

УТВЕРЖДЕНО

Распоряжение от 21.10.2011г. № 186

Стандарт
«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных
испытаний химических реагентов для применения в
процессах добычи и подготовки нефти и газа»
СТ-17-03-02

Ответственный за применение нормативного документа:
Директор Производственно-технического департамента

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

СОДЕРЖАНИЕ

1.	ИНФОРМАЦИЯ О ДОКУМЕНТЕ	4
1.1.	Общие сведения о документе	4
1.2.	Назначение документа	4
1.3.	Цели документа	4
1.4.	Область применения	4
1.5.	Вводимые определения терминов, сокращений и ролей	4
2.	СОДЕРЖАНИЕ СТАНДАРТА	6
2.1.	Основные требования к химическим реагентам	6
2.1.1.	Требования к физико-химическим свойствам	6
2.1.2.	Требования к технологическим свойствам химических реагентов	6
2.1.3.	Требования безопасности	6
2.1.4.	Требования к документации на химические реагенты	7
2.1.5.	Требования к эффективности использования химических реагентов	7
2.1.6.	Показатели дополнительных физико-химических и технологических свойств	8
2.2.	Организация подбора химических реагентов	8
2.2.1.	Последовательность работ по испытаниям химических реагентов	8
2.2.2.	Анализ объектов и установление требований к химическим реагентам	9
2.2.3.	Порядок взаимодействия с производителями (поставщиками) химических реагентов до проведения испытаний	10
2.2.4.	Допуск химических реагентов к испытаниям	10
2.3.	Организация проведения испытаний химических реагентов	10
2.3.1.	Цели и задачи испытаний	10
2.3.2.	Подготовка проб химических реагентов	11
2.3.3.	Методические требования к лабораторным испытаниям	11
2.3.4.	Форма представления результатов лабораторных испытаний	12
2.3.5.	Анализ результатов	13
2.3.6.	Определение рекомендуемой стоимости химического реагента, допущенного к опытно-промышленным испытаниям	13
2.3.7.	Допуск химических реагентов к стендовым испытаниям	13
2.4.	Организация стендовых испытаний химических реагентов	14
2.4.1.	Цели и задачи стендовых испытаний	14
2.4.2.	Порядок проведения стендовых испытаний	14
2.4.3.	Программа стендовых испытаний	14
2.5.	Рассмотрение результатов стендовых испытаний	15
2.5.1.	Форма представления результатов	15
2.6.	Допуск химических реагентов к опытно-промышленным испытаниям	15
2.7.	Организация опытно-промышленных испытаний химических реагентов	15
2.7.1.	Цели и задачи опытно-промышленных испытаний	15
2.7.2.	Порядок проведения опытно-промышленных испытаний	16

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

2.7.3.	Выбор объекта для проведения опытно-промышленных испытаний.....	16
2.7.4.	Формирование ответственной группы.....	17
2.7.5.	Программа опытно-промышленных испытаний.....	17
2.7.6.	Входной контроль опытной партии химического реагента	18
2.7.7.	Методические требования к опытно-промышленным испытаниям	18
2.8.	Рассмотрение результатов опытно-промышленных испытаний.....	18
2.8.1.	Форма представления результатов.....	18
2.9.	Допуск химических реагентов к промышленному применению	18
2.10.	Входной контроль качества химических реагентов	18
3.	ОТВЕТСТВЕННОСТЬ ЗА НЕИСПОЛНЕНИЕ (НЕНАДЛЕЖАЩЕЕ ИСПОЛНЕНИЕ) НАСТОЯЩЕГО СТАНДАРТА	19
4.	НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ	19
4.1.	Внешние нормативные и распорядительные документы	19
4.2.	Внутренние нормативные и распорядительные документы	21
5.	КОНТРОЛЬ ВЕРСИЙ ДОКУМЕНТА.....	21
	ПРИЛОЖЕНИЕ 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ХИМИЧЕСКИХ РЕАГЕНТОВ	22
	ПРИЛОЖЕНИЕ 2. МЕТОДЫ ЛАБОРАТОРНЫХ ИСПЫТАНИЙ ДЕЭМУЛЬГАТОРОВ	23
	ПРИЛОЖЕНИЕ 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗАЩИТНЫХ СВОЙСТВ ИНГИБИТОРОВ КОРРОЗИИ	32
	ПРИЛОЖЕНИЕ 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БАКТЕРИЦИДНОЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ ХИМИЧЕСКИХ РЕАГЕНТОВ	42
	ПРИЛОЖЕНИЕ 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ДЕЙСТВИЯ ИНГИБИТОРОВ СОЛЕОТЛОЖЕНИЯ.....	52
	ПРИЛОЖЕНИЕ 6. МЕТОДИКА ЛАБОРАТОРНАЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЭФФЕКТИВНОСТИ РАСТВОРЯЮЩЕЙ И УДАЛЯЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ РАСТВОРИТЕЛЯ АСПО.....	60
	ПРИЛОЖЕНИЕ 7. МЕТОД ЛАБОРАТОРНЫХ ИСПЫТАНИЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ РЕАГЕНТОВ- ИНГИБИТОРОВ АСФАЛЬТЕНОСМОЛОПАРАФИНОВЫХ ОТЛОЖЕНИЙ	63
	ПРИЛОЖЕНИЕ 8. ОЦЕНКА ЭФФЕКТИВНОСТИ НЕЙТРАЛИЗАТОРОВ СЕРОВОДОРОДА.....	65
	ПРИЛОЖЕНИЕ 9. ОПЫТНО-ПРОМЫСЛОВЫЕ ИСПЫТАНИЯ ХИМИЧЕСКИХ РЕАГЕНТОВ (ДЕЭМУЛЬГАТОРОВ, БАКТЕРИЦИДОВ, НЕЙТРАЛИЗАТОРОВ СЕРОВОДОРОДА, ИНГИБИТОРОВ КОРРОЗИИ, ИНГИБИТОРОВ И РАСТВОРИТЕЛЕЙ АСПО, ИНГИБИТОРОВ СОЛЕОТЛОЖЕНИЙ)	69
	ПРИЛОЖЕНИЕ 10. ПРОГРАММА СТЕНДОВЫХ И (ИЛИ) ОПЫТНО-ПРОМЫСЛОВЫХ ИСПЫТАНИЙ ХИМРЕАГЕНТА В ПОДРАЗДЕЛЕНИИ «.....», ОБЪЕКТ	81

