

Министерство нефтяной промышленности
СИБНИИНП

РУКОВОДСТВО
ПО ПРИМЕНЕНИЮ РЕАГЕНТОВ-
ДЕЭМУЛЬГАТОРОВ ПРИ ДЕЭМУЛЬСАЦИИ
НЕФТИ НА МЕСТОРОЖДЕНИЯХ

ЗАПАДНОЙ СИБИРИ

РД 39-1-401-80

1980

Министерство нефтяной промышленности
СИБИРСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
НЕФТЯНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ (СИБНИИП)

УТВЕРЖДАЮ.

Начальник Технического
управления


Г.И. Григорашенко

" 12 " мая 1980

РУКОВОДСТВО

ПО ПРИМЕНЕНИЮ РЕАГЕНТОВ-ДЕЭМУЛЬГАТОРОВ ПРИ ДЕЭМУЛЬСАЦИИ

НЕФТИ НА МЕСТОРОЖДЕНИЯХ ЗАПАДНОЙ СИБИРИ

РД 39-Г-401-80

1980

В руководстве приведены общие и специфические физико-химические и поверхностно-активные свойства деэмульгаторов, широко применяемых при подготовке нефти на месторождениях Западной Сибири.

Приведены ряды сравнительной деэмульгирующей активности реагентов и классификация нефтей по эмульсионности, являющиеся исходными данными для подбора ассортимента наиболее эффективных деэмульгаторов при подготовке конкретной нефти. Предложен ряд активности реагентов для низкотемпературной деэмульсации.

Дан метод подбора ассортимента водорастворимых деэмульгаторов в зависимости от температуры помутнения их водных растворов и температуры нефтяной эмульсии, позволяющий максимально использовать их деэмульгирующую способность.

Рекомендованы наиболее эффективные способы дозирования в нефтяную эмульсию масло- и водорастворимых деэмульгаторов в виде нефтяных и водных растворов низких концентраций, обеспечивающие существенное сокращение их расхода. Предложена технология приготовления рабочих растворов.

Определены наиболее целесообразные места ввода деэмульгаторов на установках подготовки нефти (УПН) и установках предварительного сброса пластовой воды (УПСВ), что максимально интенсифицирует процесс деэмульсации нефти. Приведены методы контроля технологического процесса приготовления и дозирования рабочих растворов деэмульгаторов, методы их анализа, правила хранения и безопасного обращения с реагентами.

Организация-разработчик - Сибирский научно-исследовательский институт нефтяной промышленности (СибНИИП) Миннефтепрома.

© Сибирский научно-исследовательский институт нефтяной промышленности (СибНИИП), 1980

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

**РУКОВОДСТВО ПО ПРИМЕНЕНИЮ РЕАГЕНТОВ-
ДЕЗМУЛЬГАТОРОВ ПРИ ДЕЗМУЛЬСАЦИИ НЕФТИ
НА МЕСТОРОЖДЕНИЯХ ЗАПАДНОЙ СИБИРИ**

РД 39-I-40I-80

Вводится впервые

I. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

На месторождениях Западной Сибири применяют при подготовке нефти широкий ассортимент водо- и маслорастворимых реагентов-деэмульгаторов.

Отсутствие единого и достаточно полного руководящего документа по всем применяемым деэмульгаторам, учитывающего специфические особенности месторождений Западной Сибири, приводит зачастую к неполному использованию их деэмульгирующих возможностей, перерасходу реагентов и подготовке нефти невысокого качества.

Настоящее руководство позволяет наиболее полно оценить общие и специфические свойства деэмульгаторов, предусматривает подбор для подготовки каждой конкретной нефти с учетом ее свойств и условий деэмульсации ассортимента наиболее эффективно действующих деэмульгаторов; позволяет выбрать наиболее целесообразные

места и порядок ввода реагентов в технологический поток УПН, применить наиболее эффективные способы дозирования деэмульгаторов в нефтяную эмульсию.

Обладание требованиями, изложенных в руководстве, позволит существенно сократить расход реагентов, обеспечить при этом качество подготовки нефти в соответствии с ГОСТ 9965-76.

2. ХАРАКТЕРИСТИКА И СВОЙСТВА РЕАГЕНТОВ-ДЕЭМУЛЬГАТОРОВ

2.1. Общая физико-химическая характеристика реагентов-деэмульгаторов, которые широко применяют для деэмульсации нефти на месторождениях Западной Сибири, приведена в приложении I.

Реагенты являются неионогенными поверхностно-активными веществами и представляют собой в основном блоксополимеры оксидов этилена и пропилена. Содержание поверхностно-активных веществ в товарном продукте составляет 50-80%. Деэмульгаторы в своем составе содержат от 20 до 50 % растворителя. В качестве последних применяют спирты (метиловый, изопропиловый, бутиловый и др.) и ароматические углеводороды, которые являются легко воспламеняющимися и ядовитыми веществами.

2.2. Специфическая характеристика деэмульгаторов (растворимость в воде, нефти, температуры помутнения водных растворов; поверхностная активность), наиболее важная с точки зрения их применения для деэмульсации нефти, приведена в приложениях 2,3.

Водорастворимые реагенты начинают выпадать из водных растворов при температуре помутнения (23-58°C) и окончательно выделяются в виде твердой фазы при температурах фазового расслоения (79-100°C).

Как водо-, так и маслорастворимые деэмульгаторы при концентрации 0,5-3% плохо растворимы в западносибирских нефтях (14-70%),

но образуют в них сравнительно устойчивые тонкодисперсные эмульсии.

3. ПОДБОР РЕАГЕНТОВ ДЛЯ ДЕЭМУЛЬСАЦИИ НЕФТЕЙ

3.1. Для деэмульсации на УПН нефтей различной эмульсионности (первая, вторая и третья группы) подбирают наиболее эффективные реагенты в соответствии с рядами активности (приложение 4). Принадлежность нефти к группе по эмульсионности определяют по приложению 5.

3.2. При деэмульсации нефтей на УПН при температурах на 5-10⁰С ниже указанных в приложении 5 (из-за недостатка тепловых мощностей) применяют следующие наиболее эффективно действующие в этих условиях маслорастворимые деэмульгаторы: сепарол 5084 — диссольван 4490 — прохинор GR - 77 — сепарол 3071, сравнительная эффективность действия которых убывает при пониженных температурах слева направо.

3.3. При подборе водорастворимых реагентов, кроме эффективности действия, учитывают еще температуру помутнения их водных растворов (см. приложение 2) и температуру эмульсии, в которую дозируют реагент.

Для деэмульсации применяется только тот деэмульгатор, температура помутнения водного раствора которого выше температуры нефтяной эмульсии, в которую его вводят.

