае отсутствия кубиков корзиночку с навеской измельченных отложений гипса или порошка сульфата кальция помещают в банку с винтовой крышкой, приливают растворитель и выдерживают в течение 6 часов в статических условиях. По истечении заданного времени корзиночку с отложениями извлекают из растворителя, выдерживают на воздухе до постоянной массы. Взвешивают и высчитывают массу нерастворенной части сульфата кальция.

Определение удельной ёмкости растворителей солеотложений.

В растворитель солеотложений помещается кубик мрамора или гипса и выдерживается до его полного растворения. Затем туда добавляется еще один кубик и так до тех пор пока не произойдет насыщение растворителя. После этого нерастворившуюся часть отложений отфильтровывают, промывают водой и высушивают до постоянной массы.

**Обработка результатов измерений**

Расчет эффективности растворения.

Эффективность растворения мрамора или гипса (**Э**, %) определяют как соотношение разности между исходной и конечной массой солеотложения к исходной массе образца в процентах по формуле:

, %

где:

m*исх* - исходная масса кубиков мрамора (сульфата кальция), г;

m*ост*- масса остатка кубиков мрамора (сульфата кальция) за вычетом массы фильтра.

Расчет удельной емкости растворителей солеотложений.

Удельная емкость растворителей солеотложений (Ёуд, г/дм3) рассчитывалась по формуле:

Ёуд = Δм \* d \* 1000/ мраств,

где:

Δм – масса растворенной части образца солеотложений, г;

d – плотность растворителя, г/см3;

мраств **–** масса растворителя, г.

За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, расхождение между которыми не превышает 2%.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОРРОЗИОННОЙ АГРЕССИВНОСТИ РАСТВОРИТЕЛЕЙ СОЛЕОТЛОЖЕНИЙ

Данное требование обеспечивает получение количественной информации по скорости коррозии в кислотах и кислотных составах малоуглеродистой нелегированной стали Ст. 3 (или 08кп) при температуре 20 °C и стали, из которой изготовлены НКТ (Ст. 35) при температуре 90 °C.

**Оборудование. Реагенты. Материалы**

1. Весы аналитические с погрешностью измерения 0,0002 г по ГОСТ Р 53228.
2. Термостат или водяная баня с терморегулятором, обеспечивающие температуру в рабочем объеме от плюс 20 до плюс 90 °C с допустимой погрешностью ± 2 °C.
3. Эксикатор по ГОСТ 25336 с влагопоглотителем или сушильный шкаф общелабораторного назначения.
4. Стеклянные ячейки объемом не менее 750 см3.
5. Образцы – пластинки из углеродистой стали Ст.3.
6. Образцы, вырезанные из стали НКТ.
7. Пинцет по ГОСТ 21241.
8. Штангенциркуль ШЦ-П-250-0,05 по ГОСТ 166.
9. Шпатель металлический или резинка карандашная.
10. Шкурка шлифовальная с размером зерна 4x10-2 мм по ГОСТ 3647.
11. Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026.
12. Вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556.
13. Ацетон по ГОСТ 2603.
14. Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.
15. Раствор для удаления продуктов коррозии химическим методом по ГОСТ Р 9.907 состава:

* кислота серная по ГОСТ 4204;
* кислота лимонная по ГОСТ 3652;
* тиомочевина по ГОСТ 6344;
* вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка измерений**

**Подготовка образцов:**Подготовка образцов из Ст. 3 проводится в соответствии с разделом 9 настоящего Приложения. Испытуемые образцы - пластины размером 50x25x1,0 мм должны изготавливаться из углеродистой стали Ст.3 в соответствии с требованиями, предъявляемыми ГОСТ Р 9.905. Для подвески образцов в них сверлят отверстие диаметром 5 мм. Образцы около отверстия маркируют цифровым клеймом. Перед проведением испытаний поверхность образцов шлифуют до шероховатости Ra не более 1,6 мкм по ГОСТ 2789, протирают ватой или фильтровальной бумагой, обезжиривают ацетоном, выдерживают 1 час в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более 0,0002 г.

**Подготовка образцов из материала НКТ (Ст. 35):**

Для проведения процедуры используется новая труба НКТ, которая разрезается на отрезки длиной 2,5 см по телу трубы. Затем, каждый отрезок необходимо разрезать ещё на 4 одинаковые части. Трубу следует разрезать холодным способом во избежание изменения свойств купонов (образцов). Просверлить в образцах отверстия одинакового диаметра для подвешивания в испытательной ячейке. Образцы около отверстия маркируют цифровым клеймом. Перед проведением испытаний поверхность образцов шлифуют, обезжиривают, образцы выдерживают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах.

**Проведение измерений**

Испытания коррозионной агрессивности растворителей солеотложений проводят в соответствии с ГОСТ Р 9.905. Коррозионная агрессивность оценивается гравиметрическим методом, по изменению массы образцов из углеродистой стали. Соотношение площади поверхности образцов к объему реагента должно составлять не менее 1:10 (на 1 см2 площади образцов 10 см3 реагента). Подготовленные образцы закрепляют в держателях установок в вертикальном положении (по 3 образца) и помещают в испытательные ячейки, заполненные реагентом (товарной формой реагента или его водным раствором). Испытания проводят в ячейках, установленных в суховоздушные термостаты или водяные бани при двух температурах: 20 °C и 90 °C. Продолжительность испытаний при 20 °C с образцами из Ст.3 – 6 часов без перемешивания (статический тест), при 90 °C с образцами из стали НКТ – 6 часов без перемешивания. Сразу после испытаний образцы подвергают визуальному осмотру: определяют наличие и характер продуктов коррозии, после снятия продуктов коррозии - характер коррозии.

Для определения потери массы образцов их поверхность должна быть очищена в следующей последовательности:

* рыхлые продукты коррозии удаляют шпателем или резинкой карандашной;
* выдерживают 1 час в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более 0,0002 г.

**Расчет результатов измерений**

Скорость равномерной коррозии К в (г/(м2∙час)) вычисляют по формуле:

,

m0, m1 - масса образца до и после испытания соответственно, г;

S - площадь поверхности образца, м2;

τ - время экспозиции, час.

Скорость коррозионного проникновения Кг в мм/год вычисляют по формуле:

Кг = 1,12∙К

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение скоростей коррозии трех пластинок, абсолютное расхождение между которыми не превышает 0,040. При обработке результатов испытаний используют метод математической обработки результатов (математическая статистика). В результате математической обработки рассчитывают и исключают грубые погрешности при определении скорости коррозии, рассчитывают среднюю скорость и среднеквадратичную ошибку. Результат представляют в виде доверительного интервала. Доверительная вероятность выбирается в зависимости от требований надежности в коррозионном отношении. Для особой надежности доверительная вероятность выбирается 0,95, 0,99. Для большинства коррозионных исследований достаточна доверительная вероятность 0,90 или 0,80.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ РАСТВОРИТЕЛЕЙ В ЗАКРЫТОМ ТИГЛЕ

Данное требование обеспечивает получение количественной информации о самой низкой температуре горючего вещества, при которой в условиях испытания над его поверхностью образуется смесь паров и газов с воздухом, способная вспыхивать в воздухе от источника зажигания, но скорость их образования еще недостаточна высока для последующего горения. Растворитель нагревается в закрытом тигле с постоянной скоростью при непрерывном перемешивании и испытывается на вспышку через определенные интервалы температур.

**Оборудование. Реагенты. Материалы**

Необходимы следующие оборудование и реагенты:

1. аппарат для определения температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом тигле типа ТВЗ (ТВ-1 или автоматический прибор типа АТВЗ (АТВ-1), обеспечивающие точность метода;
2. термометры типов ТИН I-1, ТИН I-2 по ГОСТ 400, ТН – 1М, ТН-2М, ТН-6М по   
   ТУ У 33.2-14307481-042:2007, ГОСТ 400. Термометр ТН-6М применяют при испытании продуктов с температурой вспышки ниже 12 °C;
3. растворители: Нефрасы С2-80/120, С3-80/120 по НТД, с-50/170 по ГОСТ 8505 или бензин прямой перегонки, не содержащий присадок, или углеводороды галоидопроизводные;
4. секундомер;
5. барометр или барометр-анероид по технической документации, утвержденной в установленном порядке;
6. экран, окрашенный с внутренней стороны черной краской, каждая секция которого имеет ширину около 46 см и высоту 61 см;
7. кальций хлористый гранулированный или натрий хлористый по ГОСТ 4233 или натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166;
8. бумага фильтровальная лабораторная по ГОСТ 12026;
9. смесь охладительная или камера холодильная.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка образца**

Испытуемый образец растворителя перед испытанием перемешивают в течение 5 минут встряхиванием в склянке, заполненной не более чем на 2/3 ее вместимости.

Образцы растворителей, имеющих температуру вспышки ниже 50 °C, охлаждают до температуры, которая не менее чем на 17 °C ниже предполагаемой температуры вспышки.

**Подготовка прибора**

Прибор устанавливают на ровном устойчивом столе в таком месте, где нет заметного движения воздуха и свет затемнен настолько, что вспышка хорошо видна. Для защиты от движения воздуха прибор с трех сторон окружают экраном. Допускается при применении нескольких приборов соответственно увеличить ширину экрана.

Тигель и крышку прибора промывают растворителем, высушивают, удаляя все следы растворителя, и охлаждают до температуры не менее чем на 17 °C ниже предполагаемой температуры вспышки.

При испытании растворителей с температурой вспышки до 50 °C нагревательную ванну охлаждают до температуры окружающей среды. Тигель должен иметь температуру образца растворителя.

Испытуемый растворитель наливают в тигель до метки, не допуская смачивания стенок тигля выше указанной метки.

Тигель закрывают крышкой, устанавливают в нагревательную ванну, вставляют термометр и зажигают зажигательную лампочку, регулируя пламя так, чтобы форма его была близкой к шару диаметром 3-4 мм.

При испытании токсичного растворителя или растворителя, который выделяет токсичные вещества при разложении и горении, испытание проводят при соблюдении правил по технике безопасности, принятых для работ с токсичными веществами. В этом случае прибор устанавливают в вытяжном шкафу или применяют соответствующий противогаз и дегазационные средства.

**Проведение анализа**

Нагревательную ванну включают и нагревают испытуемый растворитель в тигле. Перемешивание ведут, обеспечивая частоту вращения мешалки от 1,5 до 2,0 с-1, а нагрев - со скоростью от 5 до 6 °C в 1 мин.

Измеряют барометрическое давление.

Испытания на вспышку проводят при достижении температуры на 17 °C ниже предполагаемой температуры вспышки.

Испытание на вспышку проводят при повышении температуры на каждый 1 °C для растворителей с температурой вспышки до 104 0С и на каждые 2 °C для растворителей с температурой вспышки выше 104 °C.

В момент испытания на вспышку перемешивание прекращают, приводят в действие расположенный на крышке механизм, который открывает заслонку и опускает пламя. При этом пламя опускают в паровое пространство на 0,5 с, оставляют в самом нижнем положении на 1 с и переводят в верхнее положение.

За температуру вспышки каждого определения принимают показания термометра в момент четкого появления первого (синего) пламени над поверхностью растворителя внутри прибора. Не следует принимать за температуру вспышки окрашенный (голубоватый) ореол, который иногда окружает пламя перед тем, как оно вызывает фактическую вспышку.

При появлении неясной вспышки она должна быть подтверждена последующей вспышкой при повышении температуры на 1 или 2 °C. Если при этом вспышка не произойдет, испытание повторяют вновь.

**Обработка результатов**

**Поправка на барометрическое давление**

Вычисляют температуру вспышки с поправкой на стандартное барометрическое давление 101, 325 кПа алгебраическим сложением найденной температуры и поправки, определенной по формуле:



где:

Р – фактическое барометрическое давление, кПа.

За результат испытания принимают среднее арифметическое значение результатов не менее двух последовательных определений. Полученное значение температуры вспышки (0С) округляют до целого числа.

**Точность метода**

**Повторяемость**

Два результата определений, полученные одним исполнителем в одной лаборатории, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в таблице 6.

**Воспроизводимость**

Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в Таблице 6.

Таблица 6

**Допустимые пределы сходимости и воспроизводимости**

| **ТЕМПЕРАТУРА ВСПЫШКИ, 0С** | **ПОВТОРЯЕМОСТЬ** | **ВОСПРОИЗВОДИМОСТЬ** |
| --- | --- | --- |
| **1** | **2** | **3** |
| До 104 | 2 | 4 |
| Св. 104 | 5 | 8 |

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРЯЮЩЕЙ И ДИСПЕРГИРУЮЩЕЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ РАСТВОРИТЕЛЕЙ АСПО

Для удаления АСПО могут быть применены водные растворы диспергаторов. При этом оценка эффективности проводится по степени диспергирования (размеру капель отложений) в растворе, методика испытаний предлагается поставщиком для включения в программу ЛИ. Ниже приводится классическая методика по определению эффективности удаления/диспергирования АСПО в углеводородных растворителях.

**Оборудование. Реагенты. Материалы**

1. Корзиночки из стальной сетки с размером ячейки 1,0x1,0 мм. Диаметр корзиночки 20 мм, высота – 20 мм.
2. Колбы КН-250 по ГОСТ 25336.
3. Воронка Бюхнера.
4. Стаканчик для взвешивания СВ по ГОСТ 25336.
5. Холодильник ХПТ или ХШ пли ХСН по ГОСТ 25336.
6. Эксикатор 2 по ГОСТ 25336.
7. Баня водяная или песочная.
8. Толуол по ГОСТ 5789.
9. Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий нагрев до температуры не ниже 200 0С и регулирование температуры с погрешностью не более 5 °C.
10. Насос водоструйный по ГОСТ 25336 или любой насос, создающий разрежение.
11. Образцы АСПО того объекта, где планируется применение растворителя.
12. Фильтры обеззоленные плотные марки «синяя лента», диаметром 80-130 мм по   
    ТУ 2642-001-68085491.
13. Лабораторные весы общего назначения по ГОСТ Р 53228, 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г или аналогичного типа.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка к анализу**

Беззольный фильтр перед испытанием промывают растворителем, помещают в стаканчик для взвешивания с открытой крышкой и сушат не менее 1 часа в сушильном шкафу при 105-110 oС. Затем стаканчик закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 30 минут и взвешивают. Результат взвешивания в граммах записывают с точностью до третьего десятичного знака. Операцию высушивания и взвешивания повторяют до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями – не более 0,0004 г. Повторное высушивание фильтра проводят в течение 30 минут. Для определения эффективности РАСПО необходимо нагреть исследуемый образец АСПО до температуры размягчения, перемешать его до однородного состояния и приготовить шарики диаметром 10 мм. Образец взвешивается и помещается в заранее взвешенные корзиночки из стальной сетки с размером ячейки 1,0x1,0 мм. Диаметр корзиночки 20 мм, высота – 20 мм. Корзиночки с образцом АСПО взвесить, высчитав массу навески АСПО с точностью до 0,005 г.

**Проведение анализа**

Корзиночку с навеской АСПО помещают в колбу на 150 см3, куда наливают изучаемый РАСПО в соотношении 10 г на 1 г АСПО, так, чтобы растворитель полностью покрывал образец АСПО. РАСПО взвешивается с точностью до 0,005 г. Температура эксперимента 20 °C, время выдержки – 6 часов. Для исключения испарения РАСПО колбу закрывают герметичной крышкой. Через определенные промежутки времени корзиночки извлекаются из РАСПО. Выдерживаются на воздухе до постоянства массы. Фиксируется их масса. Рекомендуемая периодичность извлекания корзинок 0,5 или 1 час. Через 6 часов ячейку извлекают из РАСО, время стекания 30 минут. Содержимое ячейки следует отфильтровать на воронке Бюхнера, а фильтр с остатком высушить до постоянного веса. Далее определяется масса остатка на фильтре по разности масс фильтра и фильтра с остатком АСПО с точностью 0,005 г.

**Обработка результатов**

Масса фильтрата (растворителя и растворенной части АСПО) рассчитывается с точностью 0,005 г по разности:

*G*фильтрата = (*G*АСПО + *G*р) - (*G*ф + *G*кор)

где:

GАСПО – исходная масса образца АСПО,

Gр - масса РАСПО;

Gф - масса остатка АСПО на фильтре;

Gкор - масса остатка ***АСПО*** на корзинке.

Масса АСПО, растворенного в РАСПО (GРЧ), рассчитывается с точностью 0,005 г по разности:

*G*РЧ = *G*АСПО - (*G*ф + *G*кор)

где:

GАСПО - масса образца АСПО,

Gф - масса остатка АСПО на фильтре,

Gкор - масса остатка АСПО на корзинке.

При обработке результатов проводится расчет моющей, диспергирующей и растворяющей способности РАСПО. Указанные показатели для РАСПО введены в настоящем Приложении и определяются соответствующими формулами.

**Моющая способность растворителя (итоговая эффективность удаления АСПО)** определяется как отношение разности между исходной и конечной массой АСПО к исходной массе образца в процентах:

*Э*м = (*G*АСПО *- G*кор).100/*G*АСПО, %

**Диспергирующая способность растворителя** определяется как отношение массы остатка АСПО на фильтре к исходной массе образца АСПО:

*Э*д = *G*ф.100/ *G*АСПО, %

**Растворяющая способность растворителя** определяется как отношение разности между массой разрушенных и диспрегированных отложений к массе взятого на анализ образца в процентах:

Эр = [(*G*АСПО *- G*кор) - *G*ф]∙100/ *G*АСПО, %

Результаты оформляются в форме приведенной в Таблице 7.

Таблица 7

Оформление результатов определения эффективности удаления АСПО

| № ПП | ВРЕМЯ ВЫДЕРЖКИ, МИН | Gаспо, исходная масса образца, Г | Gр, масса образца АСПО, Г | GФ, масса остатка образца на фильтре, Г | Gкор, масса образца в корзинке, Г | Эд, диспергир. способность, % | Эр, растворяющ. способность, % | Эм, моющая способность, % |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
| 1 |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 2 |  |  |  |  |  |  |  |  |

Два результата определения, полученные одним исполнителем, признаются достоверными   
(с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,05 %. Два результата испытания, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,15 %. По результатам тестирования делается вывод о моющей, диспергирующей и растворяющей способности РАСПО.

При недостаточной эффективности удаления АСПО при ЛИ могут быть применены другие соотношения отложений и растворителя. Окончательное решение о допуске к стадии ОПИ и промышленного применения принимается на основании технической возможности подачи больших объемов РАСПО на промышленных объектах и экономической составляющей.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЫСАЛИВАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ РАСТВОРИТЕЛЯ

Данное требование обеспечивает получение качественной информации по совместимости растворителей с попутно-добываемой водой и прогноз рисков, возникающих при использовании растворителей при добыче и в технологиях подземного ремонта скважин. Растворитель не должен вызывать эффект высаливания (выпадение солей из растворов) при его контакте с пластовыми водами в интервале температур от 20 °C до пластовой температуры. Особенно это касается растворителей, которые применяются при обработке призабойной зоны пласта, так как выпадение солей при контакте с растворителем в призабойной зоне пласта может вызвать кольматацию последней и, соответственно, уменьшить продуктивность скважины. Суть методики состоит в том, что растворитель смешивают с пластовой водой и фиксируют наличие или отсутствие эффекта высаливания.

**Оборудование. Реагенты. Материалы**

Для проведения испытаний необходимо следующее оборудование, реактивы и материалы:

1. весы аналитические с погрешностью измерения 0,0002 г по ГОСТ Р 53228;
2. натрия хлорид по ГОСТ 4233;
3. магния хлорид 6-водный по ГОСТ 4209;
4. кальция хлорид по ГОСТ 450;
5. натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201;
6. барий хлористый 2-водный по ГОСТ 4108;
7. кальций сернокислый по ТУ 6-09-706;
8. пипетки градуированные 4-1-1 по ГОСТ 29169;
9. колбы 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
10. пробирки П 2-25-14/23 ХС по ГОСТ 1770 или пробирки П 2-20-14/23 ХС по ГОСТ 1770;
11. Термостат, водяная баня с терморегулятором, обеспечивающие температуру в рабочем объеме от плюс 25 до плюс 90 °C с допустимой погрешностью ± 2 °C;
12. вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.
13. Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.
14. Серная кислота по ГОСТ 4204.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка к анализу**

Испытание следует проводить на моделях (имитатах) пластовых вод месторождений ОГ, где планируется применение химического реагента. Допускается использование имитата пластовой воды следующего приготовления:

В мерную колбу вместимостью 1 дм3 помещают 11,36 мг кальция сернокислого; 78,12 мг натрия углекислого кислого; 138600 мг хлористого натрия; 41600 мг хлористого кальция; 40700 мг двуводного хлористого магния; 560 мг шестиводного хлористого бария и растворяют в воде дистиллированной. Объем раствора в колбе доводят до метки дистиллированной водой. При наличии осадка отфильтровывают.

*Примечание: При определении высаливающей способности растворителя можно использовать пластовую воду с месторождения, очищенную от нефти и механических примесей экстракцией хлороформа. Для этого смесь воды с хлороформом 10:1 отстаивают в течение 30 минут, затем после отделения хлороформа водная часть фильтруется через бумажный фильтр.*

**Проведение анализа**

В первую серию из пяти пробирок при помощи пипетки наливают по 1, 3, 5, 7, 9 см3 минерализованной воды, затем пипеткой вносят 9, 7, 5, 3, 1 см3 растворителя. Смеси тщательно перемешивают, пробирки закрывают крышкой и выдерживают в течение 3 часов при 20 °C. Пробой сравнения служит минерализованная вода. Во вторую серию из пяти пробирок при помощи пипетки также наливают по 1, 3, 5, 7, 9 см3 минерализованной воды, затем пипеткой вносят 9, 7, 5, 3, 1 см3 растворителя. Смеси тщательно перемешивают, пробирки закрывают крышкой и выдерживают в термостате или водяной бане в течение 3 часов при пластовой температуре того объекта, где планируется применение реагента. Пробой сравнения служит минерализованная вода.

**Обработка результатов**

Заключение о наличии эффекта высаливания делается по результатам визуального определения. Оценивается наличие осадка или мутности в **водной фазе**. Если наблюдается «высаливание» реагента - выпадение осадка или образование взвешенных коллоидных хлопьев в водной фазе, результат считается отрицательным. Допускается расслоение смеси растворитель/минерализованная вода, без наличия осадка в водной фазе. Пример оформления результатов анализа представлено в Таблице 8.