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

1. ИНФОРМАЦИЯ О ДОКУМЕНТЕ

1.1. Общие сведения о документе

Тип документа:	Стандарт		
Аннотация:	Определяет порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа		
Минимальная периодичность пересмотра:	3 года	Максимальная периодичность пересмотра:	5 лет
Ограничения доступа:	Без ограничений		

1.2. Назначение документа

- организация процесса внедрения эффективных химических реагентов на объектах добычи, сбора, подготовки и транспорта углеводородного сырья и воды;
- регламентация порядка проведения лабораторных, стендовых и опытно-промышленных испытаний и методов оценки качества химических реагентов.

1.3. Цели документа

Повышение эффективности использования химических реагентов и обеспечение оптимизации себестоимости добычи углеводородного сырья за счет упорядочения процесса проведения лабораторных, стендовых и опытно-промышленных испытаний химических реагентов в ОАО АНК «Башнефть» и ДЗО.

1.4. Область применения

Настоящий документ обязаны знать и использовать в работе следующие должностные лица:

Таблица 1. Область применения

Наименование должности/роли	ОАО АНК «Башнефть»
Все работники, участвующие в процессе внедрения и закупа химических реагентов	X

1.5. Вводимые определения терминов, сокращений и ролей

Таблица 2. Перечень сокращений

Сокращение	Расшифровка сокращения
АСЖ	Анализатор сероводорода в жидкости
АСПО	Асфальтеносмолопарафиновые отложения
ГОСТ	Государственный стандарт
ГЦСС	Государственный центр по сертификации и стандартизации
ДДНГ	Департамент добычи нефти и газа
ДЗО	Дочернее и зависимое общество ОАО АНК «Башнефть»
ДНС	Дожимная насосная станция
НТС	Научно-технический совет
ОСТ	Отраслевой стандарт
ППД	Поддержание пластового давления
ПТД	Производственно-технический департамент
РД	Руководящий документ
РФ	Российская Федерация
СВБ	Сульфатвосстанавливающие бактерии
ТБ	Теоновые бактерии
ТУ	Технические условия
УОБ	Углекислородокисляющие бактерии
УПН	Установка подготовки нефти
УПС	Установка предварительного сброса
УПСВ	Установка предварительного сброса воды
ХР	Химический реагент
ЦЗК	Центральная закупочная комиссия