3.4. При высокой турбулентности водонефтяного потока (скорость движения - более 2 м/с) в технологических трубопроводах УПН (перегрузка установок) или наличии сырьевых насосов предпочтительней применять маслорастворимые деэмульгаторы: сепарол 5084 и диссольван 4490, проявляющие в этих условиях высокую деэмульги-

рующую активность, в то время как активность всех остальных реагентов существенно падает.

4. СПОСОБ ДОЗИРОВАНИЯ РЕАГЕНТОВ

4.1. Маслорастворимые реагенты, а также водорастворимый реагент R - II с низкой температурой помутнения (см. приложение I) вводят в обводненную нефть в виде нефтяных растворов с низкой концентрацией (0,2-0,5%). Для приготовления рабочих растворов используют или товарную нефть, или предварительно обезвоженную нефть с содержанием воды не более 5%.

4.2. Водорастворимые реагенты вводят в нефтяную эмульсию в виде водных растворов с концентрацией 0,2-0,5%.

Для приготовления растворов применяют холодную техническую воду. В исключительных случаях при отсутствии пресной воды может быть использована дренажная вода с температурой ниже температуры помутнения водного раствора реагента.

5. ТЕХНОЛОГИЯ ПРИГОТОВЛЕНИЯ И ДОЗИРОВАНИЯ РАБОЧИХ РАСТВОРОВ ДЕЗЭМУЛЬГАТОРОВ

П р и г о т о в л е н и е р а б о ч и х р а с т в о р о в
р е а г е н т о в

5.1. Водные и нефтяные растворы готовят путем смешения реагента с водой или нефтью в центробежном смешительном насосе (приложение 6), которым рабочий раствор одновременно подают в нефтяную эмульсию.

Воду или нефть и реагент в определенном соотношении, обеспечивающем концентрацию дезэмульгатора в растворе 0,2-0,5%, подают на прием центробежного насоса. Реагентный раствор циркули-

рует в насосе по байпасу в объемном соотношении к дозируемому раствору 0,5-1:1.

Дозирование реагента на установках подготовки нефти и предварительного сброса воды (УПСВ)

5.2. При общепринятой на месторождениях Западной Сибири двухступенчатой подготовке нефти на УПН раствор реагента подают на первую и вторую ступени в соотношении 1:2-1:3. Для каждой установки это соотношение уточняют экспериментально.

5.3. Раствор деэмульгатора вводят на первую ступень обезвоживания за 300-500 м до установки и за 30-50 м до места ввода горячей воды или нефти, на вторую ступень - перед нагревателями (безнасосный вариант подготовки) или на прчем сырьевых насосов (насосный вариант подготовки).

5.4. При одноступенчатой подготовке нефти раствор деэмульгатора вводят в обводненную нефть за 300-500 м до ступени сепарации.

5.5. На УПСВ дожимных насосных станций применяют маслорастворимые деэмульгаторы, которые вводят в неразбавленном виде за 200-300 м до установки.

5.6. Диаметр реагентопровода для подачи раствора принимает из расчета скорости движения его 1-2 м/с.

6. МЕТОДЫ КОНТРОЛИ РАСХОДА И ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА ПРИГОТОВЛЕНИЯ РАБОЧИХ РАСТВОРОВ ДЕЭМУЛЬГАТОРОВ

6.1. Общий расход деэмульгатора определяет по показаниям расходомера, установленного на реагентопроводе между дозировочным и смесительным насосами, или по мерной емкости.

6.2. Расход дезмульгатора на ту или иную ступень обезвоживания определяют как произведение общего расхода на отношение расхода раствора реагента на ступень к общему расходу.

6.3. Концентрацию реагента в водном растворе определяют общеизвестным методом, основанным на понижении поверхностного натяжения в присутствии поверхностно-активных веществ (см. приложение 7).

6.4. Концентрацию реагента в нефтяном растворе определяют по методике Всесоюзного научно-исследовательского института по сбору, подготовке и транспорту нефти и нефтепродуктов (ВНИИСПГ-нефть), видоизмененной Сабниной (приложение 8).

6.5. Полноту растворения реагента в воде определяют путем отбора в цилиндр пробы раствора в количестве 100-200 мл с выжиданием смешительного насоса и визуальной оценки ее состояния: раствор должен быть однородным и прозрачным.

6.6. Полноту растворения и диспергирования реагента в нефти определяют отбором пробы нефтяного раствора (эмульсии) в количестве 250 мл в мерный цилиндр и визуальной оценки ее состояния: сразу после отбора пробы на дне цилиндра не должен отделяться реагент в виде отдельных крупных капель более светлого цвета, чем нефть.

7. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

7.1. В соответствии с СН-245-71 дезмульгаторы относят к третьему классу опасности по степени воздействия на организм человека. Они обладают токсичностью в результате наличия в их составе органического растворителя (метилового спирта, ароматических углеводородов и др.) (см. приложение I).

7.2. Реагенты предназначены только для технических целей, использование их в быту категорически запрещено.

7.3. Следует избегать длительного воздействия дезмульгаторов на кожу, вдыхания их паров, попадания в глаза.

7.4. Запрещается засасывать дезмульгаторы в пипетки и сифоны ртом, а также применять их для мытья рук и одежды.

7.5. При вскрытии бочек с дезмульгаторами, обращении их, перекачке реагента необходимо руководствоваться Правилами безопасности при эксплуатации установок подготовки нефти на предприятиях нефтяной промышленности", раздел 3. (Утверждено Госгортехнадзором СССР 16 июля 1976 г., Протокол № 32 Министерства нефтяной промышленности СССР 09 июля 1976 г. АЖ-4390).

8. ХРАНЕНИЕ ДЕЗМУЛЬГАТОРОВ

8.1. Одно-, двухсуточный запас дезмульгатора необходимо хранить вотапливаемом помещении, остальной реагент - в закрытом неотапливаемом помещении или на огражденной площадке.

8.2. Реагенты-дезмульгаторы следует хранить в местах, удаленных от открытого огня, защищенных от воздействия прямых солнечных лучей и не доступных для посторонних лиц.

8.3. Помещение или огражденную площадку, где хранят дезмульгаторы, следует закрывать на замок и, кроме того, должны быть вывешены предупредительные надписи: "Огнеопасно", "Яд".

9. МЕТОДЫ АНАЛИЗА ДЕЗМУЛЬГАТОРОВ

9.1. Для оценки качества и установления соответствия предъявляемым требованиям поставленных партий дезмульгаторов их анализируют на следующие показатели: однородность, содержание поверхностно-активного вещества, коэффициент рефракции, плотность, вязкость, растворимость в органических растворителях, темпера-

тура застывания, температура вспышки. Определяют также температуру помутнения водных растворов реагентов.

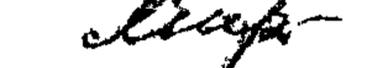
9.2. Численные значения этих показателей должны быть близки к значениям, приведенным в приложениях I-2.