Таблица 8

Пример оформления результатов определения эффекта высаливания   
солей растворителем из пластовой воды

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| **СООТНОШЕНИЕ РАСТВОРИТЕЛЬ/МИНЕРАЛИЗОВАННАЯ ВОДА, МЛ/МЛ** | **НАЛИЧИЕ МУТНОСТИ** | **НАЛИЧИЕ РАССЛОЕНИЯ, ГЕЛЯ** |
| **1** | **2** | **3** |
| При 20 0С | | |
| 1/9 | Отсутствует | Отсутствует |
| 3/7 | Отсутствует | Отсутствует |
| 5/5 | Отсутствует | Отсутствует |
| 7/3 | Отсутствует | Отсутствует |
| 9/1 | Отсутствует | Отсутствует |
| При пластовой температуре | | |
| 1/9 | Отсутствует | Отсутствует |
| 3/7 | Отсутствует | Отсутствует |
| 5/5 | Отсутствует | Отсутствует |
| 7/3 | - | - |
| 9/1 | - | - |

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ДЕЙСТВИЯ ИАСПО

Данное требование устанавливает методику определения эффективности действия ИАСПО, который позволяет определить их технологическую эффективность. Данное требование обеспечивает получение количественной и качественной информации о способности ИАСПО ингибировать АСПО из нефти. Особенно это важно для сравнительной оценки ряда ИАСПО. Оценку ингибирующей АСПО эффективности реагентов проводится по методике «Cold finger test» (метод «холодного стержня», РД 39-3-1273). Метод «холодного стержня» позволяет определить эффективность ИАСПО и оптимизировать концентрацию ингибитора. В этом методе реализуются все этапы процесса АСПО: образование центров кристаллизации, рост и осаждение кристаллов парафина и тяжелых компонентов нефти (смол и асфальтенов) их разрушение (диспергирование) под действием движущегося нефтяного потока. Тестирование проводят на специальных установках, позволяющих проводить испытания одновременно в четырех емкостях с испытуемой средой. При этом во всех емкостях обеспечиваются одинаковые условия проведения испытаний (интенсивность перемешивания, температура испытуемой среды). Установка состоит из термостата, электромеханического привода, и испытательного блока. Термостат предназначен для равномерного нагрева емкостей с испытуемой средой (нефтью). В емкости помещается холодный стержень. Рабочий диапазон температур термостата приблизительно от температуры, которая на 5 °C выше комнатной до 70 °C, точность регулирования температуры ± 1 °C. Термостатная жидкость - дистиллированная вода или тосол. Через холодный стержень прокачивается охлаждающая жидкость. Температуру холодного стержня устанавливают в зависимости от температуры насыщения нефти парафином. Температура холодного стержня должна быть выше температуры застывания нефти. Температура в термостате должна быть выше температуры насыщения нефти парафином. Температура внешней стенки «холодного стержня» устанавливалась таким образом, чтобы она была ниже на 5 – 7 0С температуры насыщения нефти парафином, температура внешнего обогрева на 15 – 20 0С выше температуры насыщения нефти парафином. При данных температурных режимах «холодный стержень» выдерживается в течение 3 - 5 часов. Время выдержки зависит от количества парафинов в нефти. Затем «холодные стержни» вынимаются из испытуемой нефти, а сформировавшиеся АСПО тщательно переносятся в стаканы для взвешивания. Шаблон оформления результатов приведен в Таблице 9.

**Обработка результатов**

Расчеты эффективности реагентов (Z) проводится по формуле:

Z = (mо- mи)/mо ∙100%,

где:

mо, mи – масса отложения АСПО в отсутствие ингибитора и в присутствии ингибитора.

Таблица 9

Оформление результатов определения эффективности ингибиторов АСПО

| РЕАГЕНТ | ЭФФЕКТИВНОСТЬ ИНГИБИРОВАНИЯ (%) ПРИ КОНЦЕНТРАЦИИ ИНГИБИТОРА, Г/Т | | | |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 100 | 200 | 300 | 500 |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Ингибитор 1 |  |  |  |  |
| Ингибитор 2 |  |  |  |  |
| Ингибитор *N* |  |  |  |  |

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕЙТРАЛИЗУЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ (ЕМКОСТИ ПО СЕРОВОДОРОДу) НЕЙТРАЛИЗАТОРА СЕРОВОДОРОДА

Оптимальным решением в применении нейтрализаторов сероводорода является минимальный расход реагента при максимально возможном количестве связанного или преобразованного сероводорода. При этом контролирующим параметром при необходимости может не только содержание сероводорода, но содержание метил- этилмеркаптанов.

**Оборудование. Реагенты. Материалы**

1. Хроматограф серии «Цвет-500» или «Кристалл-2000», или любой хроматограф с пламенно-фотометрическим детектором, порог чувствительности по сере   
   2,6 ∙ 10-12 г/см3.
2. Весы лабораторные аналитические 2-го класса, с наибольшим пределом взвешивания 200 г по ГОСТ Р 53228.
3. Воздух технический по ГОСТ 17433.
4. Водород технический сжатый марки Б1 сорт по ГОСТ 3022.
5. Гелий газообразный очищенный в баллоне.
6. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.
7. Спирт этиловый технический по ГОСТ 17299.
8. Ацетон х.ч. по ГОСТ 2603.
9. Кислота соляная х.ч. по ГОСТ 3118 или синтетическая техническая по ГОСТ 857.
10. Кислота азотная концентрированная по ГОСТ 701.
11. Хлорид калия, стандарт-титр.
12. Сульфид натрия, 9-ти водный кристаллогидрат, ГОСТ 2053.
13. Толуол свободный от кислорода, минимальная чистота 99,9%.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Отбор проб сероводородсодержащей среды**

Отбор проб для анализа производят с соблюдением требований ГОСТ 2517 в пробоотборники предусмотренных ГОСТ Р 50802 (в контейнеры по ГОСТ 24767). Возможен отбор проб в стеклянные флаконы с силиконовой пробкой и винтовой крышкой с отверстием.

Пробы отбираются в подготовленные емкости с рекомендуемым объемом емкости один литр. Количество проб/емкостей определяется количеством реагентов на тестирование и количеством параллельных анализов с учетом холостых (контрольных) экспериментов. Для одного реагента-нейтрализатора сероводорода количество отобранных проб должно быть не меньше двух.

Перед отбором пробы необходимо произвести слив нефти (нефтепродукта) в сосуд в объеме равном трехкратному объему пробоотборной системы до крана слива пробы.

Отбор проб в сосуды открытого типа выполнять по трубке доходящей до дна сосуда, под уровень нефти, заполняющей сосуд.

Емкости с пробами должны иметь чистую поверхность, быть герметично закупорены и снабжены этикетками с указанием номера пробы даты и времени отбора, места отбора, должности и фамилии лиц, отобравших и опечатавших пробу.

**Методика эксперимента по** **оценке эффективности нейтрализатора сероводорода**

Эксперимент по оценке эффективности нейтрализатора сероводорода проводят после предварительного определения содержания сероводорода в обрабатываемой метил - и этилмеркаптанов пробе.

С целью наилучшего перемешивания реагента с нефтью перед отбором проб возможен вариант взвешивания пустой емкости со стеклянными шариками внутри. Производят отбор проб нефти на объекте испытания. Взвешивают емкость с отобранной пробой нефти с шариками. Определяют массу отобранной пробы нефти.

После определения содержания сероводорода, метил - и этилмеркаптанов, в одну из проб вводят исследуемый реагент в количественном соотношении реагент-нейтрализатор/сероводород рекомендованным заводом-изготовителем, другую пробу используют как контрольную (холостой опыт). Емкости, с используемыми в анализе пробами, термостатируют при температуре и времени, соответствующим условиям объекта планируемого применения. Растворы в ёмкостях периодически перемешивают встряхиванием. По истечении заданного промежутка времени пробы, при необходимости, остужают до комнатной температуры, из анализируемых проб с помощью шприца, методом прокола силиконовой крышки, отбирают аликвоту и проводят определение остаточного содержания сероводорода, метил - и этилмеркаптанов. Для сравнения параллельно проводится анализ пробы без добавления нейтрализатора сероводорода. После проведения сравнительного анализа между испытанными реагентами-нейтрализаторами сероводорода отбирают подходящие для проведения ОПИ или рекомендуют лучший реагент к применению по результатам ОПИ.

**Проведение измерений**

Массовую долю сероводорода, метил - и этилмеркаптанов в нефти определяют в изотермическом режиме на хроматографической колонке в условиях указанных в инструкции к аппарату или ГОСТ Р 50802. Сущность метода заключается в разделении компонентов анализируемой пробы с помощью метода газовой хроматографии, регистрации выходящих из хроматографической колонки сероводорода, метил- и этилмеркаптанов пламенно-фотометрическим детектором и расчете результатов определения методом абсолютной градуировки. По согласованию с Заказчиком возможно применение методики проведения экспресс-определения концентрации сероводорода с применением анализатора сероводорода в жидкости (АСЖ-2). Сущность метода заключается в поглощении индикаторной трубкой сероводорода, метил- и этилмеркаптанов с изменением цвета сорбента, и определении концентрации путем перерасчета высоты окрашенного столбика индикатора.

**Обработка результатов испытаний**

Результаты полученные по газохроматографическому методу анализа ГОСТ Р 50802 выражаются по прописи метода или в мг/кг (ppm).

Результаты анализа при применении АСЖ-2 пересчитываются из мг/дм3 в мг/кг (ppm) по формуле:



где:

С H2S – массовая концентрация сероводорода в анализируемой жидкости, мг/кг (ppm);

Сэ – эквивалентная масса сероводорода, соответствующая высоте окрашенного столбика индикатора, мг;

Vпробы –объем пробы жидкости взятой для анализа, см3;

ρ – плотность жидкости при температуре анализа.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ / ДИСПЕРГИРУЕМОСТИ ДЕЭМУЛЬГАТОРА В ВОДЕ

Относительная растворимость деэмульгатора в воде является одной из обязательных характеристик реагента и определяет многие его свойства. Данный показатель позволяет делать предварительный отбор реагента в зависимости от точек его ввода и свойств нефти, а также косвенно судить о степени распределения реагента в водной и нефтяной фазах в процессе разделения эмульсий.

При необходимости определения растворимости деэмульгатора в пластовой воде и сырой нефти тест проводят согласно методике, изложенной в разделе 4 настоящего Приложения.

**Проведение измерений**

Растворимость деэмульгаторов определяют по внешнему виду их 1 %- ных растворов в дистиллированной воде: растворимые в воде, диспергируемые, частично диспергируемые и нерастворимые.

К растворимым относятся те деэмульгаторы, растворы которых в воде абсолютно прозрачны и бесцветны.

Диспергируемые реагенты образуют однородную дисперсию, при этом раствор может быть от слегка беловатого относительно прозрачного, до молочно-белого не прозрачного. Раствор частично диспергируемого деэмульгатора неоднородный беловатый или белый с хлопьями или осадком.

Нерастворимые в воде деэмульгаторы выглядят как двухфазные системы. Вода после контактирования с ними выглядит прозрачной, а деэмульгатор распределяется в ней в виде нитевидных или рыхлых хлопьев или образует отдельную фазу.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДЕЭМУЛЬГИРУЮЩЕЙ АКТИВНОСТИ ПРИ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОМ СБРОСЕ ВОДЫ

Деэмульгирующую активность деэмульгаторов определяют на естественных водонефтяных эмульсиях, отобранных из продуктивного пласта, являющегося типичным для данного нефтяного месторождения и не содержащих деэмульгатора. В случае невозможности отбора промысловой водонефтяной эмульсии (без деэмульгатора или эксплуатация залежей в безводный период на начальной стадии разработки) используют искусственную эмульсию, приготовленную смешиванием нефти и пластовой воды в лабораторных условиях. В этом случае пластовую воду также отбирают со скважины, пробуренной на одноименный или аналогичный пласт, в которой не производилась закачка каких-либо химреагентов. В противном случае используют модельную воду. Деэмульгирующую активность деэмульгаторов для условий предварительного сброса воды проводят в температурно-временных режимах характерных для конкретного ДНС или УПСВ. Содержание остаточной воды в нефти должно соответствовать требованиям технологического регламента для исследуемого объекта, но не превышать 5 - 10 %.

**Оборудование. Реагенты**

1. Аппарат Дина-Старка по ТУ 25-2024.010.
2. Набор ареометров АОН-1 по ГОСТ 18481.
3. Весы аналитические серии ВЛ-210, класс точности по ГОСТ Р 53228, или другие аналогичные.
4. Пропеллерная лопастная мешалка с электроприводом.
5. Центрифуга лабораторная с числом оборотов не менее 3000 об/мин.
6. Термостат жидкостной с микропроцессором регулятором, диапазон измерения температуры от + 10 0С до + 150 0С.
7. Колбонагреватель или электрическая плитка.
8. Термометр лабораторный ТЛ 5 по ТУ 25-2021.007 с ценой деления 0,5 0С.
9. Воронка делительная на 250, 500 и 1000 мл по ГОСТ 25336.
10. Отстойники Лысенко на 100 мл или аналогичные им.
11. Цилиндры мерные стеклянные на 25, 50, 100, 500 и 1000 мл по ГОСТ 1770.
12. Стаканы мерные стеклянные на 100, 250 и 500 мл по ГОСТ 1770.
13. Шприцы марки МШ-10 и МШ-1.
14. Микрошприц-дозатор на 10 мкл.
15. Пробирка центрифужная на 10 мл по ГОСТ 1770.
16. Ксилол нефтяной по ГОСТ 9410.
17. Нефрас С4-150/200 по ТУ 381011026 или уайт-спирит (нефрас-С4-155/200) по   
    ГОСТ 3134.
18. Толуол по ГОСТ 5789.
19. Натрий хлористый по ГОСТ 4233.
20. Кальций хлористый технический по ГОСТ 450, либо реактивный 6-ти водный по   
    ГОСТ 4209.
21. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.
22. Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220.
23. Серная кислота по ГОСТ 4204.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка измерений**

Пробу водонефтяной эмульсии (без деэмульгатора), отбирают со скважины и/или АГЗУ в количестве не менее 5 – 10 литров по ГОСТ 2517. При наличии в пробе свободной воды её отделяют от эмульсии. Перед определением обводнённости эмульсии её хорошо перемешивают и определяют в ней содержание воды методом Дина-Старка (азеотропная отгонка воды с растворителем) или экспресс методом – центрифугированием (при n = 3500 об/мин, в течение 20 минут) предварительно прогретой пробы эмульсии при 80 °C в течение 20-30 минут в присутствии эффективного деэмульгатора. Искусственную эмульсию готовят из безводной нефти и пластовой воды, отобранных с одноименных или аналогичных геологических горизонтов исследуемого объекта (ДНС, УПСВ), не содержащих деэмульгатор. При невозможности отбора пластовой воды используют модельную воду, приготовленную в соответствии с шестикомпонентным составом, путем растворения соответствующих солей в дистиллированной воде. Допустимо использование модельных вод, полученных растворением хлористых солей натрия и кальция в дистиллированной воде (NaCl – 80 % от общего содержания солей, CaCl2 – 20 %). Перемешивание нефти и воды производят в сосуде цилиндрической формы (стакане, склянке Дрекселя и т.д.) с помощью мешалки пропеллерного типа. При этом расчетное количество водной фазы приливают порциями в сосуд, предварительно заполненный необходимым объёмом нефти. Объем порции эмульсии, приготавливаемой за один приём, может составлять до 400 мл. Скорость перемешивания - от 600 до 3000 об/мин (в зависимости от физико-химических свойств нефти и воды), время перемешивания - до 30 минут. Интенсивность перемешивания должна обеспечить получение эмульсии с необходимой степенью дисперсности - от 2 до 40 мкм. Может быть использован другой тип мешалки, обеспечивающей получение эмульсии заданной степени дисперсности (например, поршневая). Перед испытаниями приготовленные искусственные эмульсии для «созревания» дополнительно выдерживают 2 часа при температуре приготовления, в течение которого формируются бронирующие оболочки на глобулах воды, и из эмульсии не должно отделяться более 5 % воды. Искусственные эмульсии готовят 30 % и 70 % обводнённости.

**Проведение измерений**

Тестирование деэмульгаторов проводят методом стандартного статического отстоя - «бутылочная проба». Эмульсию разливают в градуированные отстойники (типа Лысенко) по 100 мл и при температуре входящего на УПСВ потока дозируют рассчитанное количество деэмульгатора вводят в эмульсию в виде товарной формы с помощью микрошприца или микродозатора дозировке в граммах на тонну нефти. После чего эмульсию тщательно перемешивают вручную в течение 1 - 3 минут или с помощью шейкеров и ставят термостатировать при температурах предварительного сброса воды на изучаемом объекте (в зимнее и летнее время). Оптимальное время отстоя, как показывает практика, обычно составляет 1 – 2 часа. Однако, в зависимости от конкретных условий предварительной подготовки нефти и требований к степени обезвоживания нефти, оно может составлять от 10 минут до 5 часов и более (резервуарная подготовка).

Объём выделяющейся воды фиксируют через определённые промежутки времени после достижения заданной температуры отстоя в отстойниках. Перед замером допускается слабое перемешивание проб стеклянной палочкой, опущенной немного ниже границы раздела фаз, а также использование кольца из тонкой проволоки для сбивания капель воды со стенок отстойника. Для оценки активности тестируемых деэмульгаторов в эксперимент включают «холостой» опыт, в котором эмульсию обрабатывают в тех же условиях без добавления деэмульгатора. Кроме того, необходимо включить тесты с базовым реагентом, применяемым на данном месторождении (объекте). Значения остаточной обводнённости определяют как экспериментально (методом центрифугирования пробы, отобранной с середины нефтяной фазы), так и расчетным путем.

При тестировании одновременно большого числа деэмульгаторов удобно пользоваться расчетным методом, исходя из видимой границы раздела фаз в отстойнике. Однако такой подход приводит к несколько завышенным значениям остаточной обводнённости вследствие того, что остаточное водосодержание рассчитывается на весь объем нефти без учета некоторых потерь воды. На практике используются аппараты непрерывного действия с отбором нефти с верхнего уровня. Поэтому для оценки обводнённости верхней половины нефтяной фазы применяют экспериментальные методы – центрифугирование, азеотропная отгонка воды (метод Дина-Старка) и использование влагомеров по диэлькометрии. Для центрифугирования отобранную пробу нефти разбавляют толуолом (Нефрасом) в соотношении 1 : 1 прогревают в течение 15 – 20 минут при температуре 80 0С и центрифугируют при скорости вращения ротора не менее 3000 об/мин в течение 20 минут. После чего фиксируют содержание воды в нефти. Для каждого конкретного месторождения возможен подбор условий - температуры, скорости, продолжительности прогрева и центрифугирования. При работе с легкими нефтями можно рекомендовать остаточное содержание воды *Wост.воды* определять лишь методом центрифугирования.

В результате проведенного тестирования выбирают тот деэмульгатор, который за короткое время позволяет сбросить наибольшее количество воды из эмульсии и обеспечивает содержание остаточной воды в нефти для условий предварительного сброса воды, предъявляемые на исследуемом объекте (УПСВ или ДНС), но не более 5 – 10 %. При необходимости подбор деэмульгатора для предварительного сброса проводят в условиях максимально приближенных к реальным, то есть с учетом гидродинамического режима, который приведен ниже (раздел 16 настоящего Приложения).

**Расчет результатов измерений**

Количество отделившейся воды из водонефтяной эмульсии за определенный промежуток времени рассчитывают по формуле:

*Wкол. воды = *

где:

*Vi* – количество воды отделившейся из эмульсии за определенный промежуток времени, мл;

*Vисх. вода* – количество воды, содержащиеся в исходной водонефтяной эмульсии, мл.

Содержание остаточной воды в эмульсии определяют из формулы:

Wост. воды = 

где:

*Wост воды –* остаточное содержание воды в нефтяной фазе, %;

*Wисх* – начальная обводнённость пробы эмульсии, %;

*Vпр –* объем пробы, взятой на деэмульсацию, мл;

*Vi* – объем воды, отделившейся из эмульсии за определенныё промежуток времени, мл.

Полученные результаты экспериментов заносят в таблицы и оформляют в виде графиков. Результаты экспериментов по деэмульсации заносятся в форму, приведенную в Таблице 10.

Таблица 10

**Оформление результатов тестов по деэмульсации водонефтяной эмульсии**

| **ВРЕМЯ ОТСТОЯ, МИН** | **ХОЛОСТАЯ ПРОБА** | | | **БАЗОВЫЙ ДЕЭМУЛЬГАТОР** | | | **ДЕЭМУЛЬГАТОР ДI** | | |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **ОБЪЕМ ОТД. ВОДЫ, МЛ** | **ОБЪЁМ ОТД. ВОДЫ, % (ОБ.)** | **ОСТ. ОБВОД., % (ОБ.)** | **ОБЪЕМ ОТД. ВОДЫ, МЛ** | **ОБЪЁМ ОТД. ВОДЫ, % (ОБ.)** | **ОСТ. ОБВОД., % (ОБ.)** | **ОБЪЕМ ОТД. ВОДЫ, МЛ** | **ОБЪЁМ ОТД. ВОДЫ, % (ОБ.)** | **ОСТ. ОБВОД., % (ОБ.)** |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** |
| 5 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 15 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 30 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 45 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| 60 |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДЕЭМУЛЬГИРУЮЩЕЙ АКТИВНОСТИ ПРИ ГЛУБОКОМ ОБЕЗВОЖИВАНИИ НЕФТИ

Достижение глубокого обезвоживания нефти, до остаточного содержания воды не более 0,5 %, на установках подготовки товарной нефти осуществляется только в условиях повышенной температуры и при использовании деэмульгатора. Деэмульгирующую активность ДЭ для условий подготовки товарной нефти определяют на естественных водонефтяных эмульсиях, отобранных с общего потока, поступающего на объект подготовки. В случае невозможности отбора промысловой водонефтяной эмульсии (без деэмульгатора или эксплуатация залежей в безводный период на начальной стадии разработки) используют искусственную эмульсию. Качество нефти после установок глубокого обезвоживания и сбрасываемой воды для целей ППД должно соответствовать ГОСТ Р 51858 и ОСТ 39-225.

**Оборудование. Реагенты**

Аппаратура и реактивы аналогичные разделу 15 настоящего Приложения.

**Подготовка измерений**

Подготовка эмульсий для тестирования деэмульгаторов проводится в соответствии с методами, изложенными в разделе 15 настоящего Приложения.

Проведение измерений. Выбор эффективного деэмульгатора для глубокого обезвоживания нефти до товарной кондиции (не более 0,5 % воды), должен осуществляться не только на основании двух важных характеристик - скорости отделения воды и глубины обезвоживания, но и обеспечивать качество нефти по содержанию хлористых солей. Методика определения хлористых солей в нефти изложена в разделе 17 настоящего Приложения. Кроме того, качество сбрасываемой воды, используемой в системе ППД, должно удовлетворять нормативным требованиям ОСТ 39-225, ОСТ 39-231 и Методическим указаниям Компании №П4-04 М-0075 «Порядок выполнения компонентного анализа пластовых вод». Предварительный отбор деэмульгаторов для глубокого обезвоживания также проводят методом стандартного статического отстоя «бутылочная проба», изложенным в разделе 15 настоящего Приложения. Однако лабораторные испытания деэмульгаторов в статическом режиме позволяют отобрать наиболее эффективные, но не всегда приводят к получению удовлетворительного качества разделения эмульсии и лишь за счет деэмульгатора не всегда возможно глубокое обезвоживание нефти (до 0,1 %). Это достигается при дополнительном гидродинамическом воздействии, так как эффективность разрушения эмульсии зависит от предварительной турбулизации потока, куда подается реагент, с целью механического разрушения оболочки на каплях воды. Окончательный выбор эффективного деэмульгатора осуществляется на основании результатов тестирования в условиях наиболее приближенных к реальным, то есть с учетом гидродинамического воздействия. Данный тест позволяет более корректно оценить деэмульгирующую активность реагента. Моделирование деэмульсации в реальном режиме проводятся в деэмульсере с терморубашкой (специальный лабораторный сосуд-диспергатор с мешалкой и обогревом) или двухгорлой колбе и т.д., помещенной в термостат и снабженной механической мешалкой. Проба эмульсии тщательно перемешивается и помещается в количестве 100-300 мл в деэмульсер. При перемешивании дозируется деэмульгатор и эмульсия перемешивается со скоростью от 400 до 1000 об/мин в течение 10 минут при заданной температуре. Обработанная деэмульгатором эмульсия переливается в отстойник или делительную воронку и ставится на отстой при заданной температуре (в водяной термостат или сушильный шкаф) в течение заданного времени.