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

Таблица 3. Перечень терминов

Наименование термина	Определение термина
Базовый химический реагент	Химический реагент с известными свойствами и стоимостью, используемый на объектах ДЗО и применяемый для сравнения с испытуемыми химическими реагентами
Бактерицид	Химический реагент, применяемый для подавления роста и развития сульфатвосстанавливающих и других бактерий
Дезэмульгатор	Химический реагент, способствующий разрушению водонефтяных эмульсий
Допуск химических реагентов к промышленному применению	Решение о возможности промышленного использования химических реагентов на основании опытно-промышленных испытаний
Допуск химических реагентов к лабораторным испытаниям	Решение о возможности проведения лабораторных испытаний химических реагентов, рекомендуемых компанией-производителем (поставщиком)
Допуск химических реагентов к опытно-промышленным испытаниям	Решение о возможности проведения опытно-промышленных испытаний химических реагентов на основании результатов лабораторных испытаний
Ингибитор	Химический реагент, применяемый для предотвращения или замедления нежелательных процессов
Ингибитор коррозии	Химический реагент, который при введении в коррозионную среду (в незначительном количестве) снижает скорость коррозии металла
Ингибитор солейотложений	Химический реагент, способствующий предотвращению отложений минеральных солей в трубопроводах и нефтепромысловом оборудовании
Ингибитор-бактерицид	Химический реагент комплексного действия, обладающий свойствами ингибитора коррозии и бактерицида
Ингибитор АСПО	Химический реагент, применяемый для предотвращения или замедления процессов образования асфальтеносмолопарафиновых отложений
Индекс активности	Отношение удельного расхода базового химического реагента к удельному расходу испытуемого химического реагента, обеспечивающего требуемую эффективность действия при одинаковых условиях испытаний
Лабораторные испытания	Испытания химических реагентов, проводимые в лабораторных условиях
Общество	ОАО АНК «Башнефть»
Опытная партия химического реагента	Количество химического реагента, необходимое для проведения опытно-промышленных испытаний
Опытно-промышленные испытания	Испытания опытных партий химических реагентов на действующих объектах добычи углеводородного сырья ДЗО
Партия химического реагента	Любое количество химического реагента, сопровождаемое одним документом (паспортом) и соответствующее по показателям качества указанным в нем параметрам
Предлабораторные исследования	Исследования химических реагентов в лабораторных или промышленных условиях, проводимые производителем (поставщиком) химических реагентов или специализированными предприятиями
Растворитель АСПО	Химический реагент, применяемый для удаления асфальтеносмолопарафиновых отложений
Товарная форма химического реагента	Вид, в котором химический реагент поставляется потребителю
Удельный расход	Количество химического реагента, необходимое для достижения заданного уровня технологических показателей, отнесенное к единице обрабатываемой среды
Химический реагент	Вещество или смесь веществ, добавляемые в водонефтегазовые смеси для воздействия на процессы, связанные с добычей, сбором, подготовкой и транспортом углеводородного сырья и воды

Таблица 4. Перечень ролей

Наименование роли	Описание роли
Главный инженер	Технический руководитель ДЗО
Ответственный за проведение испытания	Подразделение производственной службы ДЗО непосредственно участвующее в добыче, подготовке и сдаче нефти и газа, а также в проведении сопутствующих научно-исследовательских работ
Ответственный за контроль испытания	Подразделение ДЗО ответственное за контроль и повышение технологической эффективности процессов добычи, подготовки и сдачи нефти и газа.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

2. СОДЕРЖАНИЕ СТАНДАРТА

2.1. Основные требования к химическим реагентам

Настоящий раздел устанавливает единые требования к ХР, используемым на объектах добычи углеводородного сырья Общества.

ХР, не отвечающие требованиям п.2.1.1.-2.1.6. настоящего Стандарта, к применению на объектах Общества не допускаются.

2.1.1. Требования к физико-химическим свойствам

Основные физико-химические свойства ХР характеризуются следующими показателями:

Внешний вид – ХР должен быть однородным:

- для жидкой формы – не расслаивающимся на фазы, без взвешенных и оседающих частиц;
- для порошкообразной формы – однородным по цвету и составу, без наличия каких-либо посторонних примесей.

Температура застывания – ХР в жидкой товарной форме должен иметь температуру застывания ниже минимально возможной температуры окружающей среды района. Допускается, по согласованию с Обществом, поставка и применение ХР, имеющих высокую температуру застывания, при условии применения технологии, позволяющей разогреть ХР при сохранении ими физико-химических и технологических свойств.

Вязкость кинематическая – вязкость жидкого ХР при применении не должна быть выше указанной в паспортных характеристиках дозирующих насосов, используемых на объектах планируемого применения.

Плотность – плотность ХР используется для технологических расчетов при его применении и в связи с этим подлежит обязательному измерению и декларированию.

Массовая доля активной основы – количество эффективной составляющей ХР, выраженное в процентах от общей массы.

2.1.2. Требования к технологическим свойствам химических реагентов

- ХР не должен повышать устойчивость водонефтяных эмульсий;
- ХР не должен ухудшать степень подготовки нефти для поставки транспортным организациям, предприятиям Российской Федерации и для экспорта;
- ХР в товарной форме должен сохранять свои свойства при транспортировке, в течение гарантийного срока хранения;
- ХР (в товарной или другой форме) не должен вызывать коррозию и отрицательных воздействий на нефтепромысловое оборудование.

2.1.3. Требования безопасности

ХР, подлежащие применению на объектах Общества, должны пройти испытания в соответствии с настоящим регламентом, а именно:

- идентификацию химического продукта;
- определение физико-химических показателей;
- определение показателей пожаровзрывобезопасности;
- определение санитарно-гигиенических и санитарно-токсикологических показателей;
- оценку влияния ХР на качество подготовки нефти, газа, воды.

ХР допускаются к лабораторным испытаниям при условии наличия их в отраслевом Реестре "Перечень химических продуктов, согласованных и допущенных к применению в нефтяной отрасли". ХР, не зарегистрированные в отраслевом Реестре, к испытаниям и применению на объектах Общества не допускаются.