9.3. Методики определения однородности, коэффициента рефракции, температуры помутнения водного раствора, растворимости в органическом растворителе деэмульгаторов, содержания поверхностно-активного вещества в них приведены в приложениях I0-I4.

9.4. Плотность, вязкость, температуру вспышки и застывания деэмульгаторов определяют соответственно по ГОСТ 3900-47, ГОСТ 33-66, ГОСТ 6356-75 и ГОСТ 20287-74.

Первый заместитель
директора СибНИИИП



Н.С.Маринин

Исполнители :

Д.Н.Савватеев

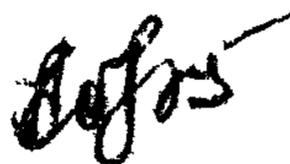
Т.И.Федорищев

Е.В.Мирошниченко

Нормоконтролер



Л.В.Наумова



ПРИЛОЖЕНИЕ I
Обязательное

Физико-химическая характеристика реагентов-деэмульгаторов

Марка реагента, название фирмы	Плот- ность при 20°С, кг/м ³ 10 ³	Вяз- кость при 20°С, Па·с 10 ⁻³ (сП)	Коэф- фици- ент рефра- кции при 20°С	Температура, °С		Моле- куляр- ный вес	Содер- жание повер- хност- но-ак- тивно- го ве- щества, %	Растворитель	Растворимость		
				Вспы- шки	засты- вания (минусо- вая)				в аро- матиче- ских углево- дородах (бензол, толуол и т.д.)	в пара- финовых углево- дородах (гептан и др)	в низ- комоле- куляр- ных спиртах (метанол, этанол, пропанол и т.д.)
I	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12

I. Водорастворимые реагенты

Диссольван 44II "Hoechst" (ФРГ)	0,95	45	1,410	10	-	1060	65	Метанол Вода (1:3)	P	HP	P
R-II "То Сичи Инд" (Япония)	1,02	610	-	150	-	3000	100	Нет	P	HP	P
то же	0,94- 0,97	-	1,413	-	-	3000	70	Углеводородный			
Прогалит НМ 20/40 "BUNA" (ГДР), Гип- ровостокнефть (СССР)	0,98- 0,995	51	1,337	20	10	-	65	Ароматические углеводороды	OP	HP	P
Сепарол 25 "BASF" (ФРГ)	1,01	390	1,424	-	50	-	65	Смесь алкинола с ароматическими углеводородами	OP	HP	P
X-2647 "ДАЙСЭИ КОУО СЕИ-ТАКУ (Япония)	0,95- 0,97	28	1,413	15	-	2000	65	Метиловый спирт	OP	HP	P

I	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
L -1632 "IND. CHEM. DIV. CO. INC. "(США)	1,030	550	1,340	30	10	-	65	Этиловый спирт	ОР	НР	Р
II. Маслорастворимые реагенты											
Диссольвант 4490 "HOECHST "(ФРГ)	0,920	6	1,425	8	-	-	50	Ароматические углеводороды	Р	НР	Р
Сепарол 5084 "BASF "(ФРГ)	0,93-0,95	75	1,44-1,45	17	50	-	60-65	Метанол-вода(4:1)	Р	НР	Р
Сепарол 29 "BASF "(ФРГ)	1,018	50-80	1,499	25	-	-	60-65	Метанол-вода (4:1)	Р	НР	Р
Прогами 15/100 "VUNA "(ГДР) Гипро- востокнефть (СССР)	0,968	74	1,418	33	10	-	70	Низкомолекулярные спирты	ОР	НР	Р
CV-100 "TOMO CHEM. IND. (Япония)	0,97-0,98	79	1,475	48	48	-	70	Углеводородный растворитель	Р	НР	Р
Виско К-3-Э "MILCO ITALIANA " (Италия)	0,966	743	1,491	18	15	-	50	Ароматические углеводороды	Р	НР	Р
Доуфакс "THE POW CHEM. CO. (США)	0,941	26,7	1,414	15	15	-	70	-	Р	НР	Р
Прохибор GA -77 "AUBV "(Франция)	0,990	116	1,480	20-22	10	-	70	Ароматические углеводороды	Р	НР	Р

I	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Серво 5348 "SERVO" ЛАНДИЯ)	0,950	50-80	-	5	50	-	65	Изопропиловий спирт	P	HP	P

Примечание. P - растворяется; HP - не растворяется; OP - ограниченно растворяется.

Растворимость реагентов в воде и нефти

Реагент-деэмульгатор	Температура начала помутнения 0,5% водных растворов реагентов, °С		Растворимость в нефти при температуре 20°С, %		Переход реагента в водную фазу при деэмульсации нефти, %
	в дистиллированной воде	в сенманской воде	при дозировании 3 г/100 мл нефти	при дозировании 0,5 г/100 мл нефти	

I. Водорастворимые реагенты

Э-2647	58	52	-	25	44,5
Л-1632	52	46	30	-	30,0
Сепарол 25	44	40	-	4	34,0
Прогалит НК 20/40	40	37	19,5	20	28,0
Диссольва 44II	36	32	-	32	23,4
Оксиад А	36	30	-	44	42,0
К-II	23	21	30	58	14,4

II. Нефторастворимые реагенты

Доуфакс	19	13	24	47	18,5
Диссольван 4490	-	-	-	14	8,0
Сепарол 5084	-	-	-	25	0
Сепарол 29	-	-	44	44	10,3
Прогамин 15/100	-	-	-	67	3,0
CV-100	-	-	50	55	9
Виско К-3-Е	-	-	26	50	0
Прохимор GR-77	-	-	-	70	-

- Примечания. 1). Водорастворимые реагенты-деэмульгаторы расположены в порядке убывания температур помутнения.
- 2). Минерализация сенманской воды 18,5 г/л, плотность $1,01 \cdot 10^3$ кг/м³.
- 3). Деэмульгирована федоровская нефть с содержанием воды 20% при температуре 40°С и расходе реагента 50 г/т.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Обязательное

Поверхностная активность реагентов-деэмульгаторов

Реагент-деэмульгаторы	Поверхностное натяжение 0,01% водных растворов на границе с воздухом, $\sigma, \text{H} \cdot 10^{-3}$	Межфазное поверхностное натяжение, $\sigma, \text{H} \cdot 10^{-3}$				
		0,003% водных растворов при 20°C на границе			0,003% нефтяных растворов на границе раздела фаз: Федоровская нефть-вода	
		с очищенным керосином	с федоровской средней мульсеной нефтью	с маломыльной высокомульсеной нефтью	при 20°C	при 35°C
Диссольван 44II	46,2	15,0	13,5	15,8	19,2	14,2
Оксида А	46,9	15,0	14,6	17,5	23,2	16,9
Сепарол 25	45,5	14,9	14,0	-	27,7	26,9
X-2647	46,0	15,3	11,8	18,4	-	-
L-1632	46,0	15,7	14,0	20,1	-	-
Серво	-	28,7	19,0	25,6	25,5	21,0
Р-II	40,5	12,5	13,4	17,6	16,7	13,8
Доуфакс	-	14,1	9,8	11,2	14,7	18,3
Сепарол 5084	-	-	-	-	25,0	24,0
Диссольван 4490	-	-	-	-	26,3	20,3
CV-100	-	-	-	-	15,2	15,1
Прогами 15/100	-	-	-	-	20,4	-
Прохинол GR-77	-	-	-	-	24,4	24,8

Примечание. Межфазное поверхностное натяжение растворов реагентов-деэмульгаторов приведено для концентрации 0,003%, как наиболее характерной для процессов деэмульсации нефти.