**Расчет результатов измерений**

Расчет и представление результатов по деэмульгирующей эффективности деэмульгаторов в условиях глубокого обезвоживания нефти проводится согласно разделу 15 настоящего Приложения. Эффективным деэмульгатором считается тот, который обеспечивает глубокое обезвоживание нефти (до 0,5 % остаточной воды) в температурно-временных условиях объекта подготовки нефти.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИСТЫХ СОЛЕЙ В НЕФТИ

Сущность метода заключается в извлечении хлористых солей из нефти водой и титровании водного экстракта (аналогично ГОСТ 21534 метод А).

**Оборудование. Реагенты**

1. Воронка делительная стеклянная вместимостью 500 см3 с винтовой или лопастной металлической мешалкой или воронка с мешалкой другой конструкции.
2. Электродвигатель, обеспечивающий частоту вращения мешалки не менее 10 с-1.
3. Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и погрешностью ± 0,0002.
4. Водяная баня или термостат.
5. Цилиндры мерные на 1-10, 1-25, 1-50, 1-100, 1-250 по ГОСТ 1770.
6. Колбы на 100, 250, 500 и 1000 по ГОСТ 1770.
7. Пипетки мерные по ГОСТ 29169.
8. Бюретки на 10 или 25 мл по ГОСТ 29251.
9. Колбы конические на 250, 500по ГОСТ 25336.
10. Ртуть (II) азотнокислую 1-водную по ГОСТ 4520, х. ч. или ч. д. а., раствор с (Hg(NO3)∙2H2O) = 0,005 моль/дм3.
11. Серебро азотнокислое по ГОСТ 1277, х. ч. или ч. д. а., раствор с (AgNO3)=0,01 моль/дм3.
12. Индикатор 1,5-дифенилкарбазид 1 %-ный спиртовой раствор.
13. Кислота азотная по ГОСТ 4461, х. ч. или ч. д. а., плотностью не менее 1,40 г/см3 и раствор c (HNO3) = 0,2 моль/дм3.
14. Кислота серная по ГОСТ 4204, х. ч. или ч. д. а., плотностью 1,83 - 1,84 г/см3 и раствор c (H2SO4) = 6 моль/дм3.
15. Кислота соляная концентрированная по ГОСТ 14261, ос. ч. или по ГОСТ 3118, х. ч. или ч. д. а., плотностью 1,15 - 1,19 г/см3.
16. Натрий хлористый по ГОСТ 4233, х. ч. или ч. д. а., раствор с (NaCl) = 0,01 моль/дм3. Для приготовления раствора необходимой концентрации возможно использовать стандарт-титр хлорида натрия.
17. Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, х. ч. или ч. д. а., 5 %-ный раствор.
18. Спирт этиловый ректификационный технический по ГОСТ Р 55878, высший сорт.
19. Толуол по ГОСТ 5789 или по ГОСТ 14710.
20. Ксилол нефтяной по ГОСТ 9410.
21. Ацетон по ГОСТ 2603, ч. д. а.
22. Свинец уксуснокислый по ГОСТ 1027, х. ч. или ч. д. а., 1 %-ный раствор.
23. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144 с рН 5,4 - 6,6.
24. Бумага фильтровальная, пропитанная раствором уксуснокислого свинца, приготовленная по ГОСТ 4517 или такая же товарная фильтровальная бумага.
25. Бумага фильтровальная по ГОСТ 12026, проверенная на отсутствие ионов хлора по ГОСТ 12524 или фильтры обеззоленные «красная лента».
26. Бумага лакмусовая или бумага универсальная индикаторная.
27. Водорода пероксид по ГОСТ 10929, х.ч. или ч.д.а. или водный раствор перекиси водорода медицинской или технической марки А по ГОСТ 177, с массовой долей основного вещества 30% - 40% или перекись водорода марок, соответствующих квалификации ос.ч.
28. Деэмульгаторы, способные разрушить эмульсию нефти с водой, 2%-ные растворы в воде или в толуоле.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Приготовление 0,01 моль/дм3 (0,01 н) раствор хлористого натрия**

Приготовление 0,01 моль/дм3 раствора хлористого натрия. Взвешивают 0,57 - 0,59 г хлористого натрия, предварительно прокаленного при 600 0С в течение 1 часа и охлажденного в эксикаторе, с погрешностью не более 0,0002 г. Затем растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см3 и доводят раствор дистиллированной водой до метки. 0,01 моль/л раствор хлористого натрия возможно приготовить из раствора стандарт-титра концентрации 0,1 моль/л, для чего 100 см3 приготовленного 0,1 моль/л раствора хлористого натрия количественно помещают пипеткой в мерную колбу вместимостью 1000 см3 и доводят дистиллированной водой до метки.

**Приготовление 1 %-ного спиртового раствора дифенилкарбазида**

Дифенилкарбазид в количестве (1,00 ± 0,01) г растворяют в 100 см3 этилового ректификационного спирта при нагревании на водяной бане до полного растворения. Раствор дифенилкарбазида готовят не менее чем за сутки до употребления и хранят не более двух месяцев.

**Приготовление и установка титра 0,005 моль/дм3 (0,01 н.) раствора азотнокислой ртути**

(1,67±0,01) г тонко растертой азотнокислой ртути диспергируют в небольшом количестве (около 5 см3) дистиллированной воды, добавляют постепенно концентрированную азотную кислоту до тех пор, пока не исчезнет муть, после чего объем раствора доводят в мерной колбе вместимостью 1000 см3 дистиллированной водой до метки. В коническую колбу вместимостью 250 см3 наливают пипеткой 10 см3 раствора хлористого натрия, 150 см3 дистиллированной воды, добавляют 2 см3 0,2 моль/дм3 раствора азотной кислоты, 10 капель раствора дифенилкарбазида и титруют приготовленным раствором азотнокислой ртути до появления слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 минуты. Раствор годен к употреблению через 2 суток. Приготовленный раствор азотнокислой ртути хранят в склянке из темного стекла. Для установки титра определяют объемы раствора азотнокислой ртути, израсходованные на титрование раствора с хлористым натрием и контрольного (холостого) раствора без добавления хлористого натрия. Титр раствора азотнокислой ртути *(Т)* в миллиграммах хлористого натрия на 1 см3 раствора вычисляют по формуле:

*T = *

где:

*m* – масса хлористого натрия в объеме раствора, взятая для титрования, мг;

*V* – объем 0,005 моль/дм3 раствора азотнокислой ртути или объем 0,01 моль/дм3 азотнокислого серебра, израсходованного при потенциометрическом титровании, см3;

*V1* – объем 0,005 моль/дм3 раствора азотнокислой ртути или объем 0,01 моль/дм3 азотнокислого серебра, израсходованного при потенциометрическом титровании контрольного опыта, см3.

Титр раствора азотнокислой ртути берут как среднее арифметическое трех определений, расхождения между которыми не должны превышать 0,008 мг/см3. Проверку титра производят не реже одного раза в две недели.

**Приготовление 2%-ного раствора деэмульгатора** **в воде или в толуоле**

(2,00±0,01) г деэмульгатора растворяют в 100 см дистиллированной воды (для водорастворимых деэмульгаторов), при необходимости нагревают раствор на водяной бане или растворяют в 100 см толуола (для маслорастворимых деэмульгаторов). Раствор деэмульгатора готовят за сутки до использования и хранят не более 3 месяцев.

**Проведение измерений**

Пробу анализируемой нефти, отобранную по ГОСТ 2517, хорошо перемешивают в течение 10 мин встряхиванием (механически или вручную) в склянке, заполненной не более чем на 2/3 ее вместимости. Сразу после встряхивания цилиндром или пипеткой достаточной вместимости отбирают образец для анализа в количестве, указанном в Таблице 11.

Таблица 11

**Объем нефти, необходимый для анализа в зависимости   
от содержания хлористых солей**

| **МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ХЛОРИСТЫХ СОЛЕЙ, МГ/ДМ3** | **ОБЪЕМ НЕФТИ, СМ3** | **МАССА НЕФТИ, Г** |
| --- | --- | --- |
| **1** | **2** | **3** |
| До 50 | 100 | 100,0 ± 0,1 |
| От 50 до 100 | 50 | 50,00 + 0,05 |
| От 100 до 200 | 25 | 25,00 + 0,02 |
| Свыше 200 | 10 | 10,00 ± 0,01 |

При анализе эмульгированной или высокосмолистой вязкой нефти пробу отбирают по массе. Для пересчета массы пробы в объем определяют ее плотность в г/см3 по ГОСТ 3900. Пробу анализируемой нефти количественно переносят в делительную воронку с предварительно заполненным дистиллированной водой коленом. Остаток нефти с внутренних стенок пипетки или цилиндра смывают растворителем (толуолом, ксилолом или нефрасом) в объеме, указанном в Таблице 12. Если после промывки толуолом на пипетке или цилиндре заметны капли эмульсии, кристаллики солей, непрозрачные участки, их дополнительно промывают небольшим количеством горячей дистиллированной воды. При этом объем воды, взятый на промывку, должен быть учтен (суммарный объем дистиллированной воды для приготовления одной водной вытяжки должен составлять 150 см3).

Таблица 12

Объем растворителя для проведения анализа

| ОБЪЕМ НЕФТИ, СМ3 | ОБЪЕМ РАСТВОРИТЕЛЯ, СМ3 |
| --- | --- |
| 1 | 2 |
| От 10 до 25 | 20 |
| От 25 до 50 | 40 |
| От 50 до 100 | От 80 до 100 |

Содержимое воронки перемешивают 1 - 2 минуты мешалкой. К пробе анализируемой нефти приливают 100 см3 горячей дистиллированной воды и экстрагируют хлористые соли, перемешивая содержимое воронки в течение 10 минут. Если при экстрагировании хлористых солей образуется эмульсия нефти с водой, то перед экстракцией к образцу анализируемой нефти добавляют 5-7 капель 2%-ного раствора деэмульгатора и содержимое воронки перемешивают, покачивая воронку или включив мешалку на низких оборотах на непродолжительное время. После экстракции фильтруют водный слой через стеклянную конусообразную воронку с бумажным фильтром в коническую колбу вместимостью 250 см3.

Содержимое делительной воронки промывают 35 - 40 см3 горячей дистиллированной воды, которую сливают через стеклянную конусообразную воронку с бумажным фильтром в ту же коническую колбу. Фильтр промывают 10 - 15 см3 горячей дистиллированной воды. Всего на промывку расходуют 50 см3 воды. Кроме того, проводят при индикаторном титровании испытание на присутствие сероводорода. В пары водной вытяжки вносят фильтровальную бумажку, смоченную раствором уксуснокислого свинца, которая темнеет при наличии сероводорода. При наличии сероводорода водную вытяжку кипятят 5 - 10 минут, пока влажная свинцовая бумажка, помещенная в пар, не будет оставаться бесцветной. Если простое кипячение не обеспечивает удаления сероводорода, то к водной вытяжке хлористых солей добавляют 1 см3 6 моль/дм3 серной кислоты и кипятят 5 - 10 минут (до тех пор, пока влажная свинцовая бумажка, помещенная в пары, не будет изменять свою окраску - темнеть). Для удаления сероводорода и других растворенных в водной вытяжке сернистых соединений взамен серной кислоты возможно использовать концентрированную перекись водорода. Для этого до кипячения к вытяжке приливают 1 см3 концентрированной перекиси водорода и кипятят в течение 2 мин. Если указанного объема перекиси водорода для полного окисления сернистых соединений недостаточно, что проявляется в помутнении и появлении посторонней окраски раствора, мешающих проведению титрования, повторяют анализ с другой порцией нефти, добавив к водной вытяжке перед кипячением 2 см3 концентрированной перекиси водорода. Водную вытяжку охлаждают до комнатной температуры и проводят подготовку к индикаторному титрованию по требованиям Таблицы 13. Затем в колбу с подготовленной к титрованию водной вытяжкой приливают 2 см3 0,2 моль/дм3 раствора азотной кислоты и 10 капель дифенилкарбазида и титруют 0,005 моль/дм3 раствором азотнокислой ртути до появления слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Окраску анализируемого раствора сравнивают с дистиллированной водой.

Таблица 13

**Объем водной вытяжки для анализа в зависимости от содержания хлористых солей**

| **МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ ХЛОРИСТЫХ СОЛЕЙ, МГ/ДМ3** | **ПОДГОТОВКА ВОДНОЙ ВЫТЯЖКИ К ТИТРОВАНИЮ** |
| --- | --- |
| **1** | **2** |
| До 500 | На титрование берут всю вытяжку |
| От 500 до 2000 | Водную вытяжку переносят количественно в мерную колбу вместимостью 500 см3 и дистиллированной водой объем раствора доводят до метки, после этого перемешивают содержимое колбы, затем из мерной колбы отбирают пипеткой 100 см3 раствора в коническую колбу вместимостью 250 см3 |
| От 2000 до 5000 | Водную вытяжку переносят в мерную колбу вместимостью 500 см3 и дистиллированной водой доводят объем раствора до метки. После этого перемешивают содержимое. Из мерной колбы отбирают пипеткой 50 см3 раствора в коническую колбу и добавляют 50 см3 дистиллированной воды |
| Свыше 5000 | Водную вытяжку переносят количественно в мерную колбу вместимостью 1000 см3 и доводят объем раствора до метки как указано выше. Из мерной колбы отбирают пипеткой 10 см3 раствора в коническую колбу и добавляют 90 см3 дистиллированной воды |

При проведении контрольного опыта в коническую колбу наливают 150 см3 дистиллированной воды, 2 см3 0,2 моль/дм3 раствора азотной кислоты, 10 капель раствора дифенилкарбазида и титруют 0,005 моль/дм3 раствором азотнокислой ртути до появления слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 минуты. В случае использования перекиси водорода при подготовке водной вытяжки при проведении контрольного опыта, кроме указанных растворов, в коническую колбу помещают 1 см3 перекиси водорода.

**Расчет результатов измерений**

Массовую концентрацию хлористых солей (*X1*) в миллиграммах хлористого натрия на 1 дм3 нефти, вычисляют по формуле:

X1 = 

где:

*V1* – объем 0,005 моль/дм3 раствора азотнокислой ртути или 0,01 моль/дм3 азотнокислого серебра при потенциометрическом титровании, израсходованный на титрование водной вытяжки, см3;

*V2* – объем 0,005 моль/дм3 раствора азотнокислой ртути или 0,01 моль/дм3 азотнокислого серебра при потенциометрическом титровании, израсходованный на титрование раствора в контрольном опыте (без пробы нефти), см3;

*V3*– объем нефти, взятой для анализа, см3;

*Т* – титр 0,005 моль/дм3 раствора азотнокислой ртути или 0,01 моль/дм3 азотнокислого серебра при потенциометрическом титровании, в миллиграммах хлористого натрия на 1 см3 раствора;

1000 – коэффициент для пересчета массовой концентрации хлористых солей в 1 дм3 нефти;

*А* – коэффициент, выражающий отношение объема, до которого была разбавлена водная вытяжка анализируемой нефти, к объему раствора, взятому из мерной колбы для титрования (при титровании всей водной вытяжки коэффициента A = 1).

Массовую долю хлористых солей в нефти в процентах хлористого натрия (*Х2*) вычисляют по формуле:

X2 = 

*Х1* – массовая концентрация хлористых солей в нефти в миллиграммах хлористого натрия на 1 дм3 нефти;

*В* и *Ср* – коэффициенты пересчета кубических дециметров в кубические сантиметры (1000) и граммов и миллиграммы (1000);

*ρ* – плотность анализируемой нефти, г/см3.

Полученные результаты вычислений титрования каждой водной вытяжки суммируют. За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений.

Два результата определений, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95 %-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значений, перечисленных в Таблице 14.

Таблица 14

**Допустимая погрешность анализов**

| **МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ  ХЛОРИСТЫХ СОЛЕЙ, МГ/ДМ3** | **ПОВТОРЯЕМОСТЬ, МГ/ДМ3** |
| --- | --- |
| **1** | **2** |
| До 10 | 1,5 |
| От 10 до 50 | 3,0 |
| От 50 до 200 | 6,0 |
| От 200 до 1000 | 25,0 |
| Свыше 1000 | 4 % от среднего значения |

1. КАЧЕСТВО СБРАСЫВАЕМОЙ ВОДЫ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ НЕФТЕПРОДУКТОВ В ВОДЕ

При установлении необходимой степени подготовки вод, использующихся для системы ППД, основное значение имеют геолого-физические свойства нефтяного пласта (пористость, проницаемость), состав пород, диапазон изменения основных свойств коллекторов, слагающих пласт, качественный состав и количество в горной породе глин, физико-химические свойства пластовой и нагнетаемой воды.

При использовании для заводнения продуктивных пластов подтоварных вод ощутимое снижение приемистости скважины (вплоть до полного прекращения закачки) вызывает присутствие остаточного количества нефтепродуктов. Это чаще всего нефть со значительным содержанием АСПО, диспергированных в водной фазе. Остаточная нефть, проникая в более крупные капиллярные каналы ПЗП*.* постепенно коалесцируя и накапливаясь, может существенно снизить приемистость скважины.

Качество сбрасываемой воды зачастую зависит от природы применяемого деэмульгатора, поэтому эффективность деэмульгатора определяется также качеством сбрасываемой воды и, в первую очередь, содержанием остаточных нефтепродуктов и твердых взвешенных частиц после проведения деэмульсации.

**Оборудование. Реагенты**

1. Фотометры различных марок (фотоэлектроколориметры, спектрофотометры, анализатор нефтепродуктов в воде) или аналогичное оборудование.
2. Весы аналитические серии ВЛ-210, класс точности по ГОСТ Р 53228 или другие аналогичные.
3. Вакуумный насос любой марки.
4. Шкаф сушильный с регулятором температуры.
5. Колбы мерные на 50, 100 мл по ГОСТ 1770.
6. Пипетки по ГОСТ 29227 вместимостью 1, 2, 5 см3 1-го класса точности, исполнения 4 (прямые с делением на полный слив).
7. Цилиндры мерные стеклянные на 100 мл по ГОСТ 1770.
8. Воронки делительные вместимостью 500, 1000 мл ГОСТ 25336.
9. Воронка Бюхнера вместимостью 500, 1000 мл по ГОСТ 9147.
10. Колба Бунзена вместимостью 500 мл по ТУ 92-891.029.
11. Промывалка.
12. Трубка резиновая диаметром 8 мм.
13. Хлороформ ГОСТ 20015.
14. Ацетон по ТУ 6-09-3513.
15. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.
16. Фильтры бумажные «синяя лента» по ТУ 6-09-1678 или фильтровальная бумага по ГОСТ 12026.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка измерений**

После проведения процесса деэмульсации и выбора эффективного деэмульгатора с помощью делительной воронки отделяют дренажную воду от нефти, в которой и определяют остаточное содержание нефтепродуктов и механических примесей, предварительно точно измерив её объём. Качество воды должно удовлетворять нормативам ОСТ 39-225 для конкретных месторождений.

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 ± 1 %.

**Построение калибровочного графика**

Для приготовления рабочего раствора (используют безводную нефть данного месторождения) взять навеску 1000 мг нефти на аналитических весах, растворить в мерной колбе вместимостью 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.

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.

На фотоэлектроколориметре определить оптическую плотность каждого стандартного раствора для основных рабочих кювет, согласно заводской инструкции пользования прибором.Для каждой рабочей кюветы построить калибровочный график - зависимость оптической плотности раствора нефти в хлороформе от концентрации нефти в 1 мл хлороформа.

**Проведение измерений**

В пробу дренажной воды вводят 10 мл хлороформа, тщательно перемешивают путем опрокидывания делительной воронки с закрытой пробкой. После отстаивания в течение 2-3 минут экстракт нефти в хлороформе сливают 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 - 1 см. Экстрагирование нефти из воды проводить до получения бесцветного экстракта.Число последовательных экстракций не должно быть менее трех.

Объем экстракта измеряется в мерном цилиндре. Можно перенести весь объем в мерную колбу с доведением чистым хлороформом до метки (но это увеличит расход хлороформа).Экстракт переносят в кювету фотометра и определяют оптическую плотность.Содержание нефти в 1 мл экстракта (*C*1) определить по калибровочному графику.

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:

*V1 = ,*

где:

*V1* – объем разбавленного экстракта, мл;

*V* – объем экстракта (в данном случае требующего разбавления), мл сильно окрашенного;

*V2* – объем после разбавления V3 сильно окрашенного экстракта, мл;

*V3* – объем сильно окрашенного экстракта, взятый на разбавление, мл.

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

**Расчет результатов измерений**

Содержание нефти в воде вычисляют по формуле:

*C = , мг/дм3*

где:

*С1* – содержание нефти в 1 мл экстракта (по калибровочному графику на основании оптической плотности экстракта), мг;

*V* – объем экстракта, полученного при экстракции пробы дренажной воды, взятой на анализ, мл;

*W* – объем пробы дренажной воды, взятой на анализ, мл.

При определении содержания нефти необходимо проведение не менее двух определений.

В случае разбавления сильно окрашенного экстракта содержание нефти в воде вычисляют по формуле:

 = , мг/дм3

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЧЕСТВА СБРАСЫВАЕМОЙ ВОДЫ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МЕХАНИЧЕСКИХ ПРИМЕСЕЙ

Наличие механических примесей является одним из основных факторов, вызывающих снижение проницаемости призабойной зоны пласта при использовании как пластовых, так и пресных вод. Механические примеси могут присутствовать в воде как «изначально» (песок, глинистые и илистые частицы, частицы слагающих породу минералов, частицы гидроокиси железа, агрегаты асфальтенов, кристаллики парафинов, частички малорастворимых солей и пр.), так и образовываться в результате различных химических реакций, протекающих при контакте закачиваемых вод с пластовой водой, нефтью и породой, химреагентами.

**Оборудование. Реагенты**

Аналогично разделу 18настоящего Приложения.