Отраслевой Реестр формируется ГЦСС "Нефтепромхим" с ежемесячной актуализацией, ознакомиться с которым можно на официальном сайте: www.gcssnph.ru.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт «Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	СТ-17-03-02
		Для внутреннего использования

2.1.4. Требования к документации на химические реагенты

ХР, применяемые на объектах добычи углеводородного сырья Общества, должны иметь следующий комплект сопроводительной документации:

для ХР отечественного производства

- технические условия (ТУ) или стандарт на продукцию;
- инструкцию по применению;
- сертификат соответствия, выданный Органом по сертификации топливно-энергетического комплекса;
- санитарно-эпидемиологическое заключение о соответствии ХР санитарным правилам, действующим на территории РФ;
- сертификат на применение ХР в технологических процессах добычи и транспорта нефти, выданный Министерством энергетики РФ (ГЦСС "Нефтепромхим");
- документы, подтверждающие наличие у производителя производственных мощностей и лабораторий, обеспечивающих стабильность состава ХР.

для ХР иностранного производства

- паспорт безопасности вещества;
- спецификацию на поставку с указанием номера контракта;
- техническую информацию (инструкцию по применению);
- санитарно-эпидемиологическое заключение о соответствии ХР санитарным правилам, действующим на территории РФ;
- сертификат на применение ХР в технологических процессах добычи и транспорта нефти, выданный Министерством энергетики РФ (ГЦСС "Нефтепромхим");
- документы, подтверждающие наличие у производителя производственных мощностей и лабораторий, обеспечивающих стабильность состава ХР.

Документация на ХР иностранного производства должна быть на языке оригинала и на русском языке, заверенная подписью ответственного лица и печатью.

Техническая документация на ХР (ТУ, инструкция по применению или др.) должна содержать следующую информацию:

- основные физико-химические свойства;
- агрегатное состояние;
- класс химического соединения активной основы;
- растворители, входящие в состав ХР (если таковые имеются);
- методика определения массовой доли активной химической основы;
- методики определения остаточного содержания ХР в водной и углеводородной фазах;
- требования безопасности при применении ХР;
- срок и условия хранения.

2.1.5. Требования к эффективности использования химических реагентов

Эффективность защитного действия (применительно к ингибиторам коррозии) – ХР должен обеспечивать при заданных условиях степень защиты от коррозии не менее 90%.

Эффективность бактерицидного действия (применительно к бактерицидам) – ХР должен обеспечивать при заданных условиях степень подавления жизнедеятельности адгезированных форм бактерий 100%.

Эффективность ингибирования солеотложения (применительно к ингибиторам солеотложения) – ХР должен обеспечивать при заданных условиях степень снижения выпадения минеральных солей не менее 90%.

Эффективность деэмульгирующего действия (применительно к деэмульгаторам) – ХР должен обеспечивать:

- реализацию предварительного сброса воды до остаточного содержания в нефти 5-10 % в течение времени пребывания в отстойной зоне аппаратов 40-60 мин;

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

- реализацию глубокого сброса воды до остаточного содержания в нефти менее 1 % в течение времени пребывания в отстойной зоне аппаратов 40-60 мин;
- реализацию обезвоживания и обессоливания нефти (в соответствии с требованиями ГОСТ Р 51858-2002) в течение времени пребывания в отстойной зоне аппаратов 40-60 мин;
- для снижения гидравлических сопротивлений в системе сбора и транспорта нефти должен снижать вязкость эмульсии.

Эффективность растворения АСПО (применительно к растворителям АСПО) – ХР должен обеспечивать при нормальных условиях степень растворения АСПО более 80%.

Эффективность нейтрализации сероводорода - способность ХР обеспечивать доведение качества нефти до первой группы по ГОСТ Р 51858-2002.

2.1.6. Показатели дополнительных физико-химических и технологических свойств

Особенности технологий применения ХР могут требовать определения дополнительных физико-химических и технологических свойств, которые характеризуются следующими показателями:

Совместимость химических реагентов – способность ХР не оказывать отрицательного воздействия на показатели других ХР при совместном их применении.

Агрессивность – ХР (в товарной или другой форме) не должен повышать коррозионную активность транспортируемой (обрабатываемой) среды.

Эффект последействия (применительно к ингибиторам коррозии) – способность ХР сохранять защитную пленку на поверхности металла без ее поддержания (прекращение постоянного дозирования), обеспечивая при этом требуемую эффективность защитного действия.

Тип ХР – по типу взаимодействия с водной и углеводородной фазами ХР подразделяются на:

- водорастворимые;
- вододиспергируемые;
- углеводородорастворимые.

Коэффициент межфазного распределения – величина, характеризующая распределение ХР между водной и углеводородной фазами.

Совместимость химического реагента с пластовой водой (применительно к ингибиторам солеотложения) – ХР при смешении с пластовой водой не должен образовывать гели и твердый осадок, вызывать расслоение жидкости.