Ряды усываемой активности дезэмульгаторов при
обезвоживании нефтей до остаточного содержания
воды 0,2-0,5%

Высокоэмульсионные нефти (1-я группа)		Среднеэмульсионные нефти (2-я группа)		Низкоэмульсионные нефти (3-я группа)	
Марка реагент	Сравнительная эффективность действия	Марка реагент	Сравнительная эффективность действия	Марка реагент	Сравнительная эффективность действия
Сепарол 5004	1,3	Сепарол 5004	1,3	Дисольван 4490	1,45
Виско К-3В	1,1	Виско К-3В	1,2	Сепарол 5004	1,4
CV-100	1,05	CV-100	1,15	К-II	1,4
Дисольван 4490	1,0	К-II	1,1	CV-100	1,1
Дисольван 44II	1,0	Дисольван 4490	1,0	Дисольван 44II	1,0
К-II	0,95	Дисольван 44II	1,0		
		Прогалит ПН20/40	0,75	Серво	0,96
Доуфакс	0,9	Доуфакс	0,7	Доуфакс	0,8
Прогалит ПН20/40	0,8	Прогалин 15/100	0,6		
Прогалин 15/100	0,7	Серво	0,5		
Серво	0,55				

Примечание. Ряды активности дезэмульгаторов установлены при одинаковых гидродинамических условиях омытия эмульсии с реагентами.

Классификация нефтей по эмульсионности (группам)

Эмульсионность, группа	Физико-химическая характеристика нефтей				Температура деэмульсации нефтей, °С		Месторождение
	плотность вт/м³ 10 ⁻⁸	вязкость Па.с 10 ⁻³ (сН)	содержание, % смол	ас- фаль- тенов	на I-й ступени	на 2-й ступе- ни	
I	2	3	4	5	6	7	8
Высокоэмульсионные; I - я группа	0,86- 0,89	15-50 и выше	8-20	2-4	35	50	Ай-Дунское, Быстринское, Вачимское, Верхне-Надинское, Верхне-Шашинское, Восточно-Сургутское, Давидовское, Западно-Сургутское, Конитлорская структура, Кочевское, Лембинское, Локосовское, Лянторское, Майское, Мало-Балыкское, Мамонтовское, Омбинское, Поточное, Русское, Савуйское, Солжынское, Средне-Балыкское, Северо-Комсомольское, Северо-Чупальское, Средне-Мулымьинское, Тазовское, Теплоевское, Усть-Балыкское, Удмогорское, Южно-Сургутское, Юн-Дорское, Ермаковское
Среднеэмульсионные; 2-я группа	0,84- 0,86	7-12	5-8	0,6- 1,5	25	35	Аганское, Ай-Лимское, Ватинское, Вать-Еганское, Вершинное, Вахское, Восточно-Уренгойское, Витгалкинское, Геофизическое, Губкинское, Етк-Дуровское, Интинское, Карамовское, Котельгинское, Лантынь-Ахское, Ловинское, Меглионское, Муравленковское, Мыльайское, Мулымьинское, Нонг-Еганское, Нижне-Сортымское, Ново-Портовское, Ореховское, Пенья, Докемасовское, Поточное, Правдинское, Первомайское, Повховское, Пискачевское, Пермьяковское, Потанайское, Самогдорское, Сосново-Мисское, Суторинское, Самбургское, Северо-Докур-