**Подготовка измерений**

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

**Проведение измерений**

Предварительно 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 течение 30 минут, и взвешивают с точностью до 0,0002 г. Взвешивание и высушивание повторяют до получения расхождения между двумя последовательными взвешиваниями не более 0,0004 г. Повторные высушивания фильтра производят в течение 30 минут. Пробу дренажной воды переливают в делительную воронку и добавляют 10 мл хлороформа. Содержимое делительной воронки тщательно перемешивают для экстракции из воды нефтепродуктов до получения бесцветного экстракта. После экстракции дренажную воду фильтруют через бумажный фильтр на воронки Бюхнера, промывают дистиллированной водой. Фильтр с осадком, не вынимая из воронки Бюхнера, помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре 60 °C 30 минут. После чего фильтр с осадком сушат на воздухе до воздушно-сухого состояния и переносят в бюкс, в котором проводили взвешивание пустого бумажного фильтра.После чего фильтр с осадком в бюксе сушат в сушильном шкафу при температуре 105±2 °C до постоянной массы и взвешивают на аналитических весах. Доведение до постоянной массы проводят аналогично с подготовкой фильтра до эксперимента.

**Расчет результатов измерений**

Содержание механических примесей в дренажной воде после процесса деэмульсации (*Х*) в миллиграммах на литр вычисляют по формуле:

Х = ·1000, мг/дм3

*m1* – масса бюкса с фильтром и осадком, мг;

*m2* – масса бюкса с фильтром без осадка, мг;

*V* – объем пробы воды, взятый на анализ, мл.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БАКТЕРИЦИДНОЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ ХИМИЧЕСКИХ РЕАГЕНТОВ

ТБ, окисляя соединения серы (элементарную серу, сульфиды, сульфиты, тиосульфат) до серной кислоты, способствуют возникновению кислых агрессивных сред. Эти бактерии могут развиваться как в пресных, так и в минерализованных средах.

Если характер зараженности месторождения определяется СВБ, то необходимо подавлять жизнедеятельность и УОБ, так как последние способствуют развитию СВБ. Если характер зараженности месторождения определяется только ТБ, то следует подавлять только их.

В нефтепромысловых условиях большая часть клеток СВБ присутствует в адгезированной форме на поверхности технологического оборудования. Прикрепленные на поверхности металла СВБ создают местную высокую концентрацию сероводорода, что приводит к интенсификации коррозионных процессов. Как правило, адгезированные клетки более устойчивы к действию ХР, чем планктонные.

Для оценки реальной эффективности ХР необходимы исследования, как на планктонных, так и на адгезированных клетках СВБ.

**Оценка бактерицидного действия химических реагентов относительно планктонных клеток бактерий**

Предлагаемая методика позволяет определить эффективность бактерицидного действия ХР относительно планктонных клеток СВБ, ТБ и УОБ.

Для проведения испытаний необходимо следующее оборудование и материалы:

* камера с ламинарным течением воздуха типа ВЛ-12 или аналог;
* стерилизатор паровой (автоклав) типа ВК-30-2 или аналог;
* термостат суховоздушный типа ТС-1/80 СПУ или аналог;
* стерилизатор суховоздушный или шкаф сушильный типа ПЭ-461, или аналог;
* весы лабораторные по ГОСТ Р 53228;
* шприцы инъекционные однократного применения, 1, 2 мл, ГОСТ Р ИСО 7886-1;
* пипетки Мора объёмом 1, 2, 10 см3, ГОСТ 29169;
* пипетки градуированные объёмом 0,1, 0,2, 1, 5 см3 ГОСТ 29228;
* колбы плоскодонные, ГОСТ 25336\*;
* колбы конические емкостью 1 л, 0,25 л, 0,1 л ГОСТ 25336;
* флаконы пенициллиновые (ТУ 9461-010-00480514) с плоскими резиновыми пробками;
* пробирки химические объёмом 20-25 мл, ГОСТ 25336\*;
* пробки резиновые;
* спиртовки, ГОСТ 25336\*;
* вата гигроскопическая медицинская, ГОСТ 5556;
* вата негигроскопическая;
* спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ Р 55878;
* рН-метр;
* вода дистиллированная, ГОСТ Р 58144\*;
* полиэтиленовая пленка;
* фильтры бумажные обеззоленные разной плотности;
* стекла предметные для микропрепаратов, ГОСТ 9284;
* стекла покровные для микропрепаратов, ГОСТ 6672;
* микроскоп типа Микмед-1, или аналог.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Состав и приготовление питательных сред**

Все работы со средами проводят с соблюдением правил стерильности над пламенем спиртовки в камере с ламинарным течением воздуха. Культивирование СВБ проводят в среде Постгейта В, имеющей следующий состав:

**Основная среда:**

* калий фосфорнокислый однозамещенный (КН2РО4) – 0,5 г, ГОСТ 4198;
* аммоний хлористый (NH4Cl) – 1,0 г, ГОСТ 3773;
* кальций сернокислый (CaSO4) – 1,0 г, ТУ 6-09-706-76;
* магний сернокислый 7-водный (MgSO4·7H2O) – 2,0 г, ГОСТ 4523;
* натрий молочнокислый (C2H5O3Na) – 3,5 г, ТУ 9199-008-00340635;
* натрий хлористый (NaCl) – 5,0 г, ГОСТ 4233\*;

**Добавки:**

* дрожжевой экстракт (ТУ 6-09-4510-77) 5 % водный экстракт – 1,0 г. Навеску дрожжевого экстракта, растворенную в дистиллированной воде, тщательно перемешивают. Полученный раствор кипятят 20 минут и фильтруют через бумажный фильтр. Данную операцию повторяют дважды;
* железо сернокислое закисное 7-водное (FeSO4·7H2O, ГОСТ 4148) – 0,5 г. Готовят в виде 5 % раствора в 2 % растворе соляной кислоты;
* натрий углекислый кислый (NaHCO3, ГОСТ 4201) – 5 % водный раствор, который используют для установления рН среды в интервале от 7,0 до 7,2.
* натрий сернистый девятиводный (Na2S·9H2O, ГОСТ 2053) – 0,2 г. Готовят 5% раствор в 5% растворе натрия углекислого кислого.

*Примечание: раствор хранится при температуре 1-5 0С, после стерилизации используется не более 7 календарных дней.*

Все реактивы основной среды растворяют в 1 л дистиллированной воды. Добавки готовят каждую в отдельности. После стерилизации из основного раствора питательной среды удаляют кислород путём кипячения с последующим быстрым охлаждением, например, под струей водопроводной воды. В подготовленный основной раствор вносят добавки в последовательности: дрожжевой экстракт, железо сернокислое. Затем с помощью 5% раствора натрия углекислого кислого доводят рН среды до значения 7,0÷7,2. После чего приливают раствор сульфида натрия по каплям пипеткой до появления темно-серой окраски среды. Заполнение средой осуществляется так, чтобы во флаконах не оставался воздух. После чего пробку оборачивают стерильной полиэтиленовой пленкой и закрепляют резиновым жгутом.

Для культивирования УОБ, используют питательную среду следующего состава (среда Раймонда):

* натрий углекислый Na2CO3 – 0,1 г, ГОСТ 4201;
* кальций хлористый СаCl2 – 0,01 г, ГОСТ 450;
* марганец сернокислый MnSO4·5H2O – 0,02 г, ГОСТ 435;
* железо сернокислое закисное FeSO4·7H2O – 0,01 г, ГОСТ 4148;
* натрий фосфорнокислый двузамещенный NaHPO4 – 3,0 г, ГОСТ 4172;
* калий фосфорнокислый однозамещенный KH2PO4 – 2,0 г, ГОСТ 4198;
* магний сернокислый MgSO4·7H2O – 0,2 г, ГОСТ 4523;
* аммоний азотнокислый NH4NO3 – 2,0 г, ГОСТ 22867;
* индикатор бромкрезоловый пурпуровый – 0,1 % раствор в 20% растворе этилового спирта – 40 мл, ТУ 6-09-5422.

Реактивы растворяют в 1 л дистиллированной воды. Величина рН питательной среды после стерилизации должна находиться в пределах 7,0÷7,2. Готовые питательные среды разливают в пенициллиновые флаконы до половины объёма, закрывают стерильной пробкой, плёнкой и закрепляют резиновым жгутом. Во флаконы со средами, предназначенными для культивирования УОБ, с помощью стерильных шприцев добавляют по 0,5 мл стерильной нефти, отобранной с изучаемого месторождения.

ТБ культивируют в питательной среде следующего состава:

* натрий серноватистокислый Na2S2O3·5H2O – 5,0 г, ГОСТ 27068;
* натрий двууглекислый NaHCO3 – 1,0 г, ГОСТ 4201;
* калий фосфорнокислый однозамещенный KH2PO4 – 0,2 г, ГОСТ 4198;
* аммоний хлористый NH4Cl – 0,1 г, ГОСТ 3773;
* магний хлористый MgCl2·6H2O – 0,1 г, ГОСТ 4209;
* индикатор метиловый оранжевый – 10 мл, ТУ 6-09-5171.

Все реактивы растворяют в 1 л дистиллированной воды. Величина рН среды после стерилизации должна быть 7,0. После стерилизации питательную среду разливают в пенициллиновые флаконы на половину объёма. Флаконы закрывают резиновыми пробками, закрывают полиэтиленовой плёнкой, закрепляют резиновым жгутом.

**Подготовка и стерилизация питательных сред, добавок и других материалов**

Всю посуду перед стерилизацией тщательно моют и высушивают. Колбы, пробирки, пенициллиновые флаконы закрывают ватными пробками и заворачивают в бумагу. Пробки готовят из негигроскопической ваты, обертывают марлей и завязывают ниткой на свободном конце. В концы пипеток вставляют ватные тампоны и заворачивают в длинные полоски бумаги шириной 4-5 см или пипетки помещают в металлические пеналы не более 10 штук в каждом. Подготовленную посуду стерилизуют в сушильном шкафу при 160 °C в течение 2-х часов с момента достижения указанной температуры. Стерилизованную посуду вынимают из сушильного шкафа после его охлаждения до температуры не выше 60 °C. Предметные стекла моют хромовой смесью, имеющей следующий состав: 15 г бихромата калия (K2Cr2O7) в 500 мл концентрированной серной кислоты (H2SO4). Затем стекла промывают водой, высушивают и хранят в спирте. Резиновые пробки моют горячей водой с добавлением соды, затем тщательно промывают водопроводной водой, помещают в термостойкие стаканы с дистиллированной водой и обрабатывают в паровом стерилизаторе при температуре 120±2 °C и избыточном давлении 0,1 МПа.

Полиэтиленовую пленку стерилизуют этиловым спиртом.

Питательные среды и добавки (каждую в отдельности) разливают в колбы не более, чем на половину объёма и закрывают ватными пробками и бумажными колпачками. Стерилизацию основной среды проводят в паровом стерилизаторе при температуре 120±2 °C, избыточном давлении 0,1 МПа, а добавок – при давлении 0,05 МПа. Время стерилизации – 30 минут. Стерилизацию промысловой воды проводят аналогично стерилизации основной питательной среды. Нефть стерилизуют автоклавированием в стеклянных колбах с притертой или плотно прилегающей резиновой пробкой. Содержание нефти в колбе не должно превышать ¼ объёма сосуда. При отсутствии парового стерилизатора можно осуществлять стерилизацию сред обработкой текучим паром (дробная стерилизация). Для этого используют металлической сосуд цилиндрической формы с крышкой. Внутри сосуда находится сетчатая подставка на ножках, куда помещают стерилизуемый материал. На дно сосуда наливают воду так, чтобы уровень ее не доходил до дна подставки. Сосуд закрывают крышкой с отверстием для выхода пара и нагревают на электроплите. Обработку текучим паром проводят 3 раза в течение 3-х дней. Время одной обработки 30-40 минут с момента закипания воды. После каждой обработки колбы со средами помещают на сутки в термостат с температурой 30-35 °C. Стерилизованные среды проверяют на стерильность путем термостатирования в течение суток при температуре 30 °C. Если среда сохраняет прозрачность, считают, что она стерильна. Хранят среды при температуре 1-5 °C. Срок хранения не более 2-х недель.

*Примечание. Работы с автоклавом производятся при строгом выполнении правил, указанных в прилагаемой к аппарату инструкции. К работе допускаются только подготовленные лица.*

**Выделение накопительной культуры бактерий**

Накопительную культуру бактерий выделяют из промысловой жидкости (пластовая, подтоварная, сточная и другая вода) того месторождения, где предполагается использование бактерицидов.

Для выделения накопительной культуры из промысловой среды стерильным шприцем отбирают 1 мл воды и вводят в пенициллиновый флакон, содержащий соответствующую питательную среду, путём прокола резиновой пробки. Перед внесением пробы пробку, обёрнутую полиэтиленовой пленкой, протирают спиртом. После чего содержимое флакона тщательно перемешивают.

Флаконы с питательной средой после введения пробы помещают в термостат при температуре 30-35 °C и проводят наблюдения в течение 15 календарных дней. Одновременно в термостат ставят флаконы со средой без добавления промысловой воды для контроля стерильности питательной среды. Присутствие СВБ устанавливают по развитию процесса сульфатредукции в зараженной среде. Развитие сульфатредукции фиксируют на основании увеличения содержания в зараженной среде сероводорода, который качественно определяют по наличию черного осадка (сульфида железа), количественно – йодометрическим титрованием. При необходимости наличие живых форм СВБ определяется методом микроскопии.

Присутствие УОБ в исследуемых водах определяют по следующим показателям:

* помутнению питательной среды;
* изменению цвета питательной среды от красной к желтой;
* накоплению летучих жирных кислот;
* наличию живых форм УОБ.

Образование равномерной и неоседающей мути вызывается накоплением бактериальных клеток во всем объёме. Кислоты, образующиеся при развитии УОБ, накапливаясь, вызывают изменение окраски бромкрезолового пурпурового, введенного в состав питательной среды.

Присутствие ТБ в исследуемых водах отмечают по следующим показателям:

* помутнению питательной среды;
* изменению цвета питательной среды от желтой к красной;
* накоплению сульфат-ионов;
* наличию живых форм ТБ.

Помутнение вызывается накоплением бактериальных клеток, взвешенных во всем объёме питательной среды. Изменение цвета питательной среды связано с изменением окраски индикатора метилоранжа, введенного в состав питательной среды в связи с накоплением серной кислоты, образуемой ТБ.

Если в течение периода инкубации (15 суток) в зараженных средах не выявлены вышеперечисленные признаки, считают, что в исследуемой пробе отсутствуют соответствующие группы бактерий.

**Порядок проведения испытаний**

Лабораторные испытания бактерицидов проводят на исходной накопительной культуре, которая поддерживается периодическим пересевом (раз в один месяц) на свежую питательную среду и хранится при температуре 1-5 °C.

Исходную накопительную культуру пересевают на свежую питательную среду. Флаконы с питательной средой после пересева культуры бактерий помещают в термостат при температуре 32-35 °C. По истечении двух суток с момента прорастания или появления черного осадка (двухсуточная культура), накопительную культуру можно использовать для испытаний ХР.

**Определение бактерицидной эффективности химических реагентов на культуре СВБ**

В маркированные пробирки известного объёма (20-25 мл) наливают по 10 мл стерильной промысловой воды, из которой выделена накопительная культура. Из промысловой воды предварительно удаляют кислород кипячением с последующим быстрым охлаждением.

Накопительную культуру СВБ во флаконах перемешивают, выдерживают до оседания осадка сульфидов, отбирают стерильной пипеткой жидкость над осадком, вводят по 0,5 мл инокулята в каждую пробирку с водой. После чего дозируют определенное количество испытуемого ХР.

Затем в пробирки доливают такую же воду до полного объёма, закрывают пробкой без пузырька воздуха, перемешивают и выдерживают. Время контакта ХР с накопительной культурой (от 2 до 24 часов) определяется Программой испытаний.

После выдержки из каждой пробирки отбирают по 5 мл жидкости, переносят в стерильные пробирки (20-25 мл), доливают питательную среду до полного объёма, закрывают пробкой, перемешивают. Для каждой концентрации ХР проводят не менее 3 параллельных испытаний.

Контрольные пробы подготавливают в такой же последовательности, но без добавления ХР, в количестве не менее 2 параллельных проб.

Все пробирки термостатируют при 32-35 °C и наблюдают в течение 14 суток, отмечая появление черного осадка (сульфида железа).

По окончании срока инкубации во всех пробах определяют содержание сероводорода по методике, изложенной в этом разделе ниже.

**Определение бактерицидной эффективности химических реагентов на культуре УОБ**

В пенициллиновые флаконы с питательной средой, куда предварительно дозируют раствор испытуемого ХР в заданной концентрации, вводят по 0,5 мл инокулята.

Для каждой концентрации ХР проводят не менее 3-х параллельных испытаний.

Дополнительно подготавливают не менее 2 флаконов с инокулятом без ХР, являющихся контрольными пробами, и не менее 2 флаконов с ХР без инокулята – для контроля возможного изменения цвета питательной среды при добавлении ХР.

Содержимое флаконов перемешивают и ставят в термостат при температуре 32-35 °C. Наблюдения за ростом бактерий ведут в течение 15 суток, отмечая изменение цвета среды, появление бактериальной мути, плёнок. По истечении срока инкубации во всех пробах определяют содержание летучих жирных кислот по методике, изложенной в этом разделе ниже. В пробах, предназначенных для контроля влияния ХР на изменение цвета питательной среды, содержание летучих жирных кислот не определяется.

**Определение бактерицидной эффективности химических реагентов на культуре ТБ**

Определение бактерицидной эффективности ХР на культуре ТБ проводят аналогично испытаниям на культуре УОБ. После инкубирования проводят анализ питательных сред на наличие сульфат-ионов по ПНД Ф 14.1:2.108.

Для контроля стерильности каждой питательной среды в серию испытаний добавляются не менее 2 проб без добавления ХР и инокулята.

**Обработка и оценка результатов**

Эффективность подавления жизнедеятельности бактерий (*z*) рассчитывают по формуле, %:



где:

Для СВБ***:***

* *С* – среднее содержание H2S в контрольных пробах, мг/л;
* *С1* – среднее содержание H2S в пробах, содержащих заданное количество ХР, мг/л;

Для УОБ:

* *С* – среднее содержание летучих жирных кислот в контрольных пробах, мг/л,
* С1 – среднее содержание летучих жирных кислот в пробах, содержащих заданное количество ХР, мг/л;

Для ТБ:

* *С* – среднее содержание сульфат-ионов в контрольных пробах, мг/л,
* С1 – среднее содержание сульфат-ионов в пробах, содержащих заданное количество ХР, мг/л.

Эффективными считаются такие удельный расход и время действия ХР, которые обеспечивают полное подавление жизнедеятельности бактерий.

**Оформление результатов испытаний**

Испытуемый химический реагент

Исследуемая среда, используемая для получения накопительной культуры (месторождение, объект)

Группа бактерий (СВБ, УОБ, ТБ)

Продолжительность контакта ХР с накопительной культурой, ч

| **Концентрация химического реагента, мг/л** | **Количество H2S – для СВБ, сульфат-ионов – для ТБ,  летучих жирных кислот – для УОБ, мг/л** | | | | | | | | | | | **Z, %** |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **в исследуемых пробах** | | | | | | **в контрольных пробах** | | | | |
| **1** | **2** | **3** | **…** | **n** | **ср.** | **1** | **2** | **…** | **n** | **ср.** |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** | **12** | **13** |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

**Оценка бактерицидной эффективности химических реагентов относительно адгезированных клеток СВБ**

Сущность метода заключается в экспонировании стальных образцов в активной культуре СВБ для получения адгезированных форм клеток бактерий. По окончании срока экспозиции их обрабатывают бактерицидом и асептически переносят в питательную среду. Определяют минимальную концентрацию ХР, обеспечивающую полное подавление роста и развития адгезированных бактерий. Испытания проводятся в статических условиях.

**Оборудование и материалы:**

Для работы необходимо следующее оборудование и материалы:

* камера с ламинарным течением воздуха типа ВЛ-12 или аналог;
* стерилизатор паровой (автоклав) типа ВК-30-2 или аналог;
* термостат суховоздушный типа ТС-1/80 СПУ или аналог;
* стерилизатор суховоздушный (допускается использование сушильного шкафа типа   
  ПЭ-4610 или аналог);
* весы лабораторные по ГОСТ Р 53228;
* диспергатор ультразвуковой;
* приспособление для закручивания алюминиевых колпачков;
* шприцы инъекционные 1 и 2 мл, ГОСТ Р ИСО 7886-1;
* пипетки Мора объёмом 1, 2, 10 см3, ГОСТ 29169;
* пипетки градуированные объёмом 0,1, 0,2, 1, 5 см3 ГОСТ 29228;
* колбы плоскодонные, ГОСТ 25336\*;
* колбы конические ёмкостью 1 л, 0,25 л, 0,1 л ГОСТ 25336;
* флаконы пенициллиновые (ТУ 9461-010-00480514) с плоскими резиновыми пробками;
* пробирки химические объёмом 20-25 мл, ГОСТ 25336;
* пробки резиновые;
* спиртовки, ГОСТ 25336\*;
* вата гигроскопическая медицинская, ГОСТ 5556;
* вата негигроскопическая;
* спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ Р 55878;
* рН-метр;
* вода дистиллированная, ГОСТ Р 58144;
* полиэтиленовая плёнка;
* бумага фильтровальная, ГОСТ 12026;
* алюминиевые колпачки;
* стальные плоские образцы (рекомендуемые размеры: D= 10 мм и h = 2 мм).

**Подготовка и стерилизация питательных сред, добавок и других материалов**

Для культивирования СВБ используется среда Постгейта В. Подготовка и стерилизация питательных сред, добавок и других материалов осуществляется аналогично процедуре определения бактерицидного действия относительно планктонных клеток бактерий.

**Культивирование и учет адгезированных форм СВБ**

На поверхности образцов не должно быть смазки, очагов коррозии, окалины, неоднородностей, расслоений, трещин, пор, механических повреждений. Поверхность образцов, подготовленных для испытаний, должна быть шлифованной. Параметр шероховатости Ra ~ 0,63-1,25 мкм по ГОСТ 2789.

Перед испытанием образцы тщательно промывают в органическом растворителе, например, ацетоне. Не допускается применение хлорсодержащих растворителей. Степень обезжиривания контролируют полным смачиванием поверхности образца (растекание капли воды) или по отсутствию на фильтровальной бумаге темного пятна от капли использованного растворителя.

После обезжиривания образцы промывают проточной водой, опускают на 5 минут в раствор соляной кислоты 1:1, снова промывают водопроводной, затем дистиллированной водой. Далее образцы высушивают при помощи фильтровальной бумаги и обрабатывают 70 % раствором этанола.

Все работы с накопительными культурами СВБ проводятся в стерильных условиях над пламенем спиртовки в камере с ламинарным течением воздуха.