Требования к показателям дополнительных физико-химических и технологических свойств определяются на стадии анализа объекта применения ХР (п. 2.2.3.) с учётом его технологических, конструктивных и других особенностей.

2.2. Организация подбора химических реагентов

2.2.1. Последовательность работ по испытаниям химических реагентов

Испытание ХР является многостадийным процессом, включающим следующие этапы:

1. Инициирование внедрения новых химических реагентов. Инициаторами выступают производители (поставщики) ХР и ответственные за контроль по средствам направления в Общество предложений об испытании и внедрении новых ХР;
2. Установление и направление производителям (поставщикам) требований к показателям ХР с учётом особенностей объектов, планируемой технологии применения, климатических характеристик региона и других факторов, зависящих от существующих (планируемых) технологий добычи, транспорта и подготовки углеводородного сырья;
3. Представление производителями (поставщиками) ХР опытных образцов в стороннюю научно-исследовательскую организацию и условий их применения, технической документации;
4. Кодирование опытных образцов ХР ответственным за контроль;
5. Разработка, согласование и утверждение программы лабораторных испытаний. Программа разрабатывается ДЗО, согласовывается подразделением ДЗО и ДДНГ или ПТД, утверждается главным инженером.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

6. Проведение лабораторных и (или) стендовых испытаний сторонней научно-исследовательской организацией по договору между производителем (поставщиком) ХР и данной организацией;
7. Выдача результатов испытаний производителю (поставщику) и ответственному за контроль;
8. Анализ полученных результатов и принятие решения о проведении опытно-промышленных испытаний;

9. Проведение опытно-промышленных испытаний. Опытно-промышленные испытания проводятся на объектах ДЗО силами ее структурных подразделений. Выбор объекта для проведения опытно-промышленных испытаний производится специалистами ДЗО.

Ответственный за проведение испытаний подразделения ДЗО, в котором проводятся опытно-промышленные испытания, обеспечивает подготовку объекта и соблюдение технологии применения ХР. Представитель производителя (поставщика) ХР совместно с ответственным за контроль осуществляют надзор за проведением опытно-промышленных испытаний, при необходимости с выездом на объекты испытаний, проверкой режима и технологии подачи ХР. Выявленные отклонения и нарушения оперативно устраняются ответственным за проведение, а результаты проверки в последующем вносятся в акт.

Заключение о результатах опытно-промышленных испытаний составляется совместно ответственным за проведение и специалистами производителя (поставщика) и направляется ответственному за контроль, ДДНГ или ПТД (по функциональному направлению) и производителю (поставщику) ХР.

10. Анализ полученных результатов и принятие решения о промышленном внедрении.

11. При положительных результатах лабораторных, стендовых и опытно-промышленных испытаний ХР вносятся в перечень ХР, применяемых на месторождениях Общества.

Последовательность этапов по испытанию ХР и результаты этих работ представлены на рис. 1.

Схема движения подбора химреагентов

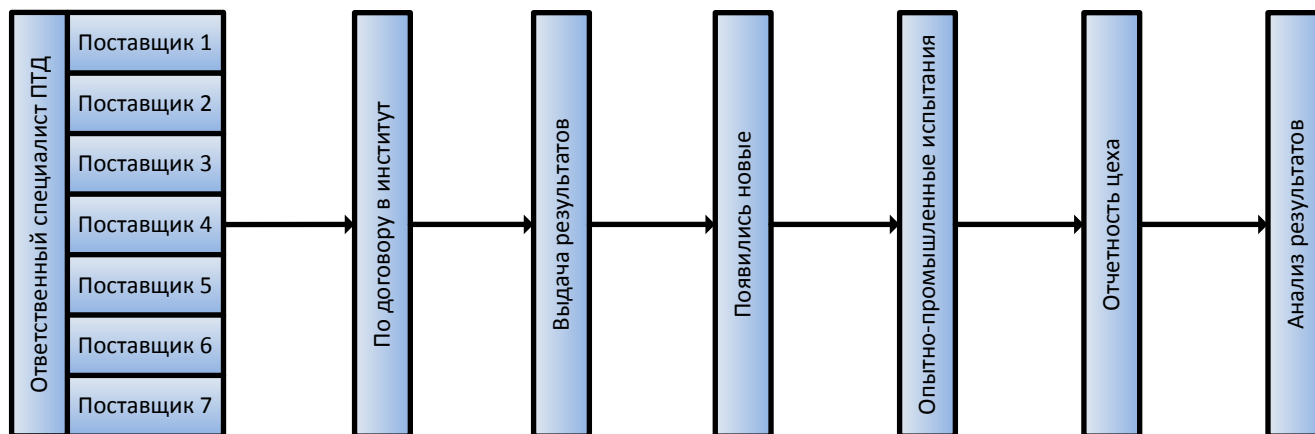


Рис. 1 Схема движения подбора ХР

2.2.2. Анализ объектов и установление требований к химическим реагентам

Анализ объектов осуществляется с целью определения основных сведений, необходимых для проведения процедур выбора, испытания и внедрения ХР, и установления требований к технологическим показателям ХР.