РД 39-1-401-30
Стр. 17

I	2	3	4	5	6	7	8
---	---	---	---	---	---	---	---

Нижнеуральские;
3-я группа

0,7-
0,84

4-8

до 5

0,7-
1,0

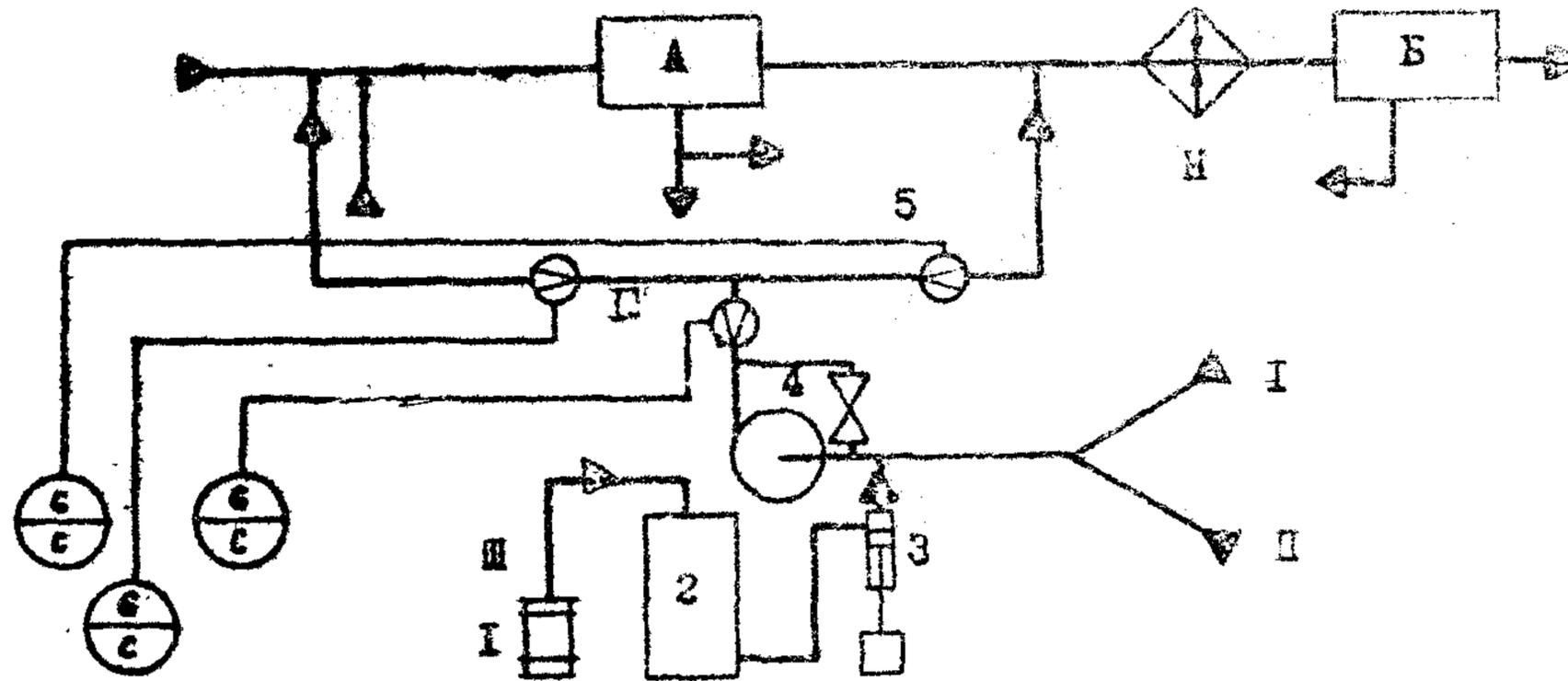
20

30

ское, Советское, Стрелевое, Студеное, Тименское, Толумское, Урьевское, Убинское, Федоровское, Широковское, Южно-Вынгапуровское.

Ван-Еганское, Варьеганское, Верхне-Салымское, Верхне-Колки-Еганское, Вынгапуровское, Гун-Еганское, Ем-Еговское, Западно-Таркосалымское, Заполярное, Каменное, Когалымское, Домовое, Мало-Еганское, Нижневартовское, Новогоднее, Новомолодежное, Пальяновское, Салымское, Северо-Варьеганское, Северо-Хохонковское, Сороминское, Тарасовское, Тагрянское, Таллинское, Тетерево-Муртыманское, Трехозерное, Уренгойское, Филипповское, Харасавейское, Харзутинское, Хейгинское, Хохряковское, Юбилейное, Южно-Темоевское, Ярадерское, Яхинское.

**Технологическая схема приготовления и дозирования рабочих
растворов реагентов-деэмульгаторов**



- I - бочки; 2 - бак для реагента; 3 - дозировочный плунжерный насос; 4 - смеситель-
 ный насос; 5 - расходомеры
 А - первая ступень обезвоживания; H - нагреватель;
 Б - вторая ступень обезвоживания
 I - вода; II - нефть; III - реагент; IV - раствор реагента

Рис.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ РЕАГЕНТА
В ВОДНОМ РАСТВОРЕ

I. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При определении концентрации реагента в водном растворе применяются следующие аппаратура, реактивы и материалы:

сталагмометр конструкции Уфимского научно-исследовательского института нефтяной промышленности (УфНИИП);

весы аналитические по ГОСТ 19491-74, типа ВЛА-200, класса точности 3;

мерные колбы по ГОСТ 1770-74, вместимостью 100 и 500 мл;

бюкс стеклянный по ГОСТ 7148-70 с внутренним диаметром 33-37 мм и высотой 35 мм;

пипетки с делениями по ГОСТ 20292-74 вместимостью 1-2 мл;

бутылка стеклянная из темного стекла вместимостью 3-5 л;

сушильный шкаф на нагрев при температуре 150⁰С;

колонка (трубка) стеклянная диаметром 25-30 мм и длиной 1000-1200 мм;

штупа с пестиком фарфоровая по ГОСТ 9147-73 № 4-5;

ситя на 100-120 меш. (ячейка 0,14 мм) и на 150 меш. (ячейка 0,1 мм);

стеклянная палочка диаметром 2-3 мм и 150-200 мм;

силикагель марки АСМ или КОП;

лакмусовая бумага или фенолфталеин;

керосин технический;

хлористый кальций, прокаленный;

серная кислота, концентрированная по ГОСТ 2184-77;

едкий натр. 10%-ной концентрации;
дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72;
реагент-деэмульгатор.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. Керосин, используемый в испытаниях, очищают следующим образом.

Вначале керосин пропускают через колонку с активированным углем, затем через колонку с силикагелем, предварительно просушенным около двух часов при 150°C, измельченным и просеянным (фракция 100-150 меш).

Далее керосин 3-4 раза энергично встряхивают по 5-10 минут с концентрированной серной кислотой (на 1,5 л керосина по 25-30 мл серной кислоты). Последняя порция кислоты должна иметь бледно-желтый цвет. Обработанный таким образом керосин промывают водой, затем 10%-ной щелочью (50 мл), затем снова водой до нейтральной реакции.

Затем керосин осушивают сухим силикагелем, насыпая 3-4 раза силикагель в бутылку с керосином и каждый раз переливая керосин в сухую склянку.

Хранят керосин в темной, хорошо закупоренной бутылке в темном месте над прокаленным хлористым кальцием.

Межфазное поверхностное натяжение (σ) очищенного керосина на границе с дистиллированной водой должно быть в пределах (46-49) $\cdot 10^{-8} \frac{Н}{м}$ (46-49 эрг/см²)

2.2. Приготавливают водные растворы деэмульгатора с концентрациями: 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002%. Для этого на аналитических весах с точностью до 0,0001 г взвешивают в бюксе 0,5 г деэмульгатора. Навеску растворяют в дистиллированной воде, количе-

ственно переносят в мерную колбу на 500 мл, в которую затем доливают дистиллированную воду до метки и раствор перемешивают.

Из полученного 0,1%-ного раствора приготавливают растворы реагента 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002 %-ной концентрации путем разбавления дистиллированной водой в мерных колбах на 100 мл соответственно 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 мл 0,1%-ного раствора.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ И ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ

3.1. Определяют поверхностное натяжение при 20°C на границе раздела фаз: приготовленные по п. 2.2 приложения 7 водные растворы реагентов-очищенный керосин (см. приложение 9).

Строят калибровочную кривую зависимости поверхностного натяжения от концентрации реагента.

3.2. Определяют концентрацию реагента в рабочем водном растворе. Для этого отбирают пробу рабочего раствора в количестве 100-200 мл в сухую чистую склянку с выкида центробежного насоса. Готовят раствор с предполагаемой концентрацией более 0,0005%, но менее 0,0015%, для чего пипеткой на 2 мл в мерную колбу на 500 мл дозируют 0,5-2,0 мл анализируемого раствора. Затем в колбу наливают до метки дистиллированную воду.

3.3. У приготовленного раствора определяют поверхностное натяжение и по калибровочной кривой устанавливают концентрацию разбавленного водного раствора реагента. В случае непопадания в нужную область концентрации (0,0005-0,0015%) разбавление изменяют и определение повторяют.

По концентрации разбавленного раствора с учетом разбавления рассчитывают концентрацию рабочего раствора.