Подготовленные образцы помещают в сосуд известного объёма, вносят питательную среду Постгейта и накопительную культуру СВБ (2-3 суточную) в количестве 5-10 % от объёма среды, закрывают пробкой и помещают в термостат (температура 32-35 °C). Период инкубации длится 5-7 календарных дней. Количественная оценка адгезированных СВБ производится методом предельных разведений. Результаты представляются как количество клеток на единицу площади – кл/см2. Удаление адгезированных клеток (биопленки) с поверхности образцов осуществляется следующим образом. Образец помещают в чашку Петри (или фарфоровую чашку) и, придерживая пинцетом, очищают его поверхность со всех сторон небольшим кусочком (~ 1 см2) стерильной губки. Загрязненную губку помещают в пенициллиновый флакон известного объёма, содержащий питательную среду Постгейта. Или образец помещают в чашку Петри с питательной средой и, придерживая его пинцетом, делают соскоб скальпелем. Полученный соскоб переносят в пенициллиновый флакон. Затем для диспергирования биопленки флакон энергично стряхивают в течение 30-60 с или подвергают ультразвуковой обработке на диспергаторе (22 кГц, 0,3-0,4 А, 30-60 с). Из приготовленной суспензии делают 7-9 разведений. Для этого готовят пенициллиновые флаконы с питательной средой Постгейта, которые закрывают без пузырька воздуха. Для разведения и посева отбирают 1 мл анализируемой жидкости стерильным шприцем и вводят в 1-ый пенициллиновый флакон с питательной средой. Содержимое перемешивают и новым стерильным шприцем отбирают из этого флакона 1 мл пробы и вводят во 2-ой флакон с питательной средой, получают разведение 1/10 (или 1-е). Затем другим стерильным шприцем берут 1 мл из первого разведения и вносят в следующий флакон с питательной средой, получают разведение 1/100 (или 2-е) и т.д. Пробы инкубируют в течение 14 календарных дней при температуре 32-35 °C.

В выросшем посеве, где использовано максимальное разведение, присутствует минимум одна клетка. Учитывая разведения, рассчитывают содержание бактерий в 1 мл посевного материала. Количество бактерий (*М*) выражают в виде порядка: единицы, десятки, сотни и т.д. Расчет клеток бактерий проводят по формуле:



где:

*10* – коэффициент разбавления;

*n* – порядковый номер разведения, из которого произведён посев в последний флакон, где отмечен рост бактерий;

*V* – объём исходной пробы, взятой для посева, в мл.

Расчёт количества адгезированных клеток (*Q*) производят по следующей формуле:



где:

*М* – количество бактериальных клеток в 1 мл исходной пробы;

*VП* – объём питательной среды, в которую был перенесён соскоб, мл;

*SОБ* – площадь образца, см2.

**Порядок проведения испытаний**

В маркированные пробирки известного объёма (20-25 мл) наливают по 10 мл промысловой воды (или её модель), из которой выделена накопительная культура, вводят определенное количество испытуемого ХР (например, 100, 200…500 мг/л и т.п.). Из воды предварительно удаляют кислород кипячением с последующим быстрым охлаждением.

Образцы со сформировавшейся на них биопленкой достают из сосуда стерильным пинцетом и промывают их стерильным буферным раствором (рН = 7,0-7,2) 3-4 раза для удаления культуральной среды и планктонных клеток СВБ. После чего образцы помещают в пробирки с бактерицидом и закрывают флаконы пробкой. Пробы выдерживают при комнатной температуре от 1 до 24 часов.

*Примечание: Для выбора оптимальных параметров технологического режима бактерицидной обработки время выдержки и концентрации ХР варьируют.*

Затем обработанные бактерицидом образцы с адгезированными клетками помещают в пробирки с питательной средой Постгейта и инкубируют в течение 14 суток при температуре 32-35 °C. Две пробирки с образцами, необработанными ХР, служат контрольной пробой.

Для каждой концентрации проводят три параллельных испытания.

Наблюдение за образцами осуществляют визуально, отмечая развитие СВБ по образованию черного осадка (сульфида железа), распространяющегося от образца вверх по объёму питательной среды.

**Оценка бактерицидной эффективности**

Эффективными считаются такие удельный расход и время действия (контакта) ХР, которые обеспечивают полное подавление жизнедеятельности СВБ при известной плотности колонизации (*Q*).

Полным подавлением жизнедеятельности бактерий считают отсутствие признаков их развития (образования осадка сульфида железа) во всех параллельных пробах испытаний.

**Оформление результатов испытаний**

Испытуемый ХР

Исследуемая среда, используемая для получения накопительной культуры (месторождение, объект)

Продолжительность контакта ХР с накопительной культурой, ч

Марка стали

Плотность колонизации СВБ

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Концентрация химического реагента, мг/л** | **Наличие признаков развития СВБ** | | | | | | | | |
| **в исследуемых пробах** | | | | | **в контрольных пробах** | | | |
| **1** | **2** | **3** | **…** | **n** | **1** | **2** | **…** | **n** |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

**Определение содержания сероводорода**

Качественное определение образования сероводорода основано на наблюдении появления темного осадка сульфида железа, образующегося в результате реакции сероводорода с ионами закисного железа, содержащегося в питательной среде.

Для количественного определение содержания сероводорода необходимы следующие реактивы:

* йод, стандарт-титр 0,1 н, ТУ 2642-001-33813273;
* натрий серноватистокислый, стандарт-титр 0,1 н, ТУ 2642-001-33813273;
* кислота соляная, ГОСТ 3118;
* вода дистиллированная, ГОСТ Р 58144;
* крахмал растворимый, ГОСТ 10163.

Содержимое посевного флакона известного объёма переносят в колбу, куда предварительно добавляют определенное количество титрованного раствора йода (***Примечание:*** йод должен быть в избытке), добавляют 1 мл 10 % соляной кислоты. Для более полного извлечения сероводорода и его ассоциатов со стенок флакона его необходимо обработать 1 мл 10 % соляной кислоты и полученный раствор перенести в общую колбу. Затем содержимое колбы перемешивают и выдерживают в течение 5 минут.

Далее титруют избыток йода раствором тиосульфата натрия до появления светло-желтой окраски. Прибавляют 1 мл 0,5 % раствора крахмала и дотитровывают до обесцвечивания. Таким же образом определяют объём раствора тиосульфата натрия, расходуемый на титрование питательной среды контрольной пробы.

Количество сероводорода рассчитывают по формуле:



где:

*X* – количество сероводорода и его ассоциатов (H2S + HS- + S2O32- + SO32-) в литре анализируемой жидкости, мг/л;

*a* – объём тиосульфата натрия, израсходованный на титрование питательной среды, не содержащей инокулят и ХР, мл;

*b* – объём тиосульфата натрия, израсходованный на титрование жидкости из посевных флаконов, мл;

*V* – объём анализируемой жидкости, мл;

*17* – эквивалентный вес сероводорода;

*N* – нормальность раствора тиосульфата натрия;

*К* – поправочный коэффициент раствора тиосульфата натрия, определяемый отношением объёма раствора йода к объёму раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование раствора йода.

**Определение содержания летучих жирных кислот**

Определение летучих жирных кислот основано на отгоне их из подкисленной пробы и титрования полученного дистиллята раствором едкого натра в присутствии фенолфталеина.

Чувствительность метода – 2 мг/л. Определению мешают CO2, H2S, которые удаляют кипячением дистиллята, полученного при отгоне летучих жирных кислот, как описано ниже.

Реактивы:

* фосфорная кислота плотностью 1,7 г/см3, ГОСТ 6552;
* гидроксид натрия NaOH, ГОСТ 4328;
* фенолфталеин 1 % спиртовый раствор, ТУ 6-09-5360;
* метиловый оранжевый 0,1 % водный раствор, ТУ 6-09-5171.

Анализируемую жидкость фильтруют через фильтр «белая лента» (по ТУ6-09-1678) и отбирают необходимый объём на анализ.

Отфильтрованную жидкость вносят в перегонную колбу емкостью 1 л, разбавляют дистиллированной водой до объёма 300 мл, добавляют две капли метилоранжа и по каплям нейтрализуют пробу фосфорной кислотой (до появления розовой окраски). Затем добавляют еще 1 мл фосфорной кислоты, перемешивают и присоединяют колбу к установке для перегонки.

Отгон летучих жирных кислот производят в приемную колбу емкостью 750 мл, в которую предварительно наливают 50 мл дистиллированной воды. Конец алонжа должен быть погружен в воду.

После того, как объём в приёмной колбе составит около 300 мл, отгон прекращают. Приёмную колбу охлаждают, добавляют в нее 100 мл дистиллята. Весь полученный дистиллят (около 400 мл) кипятят полчаса с обратным холодильником для удаления CO2 и H2S, охлаждают до 50-60 0С и титруют 0,01н (или 0,1н) раствором едкого натра в присутствии 5-6 капель фенолфталеина до неисчезающей розовой окраски.

Содержание летучих жирных кислот рассчитывают по формуле:



где:

*X* – содержание летучих жирных кислот в анализируемой жидкости, мг/л (в расчете на уксусную кислоту);

*a* – объём раствора щелочи, израсходованный на титрование анализируемой жидкости, мл;

*b* – объём раствора щелочи, израсходованный на титрование питательной среды, не содержащей инокулят и ХР мл;

*N* – нормальность раствора щелочи;

*K* – поправочный коэффициент щелочи, определяемый отношением объёма раствора соляной кислоты к объёму раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование соляной кислоты;

*60* – эквивалентный вес уксусной кислоты;

*V* – объём анализируемой жидкости, взятый для перегонки, мл.

Допускается применение иных способов подтверждения бактерицидного действия.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЕДИМЕНТАЦИОННОЙ УСТОЙЧИВОСТИ ТВЕРДЫХ ЧАСТИЦ В ПРОТИВОТУРБУЛЕНТНЫХ ПРИСАДКАХ

Оборудование: мерный цилиндр с градиуровкой 0-250 мл с пришлифованной пробкой по ГОСТ 1770.

Подготовка к проведению анализа: образец продукта объемом не менее 500 мл тщательно перемешивают в отдельной емкости до однородного состояния.

Образовавшуюся однородную противотурбулентную присадку наливают в мерный цилиндр до отметки 250 мл, закрывают пробкой и выдерживают в состоянии покоя в течение 72 часов, после чего определяют степень расслоения присадки, измеряя визуально объем осветленного слоя.

Седиментационную устойчивость (СУ) вычисляют по формуле:

СУ= ((V1-V2)/V1)∙100 %

где:

V1 – общий объем столба противотурбулентной присадки в цилиндре, мл;

V2 – объем осветленного слоя противотурбулентной присадки в цилиндре, мл.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕЖФАЗНОГО НАТЯЖЕНИЯ ВОДНЫХ РАСТВОРОВ РЕАГЕНТА НА ГРАНИЦЕ С КЕРОСИНОМ С ОПРЕДЕЛЕНИЕМ ЗНАЧЕНИЙ КРИТИЧЕСКОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МИЦЕЛЛООБРАЗОВАНИЯ

Для водных растворов гидрофобизатора, стабильных в условиях минерально-солевой и температурной агрессии измеряют значения поверхностного натяжения на границе с керосином. Показатель определяют по ГОСТ Р 50097.

Поверхностное натяжение – натяжение в поверхностном слое жидкости, выражаемое силой, отнесенной к единице длины. Поверхностное натяжение – проявление взаимного притяжения молекул. В действительности существует не эластичный «поверхностный слой», а заметное притяжение между молекулами поверхности и молекулами, находящимися под этой поверхностью, направленное к внутреннему объему жидкости. Поверхностное натяжение выражают в Н/м. На практике используют мН/м = 1 дин/см = эрг/см2.

По мере роста концентрации ПАВ в водном растворе, поверхностное натяжение снижается до тех пор, пока не произойдет насыщение поверхностного слоя молекулами ПАВ. При этом на поверхности раствора образуется мономолекулярный слой. При дальнейшем увеличении концентрации ПАВдо определенной величины, называемой **критической концентрацией мицеллообразования**, в объеме раствора происходит образование мицелл, и поверхностное натяжение практически не изменяется. Дальнейшее введение в раствор ПАВ приводит к увеличению числа мицелл, а концентрация молекулярно-диспергированного ПАВ остается постоянной. Величина ККМ – концентрация ПАВ, при которой в растворе возникает большое число мицелл, находящихся в термодинамическом равновесии с молекулами (ионами) и резко изменяются свойства раствора (поверхностное натяжение, электропроводность, вязкость, светорассеяние и т.д.). ККМ является наиболее важной характеристикой ПАВ, использующаяся при рассмотрении всех вопросов практического использования ПАВ.

Измерение поверхностного натяжения растворов коллоидного ПАВ различной концентрации является одним из методов определения ККМ (на практике узкий интервал концентраций). Построив зависимость поверхностного натяжения от концентрации, по характерному перегибу изотермы при переходе ее на прямолинейный участок можно определить значение концентрации критического мицеллообразования.

**Аппаратура, реактивы и материалы**

Для проведения испытаний необходимо следующее оборудование, реактивы и материалы:

1. Сталагмометр конструкции Уфимского научно-исследовательского института нефтяной промышленности (Рисунок 1) или иное аналогичное оборудование;
2. Стакан Н-1-50 ТС ГОСТ 25336;
3. Термостат, обеспечивающий поддержание заданной температуры;
4. Весы аналитические с погрешностью измерения 0,0002 г по ГОСТ Р 53228;
5. Пикнометр ПЖ 2-25-10/19 по ГОСТ 22524;
6. Термометр с ценой деления 1 °C позволяющий измерять температуру от 0 до 100 °C;
7. Вата медицинская гигроскопическая ГОСТ 5556;
8. Керосин очищенный по ОСТ 38.01408;
9. Бензол криоскопический;
10. Ацетон по ГОСТ 2603;
11. Исследуемые растворы ПАВ;
12. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144;
13. Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220;
14. Кислота серная по ГОСТ 4204.

Хромовую смесь готовят следующим образом: 5 г двухромовокислого калия растворяют в 25 см3 воды и прибавляют 5 см3 серной кислоты.

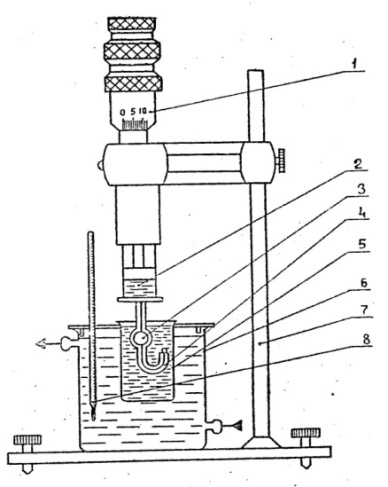


Рис. 1 Сталагмометр конструкции УФНИИ

1-микрометр, 2- медицинский шприц, 3-переходный шар для выравнивания температуры, 4- капилляр, 5-стаканчик, в который помещен раствор исследуемого ПАВ, 6-термостат, 7-штатив, 8-термометр

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка к испытанию**

Перед началом работы сталагмометра промывают стеклянные части прибора – цилиндр шприца с капилляром первоначально бензолом, обезжиривают хромовой смесью и промывают – сначала дистиллированной водой, затем ацетоном. После просушки прибор собирают, в шприц через капилляр засасывают керосин. Если в шприце остался пузырек воздуха, то его удаляют. После заполнения шприца шлифованную поверхность капилляра очищают ватой.

Для замеров поверхностного натяжения растворов ПАВ в качестве антиполярной жидкости применяется очищенный керосин. Поверхностное натяжение керосина на границе с дистиллированной водой не менее 47,5 дин/см (1 дин/см = 10-3 Н/м). При определении поверхностного натяжения ПАВ, растворимых в воде, жидкость с наименьшей плотностью (керосин) выдавливается в жидкость с большей плотностью (водный раствор ПАВ). В этом случае применяется сталагмометр с загнутым кончиком. Для определения поверхностного натяжения водорастворимых ПАВ, сильно гидрофобизирующих поверхность сталагмометра, а также ПАВ нерастворимых в воде, используется сталагмометр с прямым кончиком. При этом водный раствор ПАВ (или вода) помещается в шприц и выдавливается в керосин или керосиновый раствор ПАВ.

**Проведение испытания**

Исследуемый раствор наливают в чистый стеклянный стакан, затем опускают прибор в него, так чтобы капилляр погрузился наполовину своей длины. Медленным и плавным вращением головки микрометра формируют каплю. Проверяют правильность ее формы, т.е. ножка капли должна образовываться точно по внутреннему периметру среза капилляра, в противном случае необходимо повторно промыть капилляр. Объем капли выражают числом делений микрометра. Предварительно определяют, скольким делениям соответствует одна капля. В начале опыта замечают деление, проходимое в момент отрыва капли. Сразу же начинают счет капель; в конце отмечают деление, отвечающее моменту отрыва последней целой капли. Объем капли берется как среднее из 9-10 определений.

Измерения производят вначале со стандартной жидкостью. Если таковой является вода, нет необходимости сушить сталагмометр после промывки, а также при переходе от воды к водным растворам. При измерении серии растворов различной концентрации, вначале следует измерять разбавленные растворы, переходя к более концентрированным. Плотность исследуемой жидкости определяют при помощи пикнометра.

Измерения начинают с воды, а затем переходят к растворам все более высоких концентраций.

**Обработка результатов**

Поверхностное натяжение на границе двух жидкостей определяется по формуле

,

где:

*σ* – поверхностное натяжение, дин/см;

*К* – постоянная капилляра;

*Vср* – среднее значение числа делений лимба микрометра при образовании одной капли (средний объем выдавливаемой капли);

*ρ1, ρ2* – плотности жидкостей. Плотность жидкости определялась пикнометрически.

Для определения постоянной капилляра прибора замеряют σ на границе дистиллированная вода – криоскопический бензол (p20=0,8790 г/см3, показатель преломления – 1,501). Межфазное натяжение на границе бензол – вода при 25 °C принимается равным 34,96 Дин/см.

Постоянную прибора рассчитывают по формуле:



где:

σб – поверхностное натяжение бензола, Дин/см;

ρв – плотность воды, кг/м3;

ρб – плотность бензола, кг/м3;

Vср.б – объем капли, выраженный числом делений микровинта.

По результатам строят график - изотерму поверхностного натяжения, откладывая значения поверхностного натяжения на оси ординат (σ), а логарифмы концентрации/ (г/дм3) – на оси абсцисс. Необходимо использовать средние значения, определенные для каждой концентрации. Для графического определения ККМ используется масштаб, наиболее подходящий для измеренных значений поверхностного натяжения (1 Дин/см).

На Рисунке 2 изображены наиболее типичные виды кривых:

1. ККМ соответствует точке на кривой, в которой происходит резкое изменение наклона кривой;
2. интервал ККМ соответствует минимуму на кривой, в которой происходит резкое изменение наклона кривой;
3. значение интервала ККМ определить экспериментально невозможно. Рекомендуется повторить измерения, так как возможная ошибка при проведении испытания или другая причина делают результаты неприемлемыми.

Если, несмотря на повторение измерений, кривая получается без минимума, интервал ККМ определить невозможно.

Воспроизводимость: различие в результатах, полученных на одном образце в двух различных лабораториях, не должно превышать 10 %.

|  |  |
| --- | --- |
| а) | б) |
| в) | |

Рис. 2 Примеры графиков поверхностного натяжения

Для минимизации ЛИ и поиска МЭД ПАВ допускается построение кривой зависимости снижения поверхностного натяжения в присутствии ПАВ от концентрации. Концентрация ПАВ, находящаяся на пересечении полученной кривой и 30 % -го снижения поверхностного натяжения принимается за МЭД.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТОЙКОСТИ РЕАГЕНТА К СОЛЕВОЙ И ТЕМПЕРАТУРНОЙ АГРЕССИИ

К параметрам, которые необходимо определять для ПАВ-гидрофобизаторов относятся стабильность в условиях минерально-солевой и температурной агрессии. Растворы гидрофобизатора в модельных пластовых водах заданных минерализаций должны сохранять прозрачность, не должно наблюдаться образования осадков, коллоидных хлопьев, расслоения (с выделением реагента в отдельную фазу) в интервале температур от 23 °C (комнатной) до 90 °C (либо температуре конкретного месторождения).

**Аппаратура, реактивы и материалы**

Для проведения испытаний необходимо следующее оборудование, реактивы и материалы:

1. Цилиндры мерные емкостью на 50 см3 с пробкой и стеклянным основанием по   
   ГОСТ 1770;
2. Колбы мерные емкостью 1дм3 с притертой стеклянной пробкой по ГОСТ 1770;
3. Весы аналитические с погрешностью измерения 0,0002 г по ГОСТ Р 53228;
4. Термометр с ценой деления 1 0С позволяющий измерять температуру от 0 до 100 0С;
5. Термостат, обеспечивающий поддержание заданной температуры;
6. Ареометр АОН-1 по ГОСТ 18481;
7. Натрия хлорид по ГОСТ 4233;
8. Кальция хлорид по ГОСТ 450;
9. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка к испытанию**

В качестве растворителя тестируемых гидрофобизаторов готовят:

* модель с общей минерализацией 15-17 г/дм3, приготовленная растворением хлористых солей натрия (80 % от общего содержания солей) и кальция (20 %);
* модель воды с общей минерализацией 200 г/дм3, приготовленная растворением расчетного количества хлористых солей натрия (80 % от общего содержания солей) и кальция (20 %) в дистиллированной воде;
* ЖГ на основе раствора хлористого натрия плотностью 1,18 г/см3;
* жидкость глушенияна основе раствора хлористого кальция плотностью 1,32‑1,34 г/см3.

**Проведение испытания**

Эксперименты по определение стойкости ПАВ-гидрофобизаторов к минеральной агрессии и температуре проводят следующим образом.

Готовят модельные воды минерализацией 15 и 200 г/дм3 или модель пластовой воды конкретного месторождения в соответствии с их 6-компонентным составом растворением хлористых солей натрия и кальция в дистиллированной воде (NaCl – 80 % от общего содержания солей, CaCl2 – 20 %). При необходимости ПАВ тестируют в жидкостях глушения – насыщенных растворах хлористого натрия (плотностью 1,18 г/см3) и хлористого кальция (плотностью 1,32-1,34 г/см3)

Гидрофобизатор-ПАВ растворяют в приготовленных модельных водах в концентрациях

0,01 0,05 0,1 0,5 1,0 1,5 2,0 %.

На аналитических весах взвешивают рассчитанную навеску гидрофобизатора-ПАВ с точностью 0,001 г, затем добавляют расчетное количество растворителя. Тщательно перемешивают до растворения. Приготовленные растворы термостатируют при заданных температурах в интервале от 20 до 90 °C с шагом 10 °C в течение 8 часов.

После каждой термоэкпозиции проводят визуальный контроль и описывают внешний вид растворов гидрофорбизаторов. Результаты заносят в форму, представленную в Таблице 15.