Исходные данные должны содержать следующую информацию:

характеристики технологического объекта

- наименование и назначение объекта;
 - климатические условия района расположения объекта;
 - технологические схемы процесса, характеристику и параметры работы оборудования;
- характеристики обрабатываемой (транспортируемой) среды

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

- температура;
- обводненность;
- газовый фактор;
- состав водной фазы (ионный состав, рН, содержание растворенных газов: сероводород, двуокись углерода, кислород, микробиологическая зараженность);
- режим течения (для линейных объектов);
- физико-химические свойства.

Исходные данные могут содержать дополнительные сведения, уточняющие особенности объектов и планируемые технологии применения ХР, и другую информацию.

В зависимости от предполагаемой технологии применения ХР могут быть определены дополнительные требования к показателям физико-химических и технологических свойств.

Перечень и значения установленных требований должны оставаться неизменными на протяжении всего цикла испытаний и вне зависимости от вида испытаний (лабораторные, стендовые и (или) опытно-промышленные).

2.2.3. Порядок взаимодействия с производителями (поставщиками) химических реагентов до проведения испытаний

Производителям (поставщикам) направляется информационное письмо о возможности проведения испытаний ХР в сторонней научно-исследовательской организации на договорной основе. Письмо должно содержать следующую информацию:

- требования к ХР (п. 2.2.3.);
- характеристики технологических объектов планируемого применения ХР;
- количество (объем проб) ХР, необходимое для проведения испытаний;
- форму и сроки предоставления материалов.

При необходимости предварительного подбора компонентов ХР для составления рецептуры по запросу производителя (поставщика) предоставляются пробы отложений или солей наиболее осложнённых объектов. В дальнейшем на пробах этих же объектов проводятся испытания.

2.2.4. Допуск химических реагентов к испытаниям

Допуск химических реагентов к лабораторным испытаниям производится на основе анализа полученной от производителей (поставщиков) информации на соответствие установленным требованиям.

Рассмотрение документации проводится ответственным за контроль.

ХР, не имеющие необходимого комплекта сопроводительной документации или несоответствующие установленным требованиям, к испытаниям не допускаются.

2.3. Организация проведения испытаний химических реагентов

2.3.1. Цели и задачи испытаний

Применение ХР для процессов добычи, сбора, подготовки и транспорта углеводородного сырья осуществляется на объектах (кустах скважин, ДНС, УПСВ, трубопроводах), отличающихся большим разнообразием температур, давлений, составов обрабатываемых и транспортируемых жидкостей, гидродинамических режимов. В то же время не существует универсальных ХР, одинаково эффективных в широком диапазоне рабочих условий.

По этой причине промышленное применение ХР требует осуществления предварительной оценки их потенциальной эффективности, даже если имеются сведения о положительных результатах применения ХР на других объектах.

Таким образом, для предварительного выбора ХР требуется использование надежных, достоверных и быстрых лабораторных методов оценки технологических свойств и эффективности их действия.

Целями и задачами лабораторных испытаний являются:

- принципиальная оценка возможности применения ХР;

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

- определение основных физико-химических и технологических (применительно к заданным условиям) показателей ХР и установление их соответствия требованиям настоящего стандарта;
- выбор из числа испытуемых ХР наиболее приемлемых для дальнейших опытно-промышленных испытаний;
- разработка рекомендаций для опытно-промышленных испытаний ХР.

Программа лабораторных испытаний составляется с учётом установленных требований к ХР и методических особенностей лабораторных испытаний, изложенных в п. 2.1. настоящего стандарта. Программа лабораторных испытаний должна содержать цель испытаний, перечень и последовательность определяемых показателей с указанием методик их определения, требования к показателям, сроки выполнения и порядок предоставления результатов испытаний.

Обязательному включению в программу лабораторных испытаний подлежат показатели, изложенные в п.2.1.1 и 2.1.5 (в зависимости от вида испытуемого ХР) настоящего стандарта. При необходимости в программу лабораторных испытаний могут быть включены работы по определению дополнительных показателей (п. 2.1.6).

Очередность этапов программы лабораторных испытаний должна предусматривать возможность исключения из последующих испытаний ХР не соответствующих установленным требованиям.

При формировании последовательности испытаний следует учитывать, что работы по определению показателей, для которых используются индивидуальные методики, должны проводиться после окончания испытаний по определению основных показателей и предоставления их результатов в виде протоколов испытаний.

2.3.2. Подготовка проб химических реагентов

Количество ХР, необходимого для проведения лабораторных испытаний определяется программой испытаний. Желательно предоставление проб ХР в объеме достаточном для проведения дополнительных испытаний всех объектах ДЗО. По данной пробе проводятся лабораторные испытания по выбранному объекту.

В случае если на объекте Общества уже применяются ХР, то они включаются в перечень испытуемых ХР как реагенты сравнения (базовый химический реагент).