ПРИЛОЖЕНИЕ 8
ОбязательноеМЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОНЦЕНТРАЦИИ РЕАГЕНТА
В НЕФТЯНОМ РАСТВОРЕ

I. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При определении концентрации реагента в нефтяном растворе применяются следующие аппаратура, реактивы и материалы:

сталагмометр конструкции Уфниинп;

весы аналитические по ГОСТ 19491-74, типа ВЛА-200, класс точности 3;

водяная баня;

мерные колбы по ГОСТ 1770-74, вместимостью на 100 мл;

водяной холодильник по ГОСТ 9499-70;

пипетки с делениями по ГОСТ 20292-74, вместимостью 1,2 и 20 мл;

колба коническая по ГОСТ 10394-72, вместимостью 250 мл;

цилиндр мерный по ГОСТ 1770-74, вместимостью 100 мл;

толуол ГОСТ 5789-78;

дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72;

реагент-деэмульгатор.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

Приготавливают серию толуольных растворов деэмульгатора с концентрациями: 0,0005; 0,001; 0,0015; 0,002 г/100 мл. Для этого на аналитических весах с точностью до 0,0001 г взвешивают 0,5 г деэмульгатора. Навеску растворяют в толуоле и количественно переносят в мерную колбу на 100 мл, которую затем дово-

дят толуолом до метки. Разбавлением этого раствора толуолом готовят раствор с содержанием реагента 0,1 г/100 мл, для чего отбирают 20 мл раствора с концентрацией 0,5 г/100 мл, помещают его в мерную колбу на 100 мл и доливают толуол до метки, раствор перемешивают.

Из раствора с содержанием реагента 0,1 г/100 мл разбавленным толуолом готовят серию растворов с концентрацией 0,0005 ; 0,001; 0,0015; 0,002 г/100 мл, для чего пипеткой на 2 мл дозируют в мерные колбы на 100 мл соответственно 0,5; 1,0; 1,5 и 2,0 мл раствора, содержащего 0,1 г/100 мл реагента, затем в колбы наливают до метки толуол и раствор перемешивают.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИИ И ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ

3.1. Определяют поверхностное натяжение при 20°C на границе раздела фаз: приготовленные по п. 2 приложения 8 толуольные растворы реагента-дистиллированная вода (см. приложение 9) и строят калибровочную кривую зависимости поверхностного натяжения от концентрации.

3.2. Определяют концентрацию реагента в рабочем нефтяном растворе. Для этого отбирают в сухой и чистый цилиндр 50 мл рабочего нефтяного раствора деэмульгатора с выката центробежного насоса. Перед отбором пробы через пробоотборное устройство пропускается раствор для промывки системы.

Раствор из цилиндра количественно переносят в коническую колбу. Этим же цилиндром добавляют в колбу 200 мл толуола, содержимое встряхивают в течение трех минут вручную и ставят на термообработку с обратным холодильником в водяную баню при 80°C на 20 минут.

Раствор после термообработки охлаждают до 20°C , пипеткой отбирают 0,5-1,0 мл раствора и переносят в мерную колбу на 100 мл в которую доливают до метки толуол. Содержимое колбы тщательно перемешивают и определяют поверхностное натяжение на границе с дистиллированной водой. По калибровочной кривой по найденному значению поверхностного натяжения определяют концентрацию реагента в разбавленном растворе. Она должна быть в пределах 0,0005-0,0015 г/100 мл. В случае непопадания в эту область разбавление изменяют и определение повторяют.

По концентрации реагента в разбавленном растворе рассчитывают с учетом разбавления содержание реагента в рабочем нефтяном растворе.

**МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕЖФАЗНОГО ПОВЕРХНОСТНОГО НАТЯЖЕНИЯ
НА ГРАНИЦЕ РАЗДЕЛА ФАЗ ЖИДКОСТЬ - ЖИДКОСТЬ****I. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ**

При определении межфазного поверхностного натяжения на границе раздела фаз жидкость-жидкость используются:

а) стегагмометр конструкции Уфимского научно-исследовательского института нефтяной промышленности (труды Гипровостокнефть, вып. 4, 1967, с. 109-114).

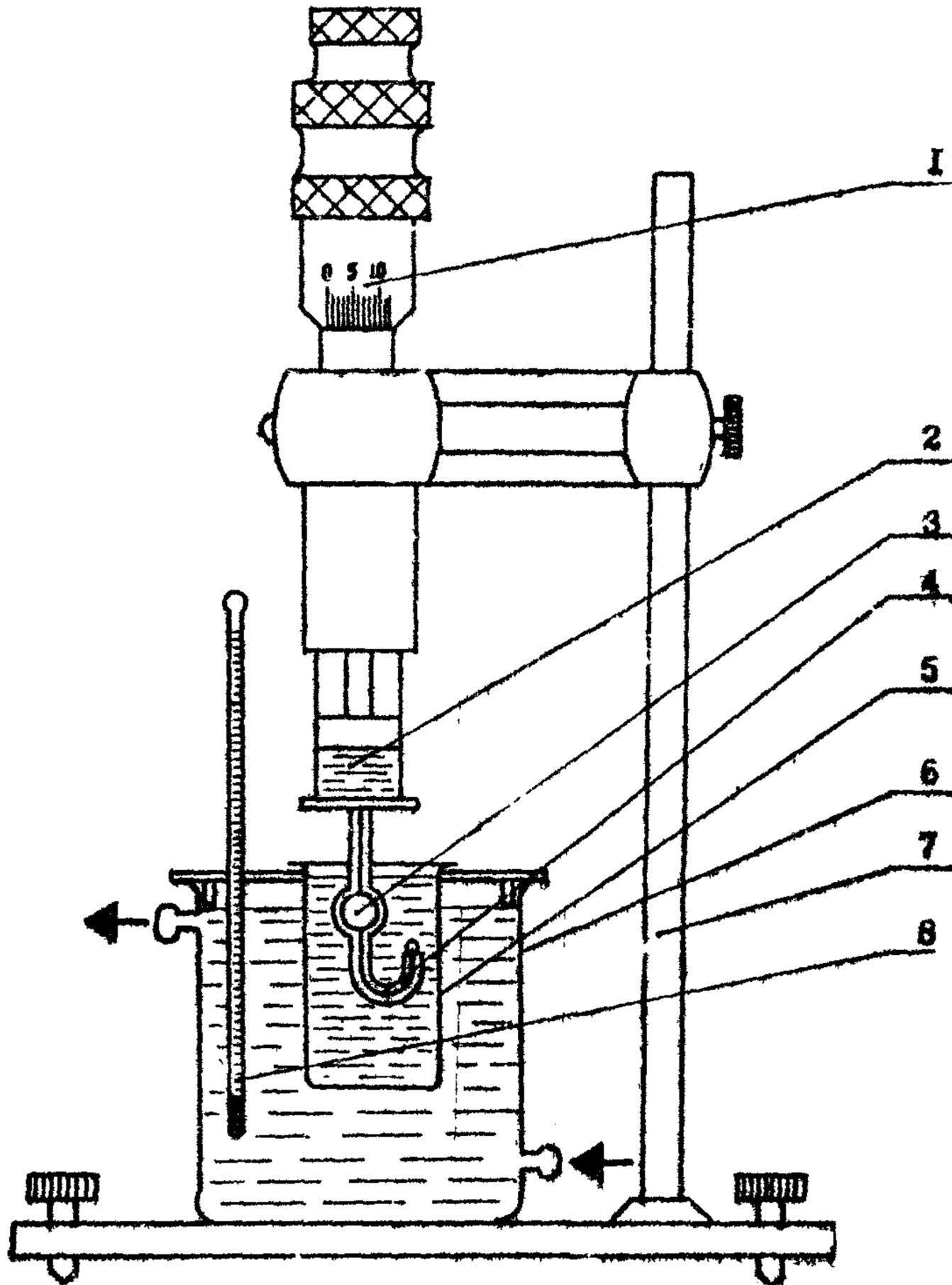
Прибор состоит из следующих основных частей: капиллярного кончика для выпуска капли; приспособления для образования и замера объема канала, включающего медицинский шприц и микрометр; откалочка, в которой помещается раствор исследуемого поверхностно-активного вещества, штатива (рисунок).