Таблица 15

**Пример оформления результатов тестирования стойкости ПАВ-гидрофобизатора   
к солевой и температурной агрессии**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **СПАВ,**  **%** | **РАСТВОРИТЕЛЬ** | **РЕЗУЛЬТАТЫ ТЕСТИРОВАНИЯ ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ, 0С** | | | | | | | |
| **23** | **30** | **40** | **50** | **60** | **70** | **80** | **90** |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** |
| 0,05 | модель воды | П\* |  |  |  | П | П | П | П |
| ЖГ-NaCl | П |  |  |  | П | П | П | П |
| ЖГ-CaCl2 | П |  |  |  | П | П | П | П |
| 0,5 | модель воды | П |  |  |  | П | П | П | П |
| ЖГ-NaCl | П |  |  |  | П | П | П | П |
| ЖГ-CaCl2 | П |  |  |  | П | П | П | П |
| 1,0 | модель воды | П |  |  |  | П | П | П | П |
| ЖГ-NaCl | П |  |  |  | П | П | П | П |
| ЖГ-CaCl2 | П |  |  |  | П | П | **ПП** | **ПП** |
| 1,5 | модель воды | П |  |  |  | П | П | П | П |
| ЖГ-NaCl | П |  |  |  | П | П | П | П |
| ЖГ-CaCl2 | П |  |  |  | П | П | **ПП** | **ОР** |
| 2,0 | модель воды | П |  |  |  | П | П | П | П |
| ЖГ-NaCl | П |  |  |  | П | П | П | П |
| ЖГ-CaCl2 | П |  |  |  | П | П | **ОР** | **В** |
| **Прим.**: **П** – раствор ПАВ остаётся прозрачным; **ПП** – появление признаков «высаливания»; **ОР** –происходит выделение реагента в отдельную фазу. **В -** «высаливание». | | | | | | | | | |

**Обработка результатов**

Заключение о совместимости либо не совместимости гидрофобизатора с минерализованной водой и ЖГ делается по результатам визуального контроля. Если наблюдается «высаливание» реагента - выпадение осадка или образование взвешенных коллоидных хлопьев, или выделение реагента в отдельную фазу, результат считается отрицательным.

Для ПАВ, выдержавших тест, сохранивших стабильность к минеральной агрессии и температуре определяется поверхностное натяжение на границе водный раствор ПАВ – керосин.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ АГРЕГАТИВНОЙ И ФАЗОВОЙ УСТОЙЧИВОСТИ ИНВЕРТНЫХ ЭМУЛЬСИЙ

Основным тестом по эффективности эмульгатора в составе инвертных эмульсий является фиксирование времени истечения эмульсии через буровую воронку. При этом эмульгатор должен обеспечивать при заданных условиях увеличение устойчивости эмульсии не менее чем в 5 раз по сравнению с устойчивостью эмульсии без примененияХР.

Агрегативная устойчивость инвертных (обратных) эмульсий это способность эмульсионной системы сохранять степень дисперсности внутренней фазы (воды), как в состоянии покоя, так и в движении. Её оценивают по электростабильности обратных эмульсий.

Седиментационная стабильность (фазовое равновесие) обратных эмульсий оценивают визуально по количеству отделившейся в статических условиях диспергированной воды из объема эмульсии.

**Аппаратура и реактивы**

1. Перемешивающее устройство ПЭ-8310 со штативом, оснащенное блоком управления с цифровым тахометром, таймером и секундомером или аналогичное.
2. Весы лабораторные 4-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 500 г по ГОСТ Р 53228.
3. Термостат жидкостной с микропроцессорным регулятором, диапазон измерения температуры от плюс 10 °C до плюс 150 °C.
4. Прибор для измерения электростабильности марки ИГЭР-1 либо FANN.
5. Стеклянный стакан (или другой цилиндрический сосуд типа склянки Дрекселя).
6. Цилиндр мерный стеклянный по ГОСТ 1770.
7. Натрий хлористый по ГОСТ 4233.
8. Кальций хлористый технический по ГОСТ 450, либо реактивный 6-ти водный по   
   ГОСТ 4209.
9. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка измерений**

В качестве водной фазы используются пластовые или технические воды (или их модели), насыщенные растворы натрия хлористого (*ρ*=1,18 г/см3), кальция хлористого (*ρ*=1,32 г/см3), или их смеси между собой.

Модель пластовой воды готовится либо растворением хлористых солей натрия и кальция в дистиллированной воде (NaCl – 80 % от общего содержания солей, CaCl2 – 20 %) в соответствии с общей минерализацией конкретного месторождения, либо в полном соответствии с их 6-компонентным составом.

Насыщенные растворы натрия хлористого (*ρ*=1,18 г/см3) и кальция хлористого (*ρ*=1,32 г/см3) готовится растворением сухой соли соответствующего хлорида в дистиллированной воде.

Углеводородная фаза– безводная нефть месторождения, дизтопливо либо другой подходящий растворитель.

Основными методами получения обратных эмульсий являются механические с использованием пропеллерных или лопастных мешалок различных конструкций. Водонефтяные эмульсии готовятся по методике, адаптированной для промысловых условий месторождения и имеющегося технологического оборудования. При перемешивании механической мешалкой к нефтяной фазе, в которой предварительно растворен эмульгатор, малыми порциями постепенно добавляется водная фаза (пластовая, техническая воды или их модели, рассол кальция (натрия) хлористого и т.д.).

После подачи расчетного количества водной фазы эмульсию дополнительно перемешивают при заданной скорости (600/700 об/мин или 1200/1500 об/мин) от 20 до 60 минут. Эмульгатор тестируются в рабочих дозировках согласно Инструкции по применению или в концентрациях от 1,5 % до 4,0 % (об.), наиболее близких к применяемым расходам на промысле. Полученные обратные эмульсии выдерживают при комнатной температуре (23 °C) в течение 24 часов и сравнивают их степень устойчивости в зависимости от концентрации эмульгатора и скорости перемешивания с определением удельного расхода эмульгатора и времени эмульгирования.

**Проведение измерений**

Агрегативную устойчивость инверных (обратных) эмульсий оценивают по электростабильности - измерений значений электрического напряжения, соответствующего моменту разрушения эмульсии, заключенной между электродами измерительной ячейки прибора, погруженной в эмульсию.

Седиментационная стабильность (фазовое равновесие) обратных эмульсий определяют в мерных герметично закрытых цилиндрах выдержанных при температурах и в течение предстоящего времени промышленного применения эмульсии.

**Расчет результатов измерений**

Значение электростабильности для обратных эмульсий должно быть не менее значений нижнего предела, для скважин с забойной температурой до 40 °C не менее 80 В, и для скважин с забойной температурой до 80 °C – не менее 120 В.

Значение седиментационной стабильности (% об.) рассчитывается как частное от деления объёма отделившейся дисперсной среды к объёму эмульсии, умноженное на 100.

Результаты замеров заносятся в форму, приведенную в Таблице 16.

Таблица 16

**Оформление результатов определения седиментационной   
устойчивости и электростабильности обратных эмульсий**

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| **СОСТАВ ЭМУЛЬСИИ** | **КОНЦЕНТРАЦИЯ ЭМУЛЬГАТОРА, % (ОБ.)** | **СКОРОСТЬ ПЕРЕМЕШИВАНИЯ, ОБ/МИН** | **СЕДИМЕНТАЦИОННАЯ СТАБИЛЬНОСТЬ,**  **% (ОБ.)** | **ЭЛЕКТРОСТАБИЛЬНОСТЬ, В** |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ ОБРАТНОЙ ЭМУЛЬСИИ

Плотность обратной эмульсии определяется после выдержки обратной эмульсии в течение 24 часов после получения - экспериментальным методом (весовым методом точно отмеренного объема эмульсии в мерном цилиндре, измерением) или расчетным методом.

Расчет плотности обратной эмульсии по известным значениям плотностей нефти и водной фазы, образующих эмульсию, а также зная их объемное или процентное содержание, проводят по следующим формулам:



*ρэ = ρн(1 – φ) + ρв∙φ*

**

где:

*Vн* и *Qв* - соответственно расход нефти и воды, м3;

*ρэ, ρн, ρв*– плотность эмульсии, нефти и водной фазы соответственно, кг/м3;

*q* – содержание воды и растворенных солей в эмульсии, % массовые;

*φ –* объемная доля дисперсной среды, *φ = Qв/(Vн – Qв)*.

Величина *q* определяется из следующего соотношения:

q= ,

где:

*q0* – содержание чистой воды в эмульсии, %;

*х* – содержание растворенных солей в воде, %.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕРМОСТАБИЛЬНОСТИ ИНВЕРТНОЙ ЭМУЛЬСИИ

Аппаратура и реактивы, подготовка измерений согласно разделу 24 настоящего Приложения.

**Проведение измерений**

Термостабильность инвертных эмульсий оценивают после их выдержки в мерных герметично закрытых цилиндрах в термошкафу или термостате при заданной температуре (80 0С или температуре конкретного месторождения) в течение 8 часов и более с последующим визуальным качественным и количественным анализом свойств.

**Расчет результатов измерений**

Тест считается положительным, если в течение указанного времени термостатирования из эмульсии отделяется следовые количества воды (до 1-2 %) от общего объема водной фазы.

Результаты замеров заносятся в форму, приведенную в Таблице 17.

Таблица 17

Оформление результатов определения термостабильности обратных эмульсий

| **СОСТАВ ЭМУЛЬСИИ** | **КОНЦЕНТРАЦИЯ ЭМУЛЬГАТОРА, % (ОБ.)** | **СКОРОСТЬ ПЕРЕМЕШИВАНИЯ, ОБ/МИН** | **ТЕРМОСТАБИЛЬНОСТЬ инвертных**  **ЭМУЛЬСИЙ**  **ПРИ 80 0С** |
| --- | --- | --- | --- |
| **1** | **2** | **3** | **4** |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РЕОЛОГИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ОБРАТНЫХ ЭМУЛЬСИЙ

Реологическое тестирование обратных эмульсий является одним из методов, позволяющих контролировать стабильность эмульсий. При этом определяются следующие важные показатели:

* эффективная (кажущаяся) вязкость (***ηэ,*** Па∙с) – сумма вязкостного и прочностного сопротивления течению обратной эмульсии – снижаются с увеличением касательных напряжений (давления прокачивания);
* пластическая вязкость (***ηпл,*** Па∙с) – вязкостное сопротивление течению эмульсий;
* предельное напряжение сдвига или начальная деформация сдвига (******,, Па) – прочность структурной сетки, которую необходимо разрушить для обеспечения течения эмульсии в начальный момент;
* динамическая стабильность (***H, %***) - устойчивость эмульсий в различного типа течениях (таким как течение в щелевых структурах и порах);
* условная вязкость (***ВУ***, с) – гидравлическое сопротивление эмульсии прокачиванию.

**Аппаратура**

1. Эффективную и пластическую вязкости, предельное напряжение сдвига, динамическую стабильность полученных устойчивых обратных эмульсий определяют на ротационных вискозиметрах (и реометрах) типа «VT-550», RheоStress-1, MARS II (фирма «Haake», Германии), «Брукфилд», «Chandler», «Anton Paar» и других марок.

2. Условная вязкость измеряется на вискозиметре типа ВБР-1.

Основные характеристики вискозиметра:

* постоянная вискозиметра (время истечения 500 см3 воды) при температуре (20  5) °C,   
  с - 15;
* погрешность постоянной вискозиметра, с - ± 0,5;
* вместимость воронки вискозиметра, см3 - 700;
* вместимость мерной кружки, см3 - 500.

**Проведение измерений**

1. Реологические исследования обратных эмульсий проводят на ротационном вискозиметре с использованием системы воспринимающих элементов «цилиндр-цилиндр» при скоростях деформации сдвига от 0,01 с-1 до 300 с-1.

Для определения эффективной и пластической вязкостей, предельного напряжения сдвига, динамической стабильности устойчивых обратных эмульсий при заданных температурах в режиме «сдвигового теста» проводятся следующие тесты:

* измерение напряжения сдвига (**) / эффективной вязкости (*η*) при увеличении скорости сдвига (**γ**) от 0,1 до 300 с-1 (прямой ход);
* измерение напряжения сдвига / эффективной вязкости при снижении скорости сдвига от 300 до 0,1 с-1 (обратный ход);
* измерение напряжения сдвига / эффективной вязкости при скорости сдвига 500 с-1 в течение 600 секунд (кривые динамической стабильности).

1. Условная вязкость, с) определяется на вискозиметрах типа ВБР-1, который состоит из мерной кружки и стандартизированной воронки (вискозиметр Энглера), по времени истечения из воронки определенного объема обратной эмульсии.

*Порядок измерения следующий:*

* Подготовить воронку вискозиметра и мерную кружку;
* Закрыть отверстие и налить в воронку через сетку испытуемую обратную эмульсию;
* Подставить мерную кружку под трубку вискозиметра и открыть отверстие трубки, одновременно включив секундомер;
* В момент заполнения кружки раствором до краев остановить секундомер, закрыть отверстие трубки и отметить показания секундомера;
* Периодически необходимо производить проверку водного числа вискозиметра. Время истечения 500 см3 чистой пресной (дистиллированной) воды при температуре (205) °C должно быть равным 15 с. Если значение будет больше 15 с, то трубку вискозиметра надо прочистить, если меньше - вискозиметр следует заменить.

**Расчет результатов измерений**

1. После проведения реологических измерений и получения кривых течения обратной эмульсии определяются реологические модели и рассчитываются реологические показатели.

Определение реологических моделейпроводится математической обработкой полученных кривых течения (зависимостей напряжения сдвига от скорости сдвига) припомощи программного обеспечения реометра. В ходе вычислений для каждого раствора водонефтяной эмульсии подбирается наиболее соответствующая модель из следующих трех известных:

* модель Оствальда 
* модель Шведова-Бингама 
* модель Гершеля-Балкли 

и затем рассчитываются необходимые реологические параметры.

1. Условная (относительная) вязкость показывает отношение вязкости данной жидкости к вязкости воды при 20 °C и выражается в градусах условной вязкости и обозначается ВУt, где - температура при которой производится определение. ˚ВУt – это отношение времени истечения определенного объема данной жидкости из стандартизированной воронки (вискозиметр Энглера) ко времени истечения такого же объема воды   
   при 20 °C.
2. ФОРМА ПРОТОКОЛА ГРАВИМЕТРИЧЕСКИХ ИСПЫТАНИЙ

Обозначение ингибитора(маркировка)

Марка стали образцов

Продолжительность испытания, ч

Температура, °C

Состав водной фазы:

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Месторождение, место отбора пробы** | **рН** | **Содержание ионов И ГАЗОВ, мг/дм3** | | | | | | | | | **Суммарная минерали-зация,**  **мг/дм3** |
|  |  |  |  |  |  |  | ***СО2*** | ***Н2S*** |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |

Характеристика нефти (месторождение, место отбора пробы)

Соотношение нефть/вода

Результаты визуального осмотра образцов после испытаний (наличие и цвет продуктов коррозии, характер коррозии)

Результаты испытаний:

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Номер образца** | **Площадь образца S, м2** | **Масса образца, г** | | **Коррозионные потери** | | **Скорость коррозии,** |
| **до испытания, M0** | **после удаления продуктов коррозии, M1** | **образца**  **ΔM = M0 – M1** | **на единицу площади**  **ΔM/S** |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| **Концентрация ингибитора, мг/л** | **Скорость коррозии (V), г·м-2·ч-1** | | | | | | | |
| **в неингибированной среде** | | | | **в ингибированной среде** | | | |
| **V01** | **V02** | **V03** | **V0ср** | **V1** | **V2** | **V3** | **Vcр** |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |  |  |  |

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ В СОЛЯХ МАССОВОЙ ДОЛИ НЕРАСТВОРИМЫХ В ВОДЕ ВЕЩЕСТВ

Данное требование обеспечивает получение количественной информации по массовой доле нерастворимых в воде веществ в солях, используемых для приготовления растворов глушения и ремонтно-технологических жидкостей.

**Оборудование. Реагенты. Материалы:**

1. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.
2. Колба коническая К 1(2)-250-2 по ГОСТ 1770.
3. Цилиндр мерный 1-250 по ГОСТ 1770.
4. Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.
5. Тигель фильтрующий ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по [ГОСТ 25336](consultantplus://offline/ref=7F8771400D4DDF57432E8B691E57C8B94700CBEFD50FCE566D79BET6WFJ).
6. Термостат или водяная баня с терморегулятором, обеспечивающие температуру в рабочем объеме от плюс 20 до плюс 90 °C с допустимой погрешностью ±2 °C.
7. Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру 100 – 200 °C и регулирование температуры с погрешностью не более 5 °C.
8. Термометр по ГОСТ 400.
9. Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка измерений**

50 г испытуемой соли взвешивают с погрешностью не более 0,01 г (m1), помещают в стакан вместимостью 250-300 см3 и растворяют при нагревании в 150 см3 дистиллированной воды.

**Проведение измерений**

Стакан с приготовленным раствором накрывают часовым стеклом и выдерживают в течение 1 часа на водяной бане при температуре не ниже 80 °C. Затем раствор фильтруют через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г (m2). Остаток на фильтре промывают 150 см3 (и более при необходимости) дистиллированной воды и сушат в сушильном шкафу при температуре 105÷110 °C до постоянной массы, определенной с точностью до 0,0002 г (m3).

**Расчет результатов измерений**

Массовую долю не растворимых в воде веществ (Х) определяют по формуле:



m1 – масса испытуемой соли, г;

m2 – масса фильтрующего тигля, г;

m3 – масса фильтрующего тигля с осадком, г.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных (последовательных) определений, допускаемое относительное расхождение между которыми при доверительной вероятности Р=0,95 не должно превышать 10 %.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ В СОЛЯХ МАССОВОЙ ДОЛИ ИОНОВ ЩЕЛОЧНОЗЕМЕЛЬНЫХ МЕТАЛЛОВ

Данное требование обеспечивает получение количественной информации по массовой доле ионов щелочноземельных металлов (в пересчете на ионы кальция) в солях, используемых для приготовления растворов глушения и ремонтно-технологических жидкостей.

Информация необходима для прогноза возникновения риска отложения солей (кальцит, доломит, барит и др.) и принятия превентивных мер для его минимизации. Полученное значение не должно превышать, указанное в технической документации на реагенты.

Отбор проб производится аналогично разделу 1 настоящего Приложения.

**Оборудование. Реагенты. Материалы**

1. Цилиндр мерный 1-250 по ГОСТ 1770.
2. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.
3. Натрий гидроокись по ГОСТ 4328, 4 %-ный раствор, свежеприготовленный.
4. Мурексид, индикаторная смесь с хлористым натрием.
5. Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.
6. Аммиак водный раствор по ГОСТ 9-92.
7. Натрий хлористый марки «чда» или «хч» по ГОСТ 4233.
8. Динатрий этилендиаминтетраацетат 2-водный по ГОСТ 10652, раствор с концентрацией с (Na2ЭДТА) = 0,1 моль/дм3 (0,1 н.), готовят по ГОСТ 10398.
9. Колба коническая вместимостью 250 см3, 500 см3 по ГОСТ 25336.
10. Пипетка вместимостью 20 см3 по ГОСТ 29227.
11. Цилиндр мерный 1-100 по ГОСТ 1770.
12. Воронка диаметром 9-10 см по ГОСТ 25336.
13. Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147.
14. Бюретка вместимостью 25 см3 1 или 2 класса точности по ГОСТ 29251.
15. Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.
16. Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка измерений**

Буферный раствор готовят следующим образом: 70 г хлористого аммония растворяют в 250 см3 воды, прибавляют 250 см3 раствора аммиака и затем доводят объем раствора дистиллированной водой до 1000 см3.

Индикаторная смесь готовится следующим образом: 2 г мурексида и 98 г хлористого натрия взвешенные с точностью до 0,1 г, смешивают в фарфоровой ступке и растирают до получения однородной массы. Смесь пересыпают в склянку и хранят с плотно закрытой крышкой.

**Проведение измерений**

Навеску (2,3 ± 0,1) г контрольного образца соли взвешивают на весах с погрешностью не более ± 0,0002 г, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см3, растворяют в дистиллированной воде. Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

В коническую колбу вместимостью 250-300 см3 помещают с помощью пипетки 10 см3 раствора соли, 100 см3 дистиллированной воды, 5 см3 буферного раствора, 0,1 г индикаторной смеси мурексид. Перемешивают и титруют из бюретки 0,1 н. раствором (Na2ЭДТА) = 0,1 моль/дм3 (0,1 н.) до перехода оранжевой окраски раствора в сине-фиолетовую.

**Расчет результатов измерений**

Массовую долю ионов щелочноземельных металлов (в пересчете на ионы кальция) в процентах (Х1, %) вычисляют по формуле:



где:

V – объем раствора Na2ЭДТА = 0,1 моль/дм3 концентрации точно 0,1 моль/дм3, израсходованный на титрование контрольного раствора, см3;

m – навеска образца соли, г;

0,0020039 – масса иона кальция, соответствующая 1 см3 раствора (Na2ЭДТА) = 0,1 моль/дм3 концентрации точно 0,1 моль/дм3 (0,1 н.), г.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных (последовательных) определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности Р=0,95 не должно превышать 5 %.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСХОДНОЙ НОРМЫ СОЛИ

Данное требование обеспечивает получение количественной информации по массовому расходу солей, для достижения максимальной плотности растворов глушения и ремонтно-технологических жидкостей в промысловых условиях. Насыщение раствора на 90 % от максимальной обеспечивает получение недонасыщенных, но стабильных растворов, что, как правило, реализуется в промысловых условиях получения растворов на солерастворных узлах.

**Оборудование. Реагенты. Материалы**

1. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.
2. Колба коническая К 1(2)-250-2 по ГОСТ 1770.
3. Цилиндр мерный 1-250 по ГОСТ 1770.
4. Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.
5. Ареометр стеклянный по ГОСТ 18481.
6. Термометр для измерения температуры от 0 до 50 °C с ценой деления 0,1 °C.
7. Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.
8. Мешалка магнитная.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка измерений**

**Приготовить три недонасыщенных раствора испытуемой соли**

Для этого в пустую, сухую коническую колбу поместить (200 ± 5) г дистиллированной воды, взвешенной на лабораторных весах с точностью до 0,05 г (mв1). В эту же колбу поместить (20 ± 2) г соли, взвешенных на лабораторных весах с точностью до 0,05 г (mс1).

Приготовить второй раствор по описанной выше процедуре, используя (200 ± 5) г дистиллированной воды, взвешенной на лабораторных весах с точностью до 0,05 г (mв2) и (30 ± 5) г соли, взвешенных на лабораторных весах с точностью до 0,05 г (mс2).

Приготовить третий раствор по описанной выше процедуре, используя (200 ± 5) г дистиллированной воды, взвешенной на лабораторных весах с точностью до 0,05 г (mв3) и (50 ± 15) г соли, взвешенных на лабораторных весах с точностью до 0,05 г (mс3).

Полностью растворить соль и довести температуру содержимого колб до (20 ± 0,5) 0С. Если растворы получаются мутные – рекомендуется отстоять или отфильтровать взвесь.

**Приготовление насыщенного раствора соли**

Поместить в колбу (200 ± 20) г дистиллированной воды и избыточное количество соли. Нагреть содержимое колбы до 30-50 °C и поставить для растворения на магнитную мешалку. В случае полного растворения добавить еще 5-10 г соли. На дне колбы при этом должно находиться 5-10 г не растворившейся соли. После 30 минут перемешивания нагретого раствора с избытком соли охладить раствор до (20±0,5) °C при постоянном перемешивании. Раствор декантировать.