При испытании ХР, предназначенных для применения на вновь вводимом в эксплуатацию объекте, в перечень включается ХР применяемый на аналогичных объектах, который при анализе результатов испытаний считается базовым химическим реагентом.

Ёмкости для ХР, подлежащих сравнительным лабораторным испытаниям, должны быть идентичными и не иметь никаких отличительных особенностей. На этикетке указывается номер пробы, наличие других пометок и информации не допускается.

Акт, содержащий индивидуальные номера проб и соответствующие им наименования ХР, подлежит разглашению только после получения результатов испытаний по определению основных показателей. Нумерацией проб и составлением акта производится ответственным за контроль испытаний.

2.3.3. Методические требования к лабораторным испытаниям

Стадия лабораторных испытаний включает ряд последовательных этапов, содержащих:

- определение основных физико-химических свойств (внешний вид, кинематическая вязкость, температура застывания и др.);
- определение основных показателей эффективности использования ХР (эффективность защитного действия и др.);
- определение технологических показателей, необходимых для проведения стендовых и (или) опытно-промышленных испытаний (удельный расход, совместимость с другими ХР и др.).

Любой из этапов может включать один или несколько методов определения показателей, при этом до начала испытаний необходимо определить приоритетность методов.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

Последовательность испытаний должна предусматривать исключение нетехнологичных и малоэффективных ХР уже на начальных этапах испытаний. В связи с этим ХР, не соответствующие предъявляемым к ним требованиям, к дальнейшим испытаниям не допускаются. Рекомендуется проведение лабораторных испытаний группами, т.е. одновременно несколько однотипных ХР разных производителей (поставщиков) в сравнении друг с другом и базовыми ХР. Рекомендуемые методики определения основных физико-химических свойств ХР изложены в Приложении 1.

Рекомендуемые методики определения эффективности ХР приведены в Приложении 2-9.

Использование предлагаемых методов не исключает применения других способов испытаний, аттестованных в соответствующем порядке и согласованных с Обществом. Однако с целью обеспечения сопоставления результатов экспериментов и выработки единого мнения по определенным видам технологических показателей рекомендуется при проведении испытаний придерживаться методов, приведенных в приложениях к настоящему стандарту.

Для определения показателей, характеризующихся индивидуальностью состава ХР, например, массовая доля активной основы, остаточное содержание ХР в водной и углеводородной фазах и др., необходимо использовать методики производителей ХР.

Лабораторные испытания проводятся сторонней научно-исследовательской организацией (возможно присутствие ответственного за контроль).

Контроль проведения лабораторных испытаний осуществляет ответственный за контроль испытаний. Периодически (выборочно) проводится контрольная проверка проведения лабораторных испытаний с привлечением представителей ДДНГ или ПТД (по функциональному направлению).

2.3.4. Форма представления результатов лабораторных испытаний

Ответственный за проведение испытаний составляет отчет, который должен содержать:

- программу проведения испытаний;
- сводные таблицы результатов испытаний (не допускается сопоставлять показатели, определенные по различным методикам);
- протоколы (таблицы) испытаний;
- методики проведения испытаний, в случае если они отличаются от методик, определенных настоящим стандартом;
- заключение о соответствии (несоответствии) испытуемых ХР предъявляемым к ним требованиям;
- рекомендации о целесообразности (нецелесообразности) проведения стендовых и (или) опытно-промышленных испытаний ХР.

Результаты испытаний оформляют в виде протокола, являющегося обязательным приложением к отчету и содержащего:

- маркировку испытуемого ХР;
- наименование методики испытаний;
- условия испытаний, такие как: температура, состав сред и т.д.
- значения определяемых показателей;
- и др.

Рекомендуемые формы протоколов (таблиц) испытаний представлены в соответствующих методиках Приложений.

Если по результатам лабораторных испытаний ХР рекомендован к дальнейшим испытаниям, то в отчете должна содержаться информация о рекомендуемых удельных расходах и требования к условиям проведения опытно-промышленных испытаний.

Допускается представление промежуточных отчетов, содержащих предварительные результаты лабораторных испытаний, если это предусмотрено программой лабораторных испытаний.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

2.3.5. Анализ результатов

Результаты лабораторных испытаний, представленные в виде отчетов, удовлетворяющих требованиям настоящего стандарта.

Производители (поставщики) ХР информируются об итогах лабораторных испытаний вне зависимости от полученных результатов.

ХР, не соответствующие предъявляемым к ним требованиям, к дальнейшим испытаниям не допускаются.

ХР, прошедшие лабораторные испытания, признанные соответствующими установленным требованиям ранжируются по удельному расходу.

ХР для которых не предусмотрены стендовые испытания допускаются к опытно-промышленным испытаниям.