Капиллярный кончик представляет собой отрезок стеклянной трубки (капилляр от вискозиметра ВСК по ГОСТ 10028-67 диаметром 0,54-0,73 мм), изогнутой в нижней части. Конец капилляра отпаян. Для последования подбирают капилляры, среза которых перпендикулярна каналу ствола капилляра. Внутренний диаметр капилляра не должен иметь сколов и трещин и край должен быть острым.

Для измерения поверхностного натяжения в пределах $5 \cdot 10^{-3}$ - $35 \cdot 10^{-3} \frac{H}{M}$ (5-35 эрг/см²) удобно пользоваться капиллярными кончиками с внутренним диаметром отверстия 0,6-0,8 мм.

Верхнюю часть капиллярного кончика через переходную трубку, имеющую в средней части шар объемом 10^{-6} м^3 (1 см³), приклеивают к медицинскому шприцу эпоксидным клеем. Шар на переходной трубке служит для выравнивания температуры углеводородной жидкости, выдаваемой из шприца через капиллярный кончик. Для изготовления

Прибор для определения поверхностного натяжения



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

Рис.

прибора используют стеклянные шприцы вместительностью 5-10 мл, с металлическим поршнем и металлической прокладкой;

б) термостат, обеспечивающий поддержание заданной температуры;

в) секундомер по ГОСТ 5072-72;

г) палочка стеклянная диаметром 2-3 мм и длиной 150-200 мм с оплавленным концом;

д) вата медицинская гигроскопическая по ГОСТ 5556-75;

е) бензол по ГОСТ 5955-75;

ж) бензин по ГОСТ 443-76;

з) дистиллированная вода по ГОСТ 6709-72;

и) хромовая смесь, состоящая из концентрированной серной технической кислоты по ГОСТ 2184-67 и двухромового кислого калия по ГОСТ 4220-75, взятого в количестве 5% по массе от кислоты; ацетон по ГОСТ 2603-71.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

Перед каждой серией определений с новой углеводородной жидкостью стеклянные части прибора - цилиндр шприца с припаянным кончиком и поршнем тщательно отмывают (бензином или бензолом) от остатков жидкости, с которой работали ранее, обезжиривают хромовой смесью и промывают сначала дистиллированной водой, а затем ацетоном. После просушки прибор собирают, в шприц через кончик засасывают исследуемую углеводородную жидкость. Если в шприце оказался пузырек воздуха, то его удаляют, снимая микрометр вместе со шприцом со штатива и переворачивая его капиллярным кончиком вверх. После заполнения шприца шлифованный кончик капилляра очищают ватой.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

Медленно вращая головку микрометра на некоторое число делений, поршнем шприца выдавливают каплю. Проверяют правильность формы капли, обращая главное внимание на ножку капли — она должна образоваться точно по внутреннему периметру среза капилляра.

В случае нарушений формы капли капилляр необходимо еще раз тщательно отмыть.

Добившись получения капли правильной формы, одновременно с началом ее выдавливания включают секундомер.

Медленным и плавным вращением головки микрометра формируют каплю за 5–10 с, после чего она должна оторваться через 120 с. Если висющая капля отрывается раньше, чем через 120 с после начала ее формирования, то опыт повторяют, поворачивая головку на меньшее число делений. При более быстром формировании капли адсорбционное равновесие не достигается и полученные результаты не будут соответствовать статическим условиям.

Объем капли выражают числом делений микрометра. Каждое определение повторяют 6–8 раз и берут среднее значение.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ

Поверхностное натяжение ($\sigma, \frac{H}{m}$) определяется по формуле:

$$\sigma = k[d_g - d_x] \cdot V_{cp} \quad (1)$$

где k — постоянная прибора;

d_g — плотность воды, $кг/м^3$;

V_{cp} — средний объем капли, выраженный числом деления микро-
винта.

d_x — плотность углеводородной жидкости, $кг/м^3$.

Постоянную прибора определяют по криоскопическому бензолу с известным поверхностным натяжением (σ_s) и вычисляют по формуле;

$$K = \frac{\sigma_s}{(d_b - d_s) \cdot V_{cp \delta}} \quad (2)$$

где $\sigma_s = 34,9 \cdot 10^{-3} \frac{H}{M}$ (34,9 эрг/см²),

d_s - плотность бензола, кг/м³;

d_b - плотность воды, кг/м³;

$V_{cp \delta}$ - объем капли, выраженной числом делений микровинта.

ПРИЛОЖЕНИЕ 10
Обязательное

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОДНОРОДНОСТИ РЕАГЕНТА-ДЕЭМУЛЬГАТОРА

I. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ

Стеклоанная трубка с ровными отшлифованными краями с внутренним диаметром 7-10 мм и длиной 1,2-1,5 м;

мерные цилиндры по ГОСТ 1770-74, вместимостью 50 мл;

резиновая пробка диаметром 7-10 мм.

2. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЙ И ОЦЕНКА РЕЗУЛЬТАТОВ

2.1. Из бочки с высоты около 10 см от верха и от низа отбирают две пробы реагента по 30-40 мл.

Пробы отбирают стеклянной трубкой.

Перед опусканием в бочку ее плотно закрывают резиновой пробкой или мокрым пальцем.

Опустив трубку на заданную высоту, ее открывают, выдерживают 1-2 минуты, снова закрывают, вынимают из бочки, протирают снаружи чистой тряпкой и содержимое выливают в мерные цилиндры на 50 мл.

2.2. После визуальной оценки идентичности отобранных проб по цвету и консистенции определяют основные показатели качества реагента: плотность, вязкость, коэффициент рефракции и растворимость в растворителях. Состав растворителей используют в соответствии с приложением I, графы 10-12.