**Проведение измерений**

**Определение плотности растворов ареометром**

Налить раствор в объеме 150-200 см3 в колбу с крышкой и термостатировать при температуре 20 0С в течение 15 минут. Налить раствор в стеклянный цилиндр. Проверить чистоту поверхности ареометра и при необходимости вытереть бумажной салфеткой. Погрузить ареометр в цилиндр с раствором и резким вращением на 900 удалить пузыри воздуха с его поверхности. Установив стационарное положение ареометра снять показания со шкалы. Плотность раствора определяют по шкале ареометра.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных (последовательных) определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности Р=0,95 не должно превышать 20 г/см3.

**Расчет результатов измерений**

**Расчет расхода соли (Ri, кг/м3)** для приготовления трех недонасыщенных растворов проводят по формуле:



где:

ρi – замеренная плотность *i*-го раствора, кг/м3;

mc*i* – масса соли, взятая для приготовления *i*-го раствора с плотностью ρi, г;

mв*i* – масса воды, взятая для приготовления *i*-го раствора с плотностью ρi, г.

**Расчет уравнения растворимости соли (Ri)** проводят методом наименьших квадратов, строя диаграмму в координатах:

* по оси абсцисс – плотность *i*-го раствора в кг/м3,
* по оси ординат – расход соли (R*i*) для приготовления *i*-го раствора с плотностью ρi в кг/м3;



где:

R*i* – расход соли, для приготовления *i*-го раствора;

ρi – плотность *i*-го раствора, кг/м3;

a и b – коэффициенты линейной регрессии.

**Определение содержания соли в насыщенном растворе** **соли (Rнас.)** проводят расчетным методом по уравнению линейной регрессии, подставляя в него плотность насыщенного раствора.



где:

R*нас* – расход соли, для приготовления насыщенного раствора;

ρ*нас* – плотность насыщенного раствора, кг/м3;

a и b – коэффициенты линейной регрессии, определенные выше.

**Определение содержания соли в растворе** **насыщенном на 90 %(R0,9)** соли проводят расчетным методом умножая на коэффициент 0,9 содержание соли в насыщенном растворе соли (Rнас.):



где:

R*0,9* - расход соли, для приготовления раствора с содержанием соли 90% от насыщенного;

R*нас* - расход соли, для приготовления насыщенного раствора.

**Приготовить раствор испытуемой соли с содержанием соли 90% от максимальной**

Для этого в пустую, сухую коническую колбу поместить одну десятую от R0,9 г соли, взвешенной на лабораторных весах с точностью до 0,05 г. В эту же колбу поместить одну десятую от разницы (ρ0,9 **-** R0,9) г дистиллированной воды, взвешенной на лабораторных весах с точностью до 0,05 г. Полностью растворить соль и довести температуру содержимого колбы до (20 ± 0,5) °C. Измерить плотность раствора соли, насыщенного на 90 %(ρ0,9).

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПОМУТНЕНИЯ И ТЕМПЕРАТУРЫ ЗАМЕРЗАНИЯ РАСТВОРА ГЛУШЕНИЯ

Данное требование обеспечивает получение количественной информации по температуре начала кристаллизации соли из раствора и температуре замерзания раствора с содержанием соли 90% от максимальной. Соответствие температуры начала кристаллизации допустимой нижней границе охлаждения раствора при хранении и транспортировке в зимний период времени обеспечивает стабильность растворов по плотности, сохранность оборудования и является необходимым требованием к растворам и солям глушения. Нижняя температурная граница охлаждения раствора при хранении и транспортировке устанавливается потребителем или принимается не выше минус 15°C. Насыщение раствора на 90 % от максимальной, как правило, реализуется в промысловых условиях получения растворов на солерастворных узлах.

**Оборудование. Реагенты. Материалы**

1. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.
2. Колба коническая К 1(2)-250-2 по ГОСТ 1770.
3. Цилиндр мерный 1-250 по ГОСТ 1770.
4. Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.
5. Криостат.
6. Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.
7. Пробирка по ГОСТ 25336.
8. Термометр любого типа для измерения температуры охлажденной смеси с ценой деления шкалы 1 °C.
9. Мешалка магнитная.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка измерений**

Необходимо приготовить раствор испытуемой соли с содержанием соли 90% от максимальной. Приготовление раствора провести согласно разделу 38 настоящего Приложения. Поместить раствор соли в стеклянную пробирку. В пробирку опустить термометр так, чтобы он не касался дна. В пробирку опустить проволоку с кольцом, которое позволяет ему (кольцу) перемещаться вверх и вниз между стенкой пробирки и термометром.

**Определение температуры начала кристаллизации (помутнения) раствора**

Пробирку с раствором соли и термометром поместить в криостат. Следить за прозрачностью раствора, периодически перемещая проволоку с кольцом вверх и вниз по раствору. При появлении признаков помутнения раствора зафиксировать температуру начала кристаллизации (помутнения) раствора по термометру.

**Определение температуры замерзания раствора**

Пробирку с раствором соли и термометром поместить в криостат. Охлаждать раствор, периодически перемещая проволоку с кольцом вверх и вниз по раствору. При невозможности двигать проволоку с кольцом вверх и вниз по раствору зафиксировать температуру замерзания раствора по термометру. При невозможности достичь температуры замерзания раствора зафиксировать минимальную температуру, при которой раствор оставался жидким. В результатах анализа указать температуру замерзания – ниже минимально замеренной.

**Расчет результатов измерений**

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных (последовательных) определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности Р=0,95 не должно превышать 2 °C.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СЛЕЖИВАЕМОСТИ СОЛИ

Данное требование обеспечивает получение качественной информации о склонности товарной формы соли к слеживанию, образованию кусков и глыб в тарной упаковке при хранении. Слеживаемость соли можно уменьшить за счет производства в гранулированном виде с минимальным содержанием влаги, повышенной прочности гранул, защиты от поглощения влаги из воздуха при хранении и транспортировке.

**Оборудование. Реагенты. Материалы**

1. Цилиндр мерный 1-250 по ГОСТ 1770.
2. Шкаф сушильный с терморегулятором, регулирование температуры с погрешностью не более 5 °C.
3. Криостат или холодильная камера с температурой минус 10 °C.
4. Термометр любого типа для измерения температуры с ценой деления шкалы 1 °C, например, марки ТЛ.
5. Ступка фарфоровая по ГОСТ 9147.
6. Поднос пластиковый или стальной.
7. Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка измерений**

Необходимо отобрать однородный образец соли, дезинтегрировать образец (разрушить комки), раздавливая комки в фарфоровой ступке, но не растирая. Добиться однородного измельченного состояния соли. В мерный цилиндр объемом 250 см3 насыпать соль до отметки 200 см3, утрамбовать, постукивая цилиндр о стол в вертикальном положении. При утрамбовывании соли следует досыпать соль в цилиндр и повторить.

**Проведение измерений**

Цилиндр с утрамбованной солью закрыть пробкой, поместить в сушильный шкаф с температурой 35 °C на 2 часа. Дать остыть цилиндру до комнатной температуры, после чего поместить цилиндр с солью в криостат или холодильную камеру с температурой минус 10 °C на 2 часа. Довести цилиндр с солью до комнатной температуры в течение 2 часов. Открыть цилиндр и высыпать содержимое в полиэтиленовый мешок, сбросить мешок на твердую ровную горизонтальную поверхность с высоты 1 метр. Высыпать содержимое мешка на поднос и зафиксировать наличие комков и агломератов.

**Результаты измерений**

При наличии комков размером свыше 1 см в диаметре – указать в качестве результата теста «склонен к слеживанию».

При наличии комков размером менее 1 см в диаметре или их полном отсутствии – указать в качестве результата теста «не склонен к слеживанию».

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОВМЕСТИМОСТИ РАСТВОРА СОЛИ С СОЛЯНОЙ КИСЛОТОЙ, С ГЛИНОКИСЛОТОЙ, С СОЛЯМИ ПОПУТНО-ДОБЫВАЕМЫХ ВОД

Данное требование обеспечивает получение качественной информации по совместимости растворов солей с соляной кислотой, с глинокислотой, с солями попутно-добываемых вод и прогноза рисков, возникающих при использовании растворов солей при добыче и в технологиях подземного ремонта скважин.

**Оборудование. Реагенты. Материалы**

1. Бутылки пластиковые или стеклянные объемом 300-500 см3 с пробкой – 20 шт.
2. Мерный цилиндр объемом 250 см3 по ГОСТ 1770 – 4 шт.
3. Термостат или водяная баня с терморегулятором, обеспечивающие температуру в рабочем объеме от плюс 20 до плюс 90 °C с допустимой погрешностью ± 2 °C.
4. Термометр со шкалой до 150 °C.
5. Стаканчики для взвешивания (бюксы) по ГОСТ 25336 – 2 шт.
6. Колба коническая К 1(2)-250-2 по ГОСТ 1770.
7. Сита 100 меш (0,149 мм).
8. Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.
9. Кислота соляная ингибированная, 12%-ная.
10. Глинокислота - смесь кислот: плавиковой кислоты (с массовым содержанием фтористого водорода 3%) и соляной кислоты, с массовым содержанием хлористого водорода 12%.
11. Натрий углекислый, по ГОСТ 83-79.
12. Кальций хлористый по ГОСТ 450.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка измерений**

**Приготовление модели пластовой воды**

В сухую коническую колбу помещают сухие соли в количестве необходимом для моделирования состава пластовой воды, растворяют в 90 см3 воды дистиллированной, перемещают в мерный цилиндр на 100 см3 и доводят до метки.

**Приготовление раствора испытуемой соли**

Смешать 250 см3 раствора испытуемой соли, приготовленного согласно разделу 36 настоящего Приложения и 250 см3 дистиллированной воды, отмеренных мерным цилиндром.

**Проведение измерений**

**Определение совместимости раствора соли с соляной кислотой**

Смешать в конической колбе 50 см3 раствора испытуемой соли и 50 см3 соляной кислоты, отмеренных мерным цилиндром. Колбу неплотно закрыть крышкой и выдержать в течение 2 часов на водяной бане при 80 °C. После чего раствор довести до комнатной температуры и выдержать 2 часа.

**Определение совместимости раствора соли с глинокислотой**

Смешать в конической пластиковой колбе 50 см3 раствора испытуемой соли и 50 см3 глинокислоты, отмеренных мерным цилиндром. Колбу неплотно закрыть крышкой и выдержать в течение 2 часов на водяной бане при 80 °C. После чего раствор довести до комнатной температуры и выдержать 2 часа.

**Определение совместимости раствора соли с моделью пластовой воды**

Смешать в конической колбе 50 см3 раствора испытуемой соли и 50 см3 раствора модели пластовой воды, отмеренных мерным цилиндром. Колбу неплотно закрыть крышкой и выдержать в течение 2 часов на водяной бане при 80 °C. После чего раствор довести до комнатной температуры и выдержать 2 часа.

**Обработка результатов измерений**

Испытуемая соль считается совместимой, если после процедуры теста не наблюдалось ни одного из явлений:

* выделения газа,
* выделения осадка или помутнения раствора,
* изменения цвета раствора.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ В СОЛЯХ

Данное требование обеспечивает получение количественной информации по массовой доле влаги (влажности) солей и оценку рисков слеживаемости и комкования солей при их хранении.

**Оборудование. Реагенты. Материалы**

1. Тигель фарфоровый по ГОСТ 9147.

2. Эксикатор по ГОСТ 25336.

3. Щипцы тигельные.

4. Шкаф сушильный с термометром любой марки.

5. Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Проведение измерений**

Навеску около (5 ± 0,0002) г испытуемой соли взвешивают в фарфоровом тигле, предварительно высушенном и доведенном до постоянного веса. После чего тигель с навеской помещают в сушильный шкаф, сушат при температуре 105 °C. Затем охлаждают в эксикаторе над хлористым кальцием и взвешивают до постоянной массы с точностью до ± 0,0002 г.

**Обработка результатов измерений**

Массовую долю влаги в процентах (Х2) вычисляют по формуле:



где:

m2 – масса тигля с навеской соли до высушивания, г;

m1 – масса тигля с навеской соли после высушивания, г;

m – масса навески соли, г.

Метрологические характеристики метода измерений

массовой доли влаги в процентах

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Диапазон измерения массовой доли влаги base_32876_2355_32776 | Предел повторяемости (абсолютное допускаемое расхождение результатов двух единичных измерений при P = 0,95)  r | Предел воспроизводимости (абсолютное допускаемое расхождение результатов двух измерений, полученных в разных лабораториях, при P = 0,95)  R | Показатель точности (границы абсолютной погрешности при P = 0,95)  base_32876_2355_32777 |
| От 0,05 до 0,20 включ. | 0,03 | 0,04 | 0,02 |
| Св. 0,20 " 1,00 " | 0,10 | 0,12 | 0,08 |
| " 1,00 " 5,00 " | 0,20 | 0,30 | 0,20 |
| *Примечания:*  1 Диапазоны и показатели точности измерения влаги соответствуют ее нормируемым значениям по [ГОСТ Р 51574](consultantplus://offline/ref=B6ECFDECA2801B1DEC10C91ECC7FB47CEA036A5A8325E6A225713F1FCACC1DF4628CE55201E50EF0A30E5260f8J).  2 При превышении предела повторяемости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов единичных измерений и установления окончательного результата согласно ГОСТ Р ИСО 5725-6 [(раздел 5)](consultantplus://offline/ref=B6ECFDECA2801B1DEC10D51ED07FB47CE2046A598078ECAA7C7D3D18C59318F3738CE55B1FE40FE8AA5A0245B12957BD4AE65C894C0B1C61f2J). | | | |

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОВМЕСТИМОСТИ РЕАГЕНТОВ – ЗАГУСТИТЕЛЕЙ С ВОДНО-СОЛЕВЫМИ ОСНОВАМИ

Назначение реагентов – загущение водно-солевых растворов для придания им вязко-упругих свойств, стабилизации взвешенных частиц (твердой фазы).

В качестве реагентов для загущения воды и водно-солевых растворов используются комплексы ПАВ или водорастворимые полимеры, обладающие солевой устойчивостью, термосолевой стабильностью, способностью стабилизировать суспензии твердых частиц, в том числе при повышенных (пластовых) температурах.

Реагенты загустители используются для создания вязко-упругих растворов, загущенных водно-солевых растворов, стабилизированных суспензий твердых частиц, блокирующих жидкостей глушения.

Основные требования к свойствам реагентов данного класса:

* способность загущать раствор галита (хлорида натрия) плотностью 1,18 г/см3;
* способность загущать раствор хлористого кальция плотностью 1,35 г/см3;
* способность загущать раствор нитрата-хлорида кальция плотностью 1,48 г/см3;
* стабильность суспензии твердой фазы (микрокальцит, галлит) в загущенных растворах при пластовой температуре.

**Аппаратура и оборудование**

* Весы лабораторные по ГОСТ Р 53228, 3-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 500 г.
* Стаканы химические по ГОСТ 25336 вместимостью 250 см3.
* Мерный цилиндр объемом 100 см3 по ГОСТ 1770.
* Ареометр стеклянный по ГОСТ 18481.
* Сито с размером ячейки 1 мм.
* Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента» по ГОСТ 12026.
* Термостат или водяная баня с терморегулятором, обеспечивающие температуру в рабочем объеме от плюс 25 до плюс 90 °C с допустимой погрешностью ±2 °C.
* Термометр для измерения температуры от 0 до 50 °C с ценой деления 0,1 °C.
* Мешалка магнитная.

**Реагенты**

* Соль выварочная или натрий хлористый по ГОСТ 4233.
* Кальций хлористый безводный по ГОСТ 450.
* Нитрат кальция 4-водный (Триасалт-СТ по ТУ 2149-051-32496445).
* Ниткал (нитрат кальция-аммония гранулированный).
* Селитра кальциевая по ТУ У6-13441912.004.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка к испытанию**

**[Приготовление раствора хлористого натрия плотностью 1,18 г/см](#NaCl)[3](#NaCl)**

Растворить в стаканчике навеску хлористого натрия массой 56,6 грамма, взвешенного с точностью ±0,1 грамм в 179,4 граммах воды, взвешенных с точностью ±0,1 грамм. Плотность полученного раствора проверяется ареометром. В случае превышения значения плотности от заданного, раствор разбавляется пресной водой. После полного растворения соли раствор очищается отстаиванием или фильтрованием через фильтр «белая лента».

**Приготовление раствора хлористого кальция плотностью 1,35 г/см3**

Растворить в стаканчике навеску хлористого кальция массой 102 грамма, взвешенного с точностью ±0,1 грамм в 168 граммах воды, взвешенных с точностью ±0,1 грамм. Плотность полученного раствора проверяется ареометром. В случае превышения значения плотности от заданного, раствор разбавляется пресной водой. После полного растворения соли раствор очищается отстаиванием или фильтрованием через фильтр «белая лента».

**Приготовление раствора хлорида-нитрата кальция плотностью 1,48 г/см3**

Раствор плотностью 1,48 г/см3 готовится одним из трех способов (А, Б, В).

А. Растворить в стаканчике навески хлористого кальция массой 94 грамм и Триасалта-СТ (кальция азотнокислого, 4-водного) массой 75,4 грамм, взвешенных с точностью ±0,1 грамм в 126,6 граммах воды, взвешенных с точностью ±0,1 грамм. Плотность полученного раствора проверяется ареометром. В случае превышения значения плотности от заданного, раствор разбавляется пресной водой.

После полного растворения соли раствор очищается отстаиванием или фильтрованием через фильтр «белая лента».

Б. Растворить в стаканчике навески хлористого кальция массой 94 грамм и «Ниткала» (кальций-аммоний азотнокислый, гранулированный) массой 64,6 грамм, взвешенных с точностью ±0,1 грамм в 137,4 граммах воды, взвешенных с точностью ±0,1 грамм. Плотность полученного раствора проверяется ареометром. В случае превышения значения плотности от заданного, раствор разбавляется пресной водой. После полного растворения соли раствор очищается отстаиванием или фильтрованием через фильтр «белая лента».

В. Растворить в стаканчике навески хлористого кальция массой 94 грамм и «Селитры кальциевой» (кальций азотнокислый, гранулированный) массой 54,3 грамм, взвешенных с точностью ±0,1 грамм в 147,7 граммах воды, взвешенных с точностью ±0,1 грамм. Плотность полученного раствора проверяется ареометром. В случае превышения значения плотности от заданного, раствор разбавляется пресной водой. После полного растворения соли раствор очищается отстаиванием или фильтрованием через фильтр «белая лента».

**Проведение испытания**

**Тест на совместимость реагента с водно-солевой основой**

В рамках оценки совместимости загустителя с водно-солевой основой проверяют способность реагента к неограниченному набуханию в водно-солевом растворе заданной плотности с образованием однородного загущенного раствора. В случае ограниченного набухания с последующим расслоением раствора фиксируется не совместимость реагента с водно-солевым раствором.

Для проверки совместимости 200 см3 водно-солевого раствора помещается в стеклянный (пластиковый) стакан. При интенсивном перемешивании водно-солевого раствора магнитной (механической) мешалкой со скоростью 450-500 об/мин навеска 2,20±0,01 г реагента (или иная, если имеется указание на расходную норму реагента) медленно высыпается по стенке образующейся при перемешивании воронки. Раствор перемешивается с максимальной интенсивностью до появления признаков загущения (ориентировочное время 5-60 минут). При появлении признаков загущения (закрытие воронки, затрудненное перемешивание) число оборотов мешалки снижается до умеренного (40-60 об/мин.). Перемешивание продолжается до исчезновения видимых частиц реагента - визуально однородного состояния раствора (Рисунок 3). Ориентировочное время полного растворения составляет 2-5 часов.

При отсутствии признаков загущения по истечении 300 мин делается вывод о несовместимости данного образца реагента-загустителя с водно-солевым раствором (Рисунок 4).

Рис. 3 Реагент совместим с основой Рис. 4 Реагент несовместим с основой

1. ТЕСТ НА НАЛИЧИЕ ГЕЛЕВЫХ ДЕФЕКТОВ В ЗАГУЩЕННОМ РАСТВОРЕ

Тест проводится с раствором реагента-загустителя, совместимого с водно-солевой основой согласно разделу 36 настоящего Приложения.

100 см3 загущенного раствора (по разделу 36 настоящего Приложения) помещается на сито с размером ячейки 1 мм и промывается теплой водой. Фиксируется наличие частиц нерастворенного реагента-загустителя (Рисунок 5) на сите после промывки либо их отсутствие (Рисунок 6).

Рис. 5 Частицы реагента на сите. Рис. 6 Отсутствие частиц реагента

1. ТЕСТ НА СЕДИМЕНТАЦИОННУЮ УСТОЙЧИВОСТЬ СУСПЕНЗИИ ТВЕРДОЙ ФАЗЫ В ЗАГУЩЕННОМ РАСТВОРЕ

В мерный цилиндр на 100 см3 вносится 95 см3 загущенного согласно разделу 36 настоящего Приложения раствора и 11 грамм натрия хлористого или пищевой соли выварочной, взвешенных с точностью до ±0,1 грамм. Смесь (суспензия) перемешивается на мешалке до однородного состояния.

Суспензия помещается в термостат или водяную баню с пластовой температурой и выдерживается в течение 24 часов (три рабочих дня циклами по 8 часов).

Фиксируется степень осаждения твердой фазы – полное/частичное/отсутствует. При отсутствии осаждения твердой фазы суспензия считается устойчивой (Рисунок 7), в противном случае суспензия считается неустойчивой (Рисунок 8).

Рис. 7 Расслоения нет Рис. 8 Расслоение полное

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРЕННОГО КИСЛОРОДА В ВОДЕ

Содержание растворенного кислорода определяется колориметрическим методом с использованием эталонов CHEMets (индикатор – индиго-кармин) согласно ASTM D 888. Метод основан на реакции восстановленной формы индиго-кармина с растворенным кислородом с образованием продукта синего или розового цвета. Длина поглощаемой электромагнитной волны зависит от концентрации кислорода в образце воды. На результаты данного метода не влияют температура, минерализация и наличие прочих растворенных газов. Данный метод является быстрым и точным способом определения содержания растворенного в воде кислорода. Эталон-ампулы CHEMets позволяют обнаружить растворенный кислород вплоть до 1 мкг/л.

В течение 10 секунд из пробоотборника сливается вода, чтобы избежать попадания загрязнений в анализируемую пробу. Затем носик пробоотборника погружается в мерный стакан объемом не менее 0,5 литра на самое дно. Во время заполнения мерного стакана в воде не должно быть пузырьков воздуха во избежания насыщения пробы атмосферным кислородом. После этого ампулу с индикатором погружают в стакан и ломают ее острый конец (определение осуществляется в потоке). Ампула наполнится анализируемой жидкостью, при этом образуется небольшой пузырек воздуха, который необходимо перемещать по объему пробы (переворачиванием ампулы) для обеспечения постоянного перемешивания содержимого. Затем по изменению окраски жидкости в ампуле, путем сравнения с цветом эталона, определяется содержание растворенного кислорода в воде. Эталонная шкала представляет собой набор эталонных проб с фиксированным цветом (от бледно-розового до темно-синего) и позвsоляющая проводить сравнительное определение растворенного кислорода от 1 до 12 мг/л.

Допускается применение иных аттестованных методов определения кислорода.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ДЕЙСТВИЯ ТВЕРДЫХ ИНГИБИТОРОВ СОЛЕОТЛОЖЕНИЙ

**Отбор и подготовка пробы твердого ИС.**

Согласно раздела 1 настоящего Приложения или методике, указанной в ТУ.

**Приготовление раствора ингибитора**

1 грамм твердого ИС растворяют в небольшом количестве (не более 450 см3) дистиллированной воды с последующим доведением объема раствора до 500 мл в мерной колбе. В 1 мл раствора содержится 2 мг твердого ИС.

Допускается нагреть дистиллированную воду (не выше температуры 80 °C) для обеспечения полной растворимости твердого ИС.

При не полной растворимости твердого ИСО в дистиллированной воде рекомендуется растворить навеску твердого ИС в 50 см3 тетрагидрофурана и довести до объема 500 см3 дистиллированной водой.

Подготовку растворов и проведение измерений проводят согласно раздела 2 настоящего Приложения.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ ТОВАРНОЙ ФОРМЫ ТВЕРДОГО ИНГИБИТОРА СОЛЕОТЛОЖЕНИЙ В МОДЕЛИ ПЛАСТОВОЙ ВОДЫ

Методика определения растворимости товарной формы твердого ИС заключается в определении массовой доли вещества перешедшего в модельный раствор воды из товарной формы ингибитора солеотложения за определенное фиксированное время (6 часов) в статических условиях.

Данное требование обеспечивает получение количественной информации по массовой доле твердого ИС растворимого в модели пластовой воды за 6 часов при пластовой температуре.

**Оборудование. Реагенты. Материалы:**

* Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.
* Колба коническая К 1(2)-250-2 по ГОСТ 1770.
* Цилиндр мерный 1-250 по ГОСТ 1770.
* Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.
* Воронка Шотта, пористость 100 по ГОСТ 25336-82.
* Тигель фильтрующий ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по [ГОСТ 25336](consultantplus://offline/ref=7F8771400D4DDF57432E8B691E57C8B94700CBEFD50FCE566D79BET6WFJ).
* Термостат или водяная баня с терморегулятором, обеспечивающие температуру в рабочем объеме от плюс 20 до плюс 90 °C с допустимой погрешностью ±2 °C.
* Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру 100 – 200 °C и регулирование температуры с погрешностью не более 5 °C.
* Термометр по ГОСТ 400.
* Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг, ГОСТ Р 53228.
* Цилиндры мерные 11(3)-100, 1(3)-500, 1(3).-1000, ГОСТ 1770.
* Колбы конические Кн-2-250 ХС, Кн-2-500 ХС.
* Химический стакан В-1-400 ТС по ГОСТ 25336-82.
* Натрия хлорид, ГОСТ 4233.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка измерений**

Модель пластовой воды (МПВ) готовят растворением навески хлорида натрия, взвешенной с точностью 0,1 мг в 500 см3 дистиллированной воды, отмеренной мерным цилиндром. Масса навески хлорида натрия определяется общим солесодержанием пластовой воды объекта испытания.

**Проведение измерений**

В химический стакан емкостью 400 см3 вносится навеска твердого ИС (30±0,01) г и заливается 300 см3 МПВ. Далее в течение 20 минут выдерживается в растворе при температуре соответствующей температуре пласта, затем отфильтровывается на воронке Шотта через фильтровальную бумагу. Осадок твердого ИС высушивается в сушильном шкафу до постоянной массы *m*1. Высушенный твердый ИС вновь помещается в химический стакан, заливается 300 см3 МПВ, накрывается часовым стеклом и выдерживается в течении 6 часов при пластовой температуре. Не растворившуюся часть твердого ИС отфильтровывается через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г (*m*2) и высушивается в сушильном шкафу при температуре 105÷110 0С до постоянной массы (но не более 2 часов), определенной с точностью до 0,0002 г (*m*3),

**Расчет результатов измерений**

Растворимость твердого ИС в модельной пластовой воде в статических условиях за 6 часов (Х, % массовых) определяют по формуле:



где:

*m*1 – масса испытуемого твердого ИС, г;

*m*2 – масса фильтрующего тигля, г;

*m*3 – масса фильтрующего тигля с осадком, г.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных (последовательных) определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности Р=0,95 не должно превышать 10 %.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРИМОСТИ ТОВАРНОЙ ФОРМЫ ТВЕРДОГО ИНГИБИТОРА СОЛЕОТЛОЖЕНИЙ В МОДЕЛИ НЕФТИ

Методика определения растворимости товарной формы твердого ИС заключается в определении массовой доли вещества перешедшего в модельный раствор нефти из товарной формы ингибитора солеотложения за определенное фиксированное время (6 часов) в статических условиях.

Данное требование обеспечивает получение количественной информации по массовой доле твердого ИС растворимого в модели нефти за 6 часов при пластовой температуре.

**Оборудование. Реагенты. Материалы:**

* Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.
* Цилиндр мерный 1-250 по ГОСТ 1770.
* Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.
* Тигель фильтрующий ТФ ПОР 10 или ТФ ПОР 16 по [ГОСТ 25336](consultantplus://offline/ref=7F8771400D4DDF57432E8B691E57C8B94700CBEFD50FCE566D79BET6WFJ).
* Термостат или водяная баня с терморегулятором, обеспечивающий температуру в рабочем объеме от плюс 20 до плюс 90 °C с допустимой погрешностью ±2 °C.
* Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий температуру 100 – 200 °C и регулирование температуры с погрешностью не более 5 °C.
* Термометр по ГОСТ 400.
* Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг, ГОСТ Р 53228.
* Цилиндры мерные 11(3)-100, 1(3)-500, 1(3).-1000, ГОСТ 1770.
* Колбы конические Кн-2-250 ХС, Кн-2-500 ХС.
* Химический стакан В-1-400 ТС по ГОСТ 25336-82.
* Керосин авиационный ТС-1 (или другой марки).
* Ацетон, ГОСТ 2603.
* Натрия хлорид, ГОСТ 4233.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка измерений**

В качестве МН используется керосин.

**Проведение измерений**

В химический стакан емкостью 400 см3 вносится навеска твердого ИС (30±0,1) г взвешенная с точностью до 0,0002 г и заливается 300 см3 МН, накрывается часовым стеклом и выдерживается в течение 6 часов при пластовой температуре (но не выше 90 °C). Твердый ИС отфильтровывается через фильтрующий тигель, предварительно высушенный до постоянной массы и взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г (m2), промывается ацетоном и высушивается в сушильном шкафу при температуре 105÷110 °C до постоянной массы (но не более 2 часов), определенной с точностью до 0,0002 г (m3),

**Расчет результатов измерений**

Растворимость твердого ИС в модельной нефти в статических условиях за 6 часов (Х, % массовых) определяют по формуле:



где:

*m*1 – масса испытуемого твердого ИСО, г;

*m*2 – масса фильтрующего тигля, г;

*m*3 – масса фильтрующего тигля с осадком, г.

За результат измерения принимают среднее арифметическое значение двух параллельных (последовательных) определений, допускаемое расхождение между которыми при доверительной вероятности Р=0,95 не должно превышать 10 %.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОВМЕСТИМОСТИ ТВЕРДОГО ИНГИБИТОРА СОЛЕОТЛОЖЕНИЙ С МОДЕЛЬЮ ПЛАСТОВОЙ ВОДЫ, СОЛЕВЫМИ РАСТВОРАМИ ГЛУШЕНИЯ

Методика определения совместимости твердого ИС заключается в визуальной фиксации факта образования геля, осадков, эмульсий при смешении раствора твердого ингибитора солеотложений с испытуемыми растворами.

Данное требование обеспечивает получение качественной информации по физико-химической совместимости и отсутствию рисков осложнений.

**Оборудование. Реагенты. Материалы:**

* Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.
* Стаканчик для взвешивания по ГОСТ 25336.
* Воронка Шотта, пористость 100 по ГОСТ 25336-82.
* Термостат или водяная баня с терморегулятором, обеспечивающие температуру в рабочем объеме от плюс 20 до плюс 90 °C, с допустимой погрешностью ±2 °C.
* Термометр по ГОСТ 400.
* Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг, ГОСТ Р 53228.
* Цилиндры мерные 11(3)-100, 1(3)-500, 1(3).-1000, ГОСТ 1770.
* Химический стакан В-1-400 ТС по ГОСТ 25336-82.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка измерений**

В химический стакан емкостью 400 см3 вносится навеска твердого ИСО (30±0,01) г и заливается 300 см3 дистиллированной воды. Далее в течение 20 минут выдерживается в растворе при температуре соответствующей температуре пласта (но не выше 90 °C), затем отфильтровывается на воронке Шотта через фильтровальную бумагу.

Осадок твердого ИС промывается дистиллированной водой и высушивается фильтровальной бумагой.

Высушенный твердый ИС вновь помещается в химический стакан, заливается 300 см3 дистиллированной воды, накрывается часовым стеклом и выдерживается в течении 4 часов при пластовой температуре. Раствор доводится до комнатной температуры, остатки твердого ИСО отфильтровываются через воронку Шотта с фильтровальной бумагой.

Фильтрат доводится до комнатной температуры и используется при измерениях в качестве раствора ингибитора солеотложений.

**Проведение измерений**

Измерения физико-химической совместимости проводят согласно разделу 5 настоящего Приложения используя в качестве раствора ингибитора фильтрат.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ КОРРОЗИОННОЙ АГРЕСИВНОСТИ МОДЕЛИ ДОБЫВАЕМОЙ ЖИДКОСТИ В ПРИСУТСТВИИ ТВЕРДОГО ИНГИБИТОРА СОЛЕОТЛОЖЕНИЙ

Методика определения изменения коррозионной агрессивности модели добываемой жидкости в присутствии твердого ИС заключается в определении скорости коррозии образца Ст3 в модели добываемой жидкости в отсутствии и в присутствии твердого ИС.

Данное требование обеспечивает получение количественной информации по влиянию твердого ИС на коррозионную агрессивность модели добываемой жидкости за 6 часов при пластовой температуре в динамических условиях.

**Аппаратура, реактивы и материалы**

Для проведения испытаний необходимо следующее оборудование, реактивы и материалы:

1. Весы аналитические с погрешностью измерения 0,0002 г по ГОСТ Р 53228.
2. Натрия хлорид по ГОСТ 4233;
3. Магния хлорид 6-водный по ГОСТ 4209;
4. Кальция хлорид по ГОСТ 450;
5. Натрий углекислый кислый по ГОСТ 4201;
6. Барий хлористый 2-водный по ГОСТ 4108;
7. Кальций сернокислый по ТУ 6-09-706;
8. Пипетки градуированные 4-1-1 по ГОСТ 29169;
9. Керосин авиационный ТС-1 (или другой марки);
10. Пипетки с одной меткой 2-2-5, 2-2-10, 2-2-25, 2-2-50, 2-2-100, ГОСТ 29169;
11. Колбы 2-100-2, 2-1000-2 по ГОСТ 1770;
12. Пробирки П 2-25-14/23 ХС по ГОСТ 1770 или пробирки П 2-20-14/23 ХС по ГОСТ 1770;
13. Термостат, водяная баня с терморегулятором, обеспечивающие температуру в рабочем объеме от плюс 25 до плюс 90 °C с допустимой погрешностью ±2 °C.
14. Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.
15. Ячейки для гравиметрических испытаний, обеспечивающие в течение времени испытаний стабильное поддержание и контроль параметров испытания, возможность продувки среды инертным газом с целью деаэрации и в дальнейшем насыщения сероводородом и (или) диоксидом углерода, введение ингибитора в среду, термостатирование.
16. Устройства для перемешивания испытуемой среды с варьированием скорости перемешивания.
17. Регулируемый источник диоксида углерода (блок подготовки газов БПГ-38, БПГ-37 или аналогичный прибор);
18. Диоксид углерода, ГОСТ 8050;
19. Ацетон, ГОСТ 2603;
20. Кальций хлористый обезвоженный, ТУ 6-09-4711;
21. Кислота соляная, ГОСТ 3118;
22. Эксикатор, ГОСТ 25336;
23. Бумага фильтровальная, ГОСТ 12026;
24. Пинцет;
25. Шлифовальные материалы.

Допускается применение посуды, оборудования класса точности и химических реактивов квалификации не ниже предусмотренных стандартом/нормативным документом.

**Подготовка к испытанию**

**Среды для испытаний**

В лабораторных условиях оценку защитного действия твердых ингибиторов солеотложения рекомендуется проводить в моделях пластовых вод нефтяного месторождения. Моделирование состава пластовой воды основывается на результатах химического анализа попутно-добываемых вод. При испытаниях в двухфазных средах в качестве углеводородной фазы необходимо использовать нефть, отобранную с объекта ОГ, для которого проводятся испытания. Допускается в качестве углеводородной фазы использовать керосин.

Проба нефти должна быть с содержанием воды не более 1%, содержание каких-либо химических реагентов не допускается. Срок хранения модельной среды не более 5 суток.

**Приготовление рабочего раствора попутно-добываемой воды**

Испытание следует проводить на моделях (имитатах) попутно-добываемых вод месторождений ОГ, где планируется применение химического реагента.

Модель попутно-добываемой воды готовят согласно пунктам «Приготовление раствора А» и «Приготовление раствора Б» раздела 2 настоящего Приложения.

**Приготовление раствора ингибитора**

1 грамм твердого ИС растворяют в небольшом количестве (не более 450 см3) дистиллированной воды с последующим доведением объема раствора до 500 мл в мерной колбе. В 1 мл раствора содержится 2 мг твердого ИС.

Допускается нагреть дистиллированную воду (не выше температуры 80 °C) для обеспечения полной растворимости твердого ИС.

При не полной растворимости твердого ИС в дистиллированной воде рекомендуется растворить навеску твердого ИС в 50 см3 тетрагидрофурана и довести до объема 500 см3 дистиллированной водой.

**Приготовление рабочего раствора ингибитора в модели попутной воды**

В мерную колбу на 1000 см3 поместить 100 см3 раствора ингибитора, отмеренного пипеткой. Разбавить и довести до метки раствором А модели попутной воды.

В 1 дм3 раствора содержится 200 мг твердого ИС. Далее использовать в качестве раствора А модели попутной воды.

Модель попутной воды готовят смешением раствора А и раствора Б согласно раздела 2 настоящего Приложения.

**Приготовление рабочего раствора ингибитора в модели добываемой жидкости**

Модель добываемой жидкости готовят смешением модели попутно добываемой воды и нефти (или керосина) в отношении 90:10 (по объему).

**Проведение испытания**

Определение скорости коррозии в модели добываемой жидкости без твердого ИС (СК1) и модели добываемой жидкости с твердым ИС (СК2) проводят гравиметрическим способом в ячейках для гравиметрических испытаний в динамических условиях в течении 6 часов. Определение проводят в соответствии с разделом 6 настоящего Приложения.

**Расчет результатов измерений**

Изменение коррозионной агрессивности модели добываемой жидкости в присутствии твердого ИС часов (Х, % относительных) определяют по формуле:

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| Х = | СК2-СК1 | \*100% |
| СК1 |

где:

СК1 – скорость коррозии образца свидетеля в модели добываемой жидкости в отсутствии твердого ИС, г/м2\*час;

СК2 – скорость коррозии образца свидетеля в модели добываемой жидкости в присутствии 100 мг/дм3 твердого ИС, г/м2\*час;

Допускается увеличение коррозионной агрессивности модели добываемой жидкости в присутствии твердого ИС не более чем на 30 % (относительных).

1. МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЗАМЕРОВ СКОРОСТИ ОТЛОЖЕНИЯ АСПО ДОБЫВАЮЩЕЙ СКВАЖИНЫ

Замеры проводятся путём размещения ОС в устье добывающей скважины

  
**Рис. 9 Размещение ОС в устье добывающей скважине**

**Порядок демонтажа/монтажа зонда с образцами с устьевой арматуры скважины.**

Зонд представляет собой трубку диаметром 16 мм длиной до 2 м, на конце которой размещены образцы-свидетели. При открытой задвижке, герметичность устройства обеспечивается сальниковым устройством, расположенном на зонде. Работы по демонтажу зонда проводят 2 человека, один удерживает зонд рукой, второй ослабляет гайки. Для извлечения устройства необходимо выполнить следующие операции:

1. Расслабить 2-а болта (ключ на 17), фиксирующих зонд в сальниковом уплотнении.

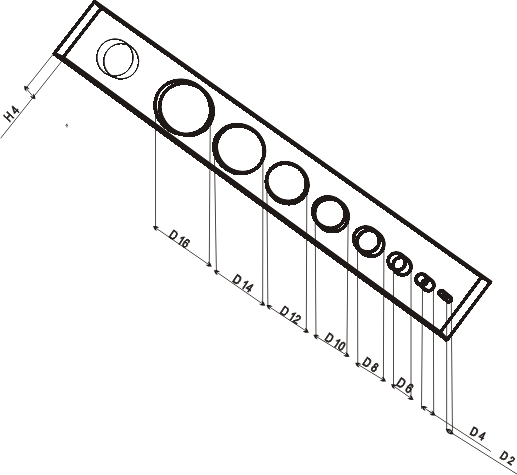
2. Ослабить (немного!!!) прижимную гайку сальника (ключ на 36), расположенную в верхней части сальника. Покрутить трубку вокруг оси, удерживая зонд руками.

3. Под воздействием давления зонд пойдет вверх до упора (будет характерный удар стопорного элемента), после чего можно начать закрытие буферной (центральной) задвижки.

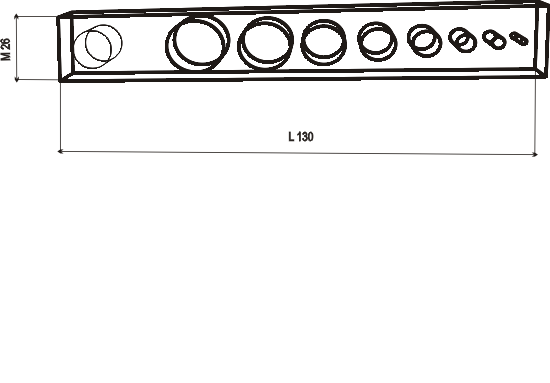
**Внимание. При выводе зонда в верхнее положение не располагать голову над зоной выхода зонда!** **Ни в коем случае не закрывать буферную задвижку до вывода зонда в верхнее положение.**

4. Постановка зонда производится в обратном порядке. Для этого необходимо открыть буферную (центральную) задвижку, протолкнуть зонд вниз силой рук. Первый оператор удерживает зонд руками, второй оператор зажимает прижимную гайку сальника, а затем – 2 болта, расположенных на ней.

Образец свидетель представляет из себя пластину с 8-мью отверстиями различного диаметра, толщиной 4 мм, размещается в скважине.



**Рис. 10 Вид образца свидетеля**



**Рис. 3 Вид образца свидетеля**

**Условия проведения замеров.**

1. Проводятся замеры фоновой скорости отложения АСПО. Образец свидетель помещают в добывающую скважину, через лубрикаторную задвижку.

2. Время экспозиции образцов для замеров скорости отложения АСПО не превышает МОП. Время первого замера 1 сутки, для каждого следующего замера время экспозиции увеличивается на 1 сутки, число замеров ограничено величиной МОП. Так на скважине с МОП 1 раз/4 суток число замеров составит 4. Время экспозиции при каждом замере изменяется соответственно 1,2,3,4 суток. Проведение профилактики от АСПО на скважине не прекращается. После каждого подъёма фиксируется число отверстий забитых АСПО и образец свидетель очищается от АСПО, также производится депарафинизация внутрискважинного оборудования.

3. После снятия фоновых значений проводятся замеры при подаче реагента на каждую испытываемую дозировку, повторяется алгоритм пункта № 2.

4. Эффективность ингибирования оценивается по сокращению числа забитых АСПО отверстий образца свидетеля.

5. В ходе проведения испытаний проводятся постоянные замеры давления на скважине.

6. Требования к выбору скважины выпадение парафинов приходилось на место расположение зонда устье скважины.

Материал образца свидетеля должен быть идентичен материалу применяемых НКТ ОГ, либо выполнен из НКТ, применяемых в ОГ.

Данные по скважине:

скв-\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ куст -\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Тип УЭЦН:\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

НКТ- \_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ мм Нсп-\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ м

Qж-\_\_\_\_\_\_\_\_\_ м3/сут; Н2О- \_\_\_\_\_\_\_\_%; Qн-\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_ т/сут.

МОП- \_\_\_\_\_\_\_\_\_ / сут.

Тип Ф/А\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

1. Замер фоновой скорости отложения АСПО.

*Примечание: фоновая скорость отложения АСПО, замеряется до полного залипания контрольных отверстий, но не более установленного МОП по депарафинизации НКТ.*

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Время нахождения ОС в скважине (сут.)** | **Отложение АСПО в контрольных отверстиях (наличие АСПО да/нет)** | **Депарафинизация НКТ после снятия экспозиции (да/нет)** | **Примечание**  **(данные по отложению АСПО на НКТ по затяжкам при спуске скребка)** |
| 1 сутки | 2мм-  4мм-  6мм-  8мм-  10мм-  12мм-  14мм-  16мм- |  |  |
| 2 суток | 2мм-  4мм-  6мм-  8мм-  10мм-  12мм-  14мм-  16мм- |  |  |
| 3 суток | 2мм-  4мм-  6мм-  8мм-  10мм-  12мм-  14мм-  16мм- |  |  |
| 4 суток | 2мм-  4мм-  6мм-  8мм-  10мм-  12мм-  14мм-  16мм- |  |  |
| 5 суток | 2мм-  4мм-  6мм-  8мм-  10мм-  12мм-  14мм-  16мм- |  |  |

2. Замер скорости отложения АСПО при ОПИ.

*Примечание: скорость отложения АСПО при ОПИ, замеряется при различных дозировках согласно программе ОПИ.*

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| **Время нахождения ОС в скважине**  **(сут)** | **Дозировка ХР**  **(г/тн)** | **Депарафинизация НКТ после снятия экспозиции (да/нет)** | **Примечание**  **(данные по отложению АСПО на НКТ по затяжкам при спуске Шаблона)** |
| 1 сутки | 2мм-  4мм-  6мм-  8мм-  10мм-  12мм-  14мм-  16мм- |  |  |
| 2 суток | 2мм-  4мм-  6мм-  8мм-  10мм-  12мм-  14мм-  16мм- |  |  |
| 3 суток | 2мм-  4мм-  6мм-  8мм-  10мм-  12мм-  14мм-  16мм- |  |  |
| 4 суток | 2мм-  4мм-  6мм-  8мм-  10мм-  12мм-  14мм-  16мм- |  |  |
| 5 суток | 2мм-  4мм-  6мм-  8мм-  10мм-  12мм-  14мм-  16мм- |  |  |

1. Значение округляется до целых чисел. [↑](#footnote-ref-1)