2.3. Анализируют реагент из двух-трех бочек каждой партии.

2.4. Однородность реагента оценивают по значениям показателей проб, которые должны быть одинаковыми.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНОГО
ВЕЩЕСТВА В ДЕЭМУЛЬГАТОРЕ

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ

При определении содержания поверхностно-активного вещества в деэмульгаторе применяют:

сушильный шкаф с температурой нагрева 100-110°С;

весы лабораторные технические по ГОСТ 19491-74, типа ВЛТ-10, класса точности 3;

бюкс по ГОСТ 7148-70 с внутренним диаметром 33-37 мм и высотой 35 мм.

2. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ И ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ

2.1. Около 0,5 г деэмульгатора взвешивают с точностью до 0,01 г в предварительно высушенном до постоянного веса бюксе, который ватем помещают в сушильный шкаф и выдерживают в нем при 105°С в течение 2,0-2,5 часов до постоянного веса.

Шкаф помещают под вытяжкой и одновременно в нем высушивают не более пяти проб.

2.2. Содержание поверхностно-активного вещества (A , %) рассчитывают по формуле:

$$A = \frac{G_3 - G_1}{G_2 - G_1} \cdot 100, \quad (I)$$

где G_1 - масса пустого бюкса, г

G_2 - масса бюкса с исходной навеской деэмульгатора, г

G_3 - масса бюкса с деэмульгатором после сушки, г

ПРИЛОЖЕНИЕ I2
Обязательное

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЭФФИЦИЕНТА РЕФРАКЦИИ

I. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ

При определении коэффициента рефракции используют:
рефрактометр Аббе, ИРФ-22 или РА ;
термостат, обеспечивающий поддержание температуры 20°C;
спирт этиловый по ГОСТ 11547-76;
фильтровальная бумага по ГОСТ 12026-76.

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

2.1. При измерениях показателя преломления обязательно термостатирование с точностью до $\pm 0,2^{\circ}\text{C}$, для чего в нагревательную рубашку прибора подается вода из термостата с температурой 20°C.

2.2. Перед началом работы поверхности обеих призм прибора осторожно протирают мягкой тряпочкой или фильтровальной бумагой.

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

На поверхность измерительной призмы наносят 1-2 капли реагента. Плоскости призм прижимают друг к другу, и жидкость растекается между ними тонким слоем (0,1-0,2 мм). Грань одной из призм освещается рассеянным светом, отраженным от зеркала.

Наблюдая в зрительную трубу, тумблер прибора поворачивают до тех пор, пока находящаяся в поле зрения граница раздела света и тень не совпадает с находящимся в поле окуляра крестом нитей. После этого на неподвижной шкале рефрактометра отсчитывают показатель преломления. Отсчет по шкале производят до тысячных

Стр. 34 РД 39 - I-40I-80

долей, десятичные оценивают на глаз. По окончании отчета поверхность призм протирают, промывают спиртом или эфиром, вновь вытирают и призмы оставляют открытыми на 2-3 минуты для просушки.

ПРИЛОЖЕНИЕ I3
ОбязательноеМЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ НАЧАЛА ПОМУТНЕНИЯ ВОДНЫХ
РАСТВОРОВ РЕАГЕНТОВ

I. АППАРАТУРА И МАТЕРИАЛЫ

При анализе применяют:

- колбу коническую вместимостью 250 мл со шлифом;
- пробирку диаметром 30 мм и высотой 100 мм с внешним шлифом;
- термометр ртутный лабораторный по ГОСТ 215-73 с пределом измерения от 0 до 100°С;
- мерные колбы по ГОСТ 1770-74, вместимостью до 100 мл;
- металлическую кольцевую мешалку;
- плитку электрическую закрытого типа;
- глицерин по ГОСТ 6824-76;
- реагент-деэмульгатор;
- дистиллированную воду по ГОСТ 6709-72;
- сеноманскую воду.

2. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

Готовят 0,5% раствор реагента в дистиллированной или сеноманской воде. В пробирку наливают 30 мл этого раствора, помещают туда термометр и кольцевую мешалку. Термометр устанавливают так, чтобы конец его находился на расстоянии 5-10 мм от дна пробирки. Пробирку вставляют в коническую колбу, заполненную наполовину глицерином, расстояние от дна колбы до дна пробирки должно быть 5-10 мм.

Колбу нагревают таким образом, чтобы скорость повышения температуры испытуемого раствора была не более 2-3°С в минуту. Раствор периодически помешивают. Отмечают температуру, при которой появляются первые признаки помутнения.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАСТВОРИМОСТИ ДЕЭМУЛЬГАТОРОВ
В ОРГАНИЧЕСКИХ РАСТВОРИТЕЛЯХ

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ

При анализе применяют:

пробирки на 25 мл со шлифом и притертой пробкой;

цилиндры измерительные по ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 мл;

штатив для пробирок;

реагент-деэмульгатор;

бензол (или толуол, ксилол);

этанол (или пропанол, метанол);

гептан (или гексан, декан);

2. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

В пробирку взвешивают 0,5-0,6 г реагента-деэмульгатора и приливают 15 мл растворителя. Пробирку плотно закрывают пробкой, интенсивно встряхивают в течении 5-10 минут и оставляют на 15-20 минут в штативе.

При полном растворении деэмульгатора раствор его при рассмотрении в проходящем свете должен быть прозрачным и не содержать осевших на дно и стенки пробирки капелек реагента.

Содержание

	Стр.
1. Общие положения	3
2. Характеристика и свойства реагентов-деэмульгаторов .	4
3. Подбор реагентов для деэмульсации нефтей	5
4. Способ дозирования реагентов	6
5. Технология приготовления и дозирования рабочих растворов деэмульгаторов	6
6. Методы контроля расхода и технологического процесса приготовления рабочих растворов деэмульгаторов . . .	7
7. Техника безопасности	8
8. Хранение деэмульгаторов	9
9. Методы анализа деэмульгаторов	9
10. Приложения	II

РУКОВОДСТВО
ПО ПРИМЕНЕНИЮ РЕАГЕНТОВ-ДЕЭМУЛЬГАТОРОВ
ПРИ ДЕЭМУЛЬСАЦИИ НЕФТИ НА МЕСТОРОЖДЕНИЯХ
ЗАПАДНОЙ СИБИРИ

РД-39-1-401-80

Отв. за выпуск

В. А. Брайтер

Редактор

Г. Ф. Тихонова

Подписано в печать 12. 05. 80 г.

Формат бумаги 60x90¹/₁₆

Заказ 258 Тираж 150 экз.

Объем 1, 8 печ. л.

Ротапринт Сибниинп, Тюмень, Орджоникидзе, 35

Перепечатано Ротапринт Гипротюменнефтегаз,
Тюмень, Республики, 62