ХР, прошедшие лабораторные и стендовые (при необходимости) испытания, признанные соответствующими установленным требованиям и рекомендуемые к опытно-промышленным испытаниям, ранжируются по экономическим показателям, одним из которых является величина удельных затрат (S_i), определяемая по следующей формуле:

$$S_i = \frac{q_i \cdot C_{\phi}}{10^6},$$

где q_i – удельный расход испытуемого ХР, обеспечивающий минимальный требуемый уровень эффективности действия, г/м³;

C_{ϕ} – фактическая стоимость ХР, руб/т;

10^6 – переводной коэффициент.

Величина удельного расхода для ингибитора коррозии должна обеспечивать минимальный требуемый уровень эффективности действия равный 90%.

Для бактерицидов величину удельного расхода принимают равной минимальной дозировке ХР, обеспечивающей степень подавления жизнедеятельности бактерий 100%.

2.3.6. Определение рекомендуемой стоимости химического реагента, допущенного к опытно-промышленным испытаниям

Для расчета рекомендуемой (номинальной) стоимости ХР, допущенного к проведению опытно-промышленных испытаний, следует определить стоимость базового химического реагента $C_{\text{э}}$, (руб/т), которая принимается равной закупочной стоимости ХР, применяемого на объекте ДЗО либо на других объектах Общества с подобными характеристиками и условиями эксплуатации.

Номинальная стоимость ХР C_i (руб/т) составляет:

$$C_i = A_i \cdot C_{\text{э}},$$

где A_i – индекс активности рассматриваемого ХР, определяемый по формуле:

$$A_i = \frac{q_{\text{э}}}{q_i},$$

где $q_{\text{э}}$ – удельный расход базового химического реагента, обеспечивающий минимальный требуемый уровень эффективности действия;

q_i – удельный расход испытуемого ХР, обеспечивающий минимальный требуемый уровень эффективности действия.

Фактическая стоимость ХР, допущенного к опытно-промышленным испытаниям, не может быть выше номинальной.

2.3.7. Допуск химических реагентов к стендовым испытаниям

Решение о допуске ХР к стендовым испытаниям принимается сторонней научно-исследовательской организацией на основании положительного заключения по результатам лабораторных испытаний. Стендовые испытания проводятся только для ингибиторов коррозии.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

2.4. Организация стендовых испытаний химических реагентов

2.4.1. Цели и задачи стендовых испытаний

Стендовые испытания являются промежуточным этапом работ по допуску ХР к опытно-промышленным испытаниям.

К стендовым испытаниям допускаются ХР, имеющие положительные результаты лабораторных испытаний.

Стендовые испытания проводятся с целью получения данных для обоснования целесообразности проведения опытно-промышленных испытаний ХР.

Задачи, решаемые на стадии стендовых испытаний:

- подтверждение принципиальной возможности опытно-промышленных испытаний ХР, рекомендованных по результатам лабораторных испытаний;
- уточнение эффективных удельных расходов ХР;
- установление параметров, необходимых для разработки рекомендаций по технологии использования ХР.

Стендовые испытания включают в себя следующие стадии:

- формирование ответственной группы;
- составление программы с указанием сроков проведения испытаний;
- определение критериев успешности испытаний;
- проведение стендовых испытаний;
- определение успешности испытаний (составление акта испытаний);
- принятие решения о допуске ХР к опытно-промышленным испытаниям.

2.4.2. Порядок проведения стендовых испытаний

Стендовые испытания ХР должны включать следующие этапы:

- выбор объекта для проведения стендовых испытаний;
- формирование рабочей группы из числа ответственных за проведение и контроль испытаний;
- разработка программы стендовых испытаний;
- входной контроль ХР;
- проведение испытаний;
- анализ полученных результатов;
- принятие решения о допуске ХР к опытно-промышленным испытаниям;

Выбор объекта для проведения стендовых испытаний осуществляется с учётом особенностей планируемого объекта применения ХР, при этом необходимым условием является оснащение этого объекта специализированным оборудованием, предназначенным для замера или контроля требуемых программой испытаний показателей.

Стендовые испытания проводятся непосредственно на планируемом объекте применения.

2.4.3. Программа стендовых испытаний

Программа стендовых испытаний является основным документом, определяющим цели и задачи, порядок проведения испытаний и ответственность участников.

Программа испытаний разрабатывается рабочей группой, при необходимости могут быть привлечены специалисты других организаций.

Программа испытаний составляется с учётом установленных требований к ХР и методических особенностей стендовых испытаний.

Программа испытаний должна содержать цель испытаний, характеристику объекта, требования к подготовке объекта, перечень и последовательность определяемых (контролируемых) показателей, требования к показателям, сроки выполнения и порядок оформления результатов.

Перечень установленных требований и их значения должны оставаться неизменными на протяжении всего цикла испытаний.

При проведении стендовых испытаний нескольких ХР одного типа должна быть составлена единая программа испытаний.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

Программа стендовых испытаний после подписания её всеми участниками рабочей группы утверждается главным инженером и направляется в ДДНГ или ПТД (по функциональному направлению) для согласования.

2.5. Рассмотрение результатов стендовых испытаний

2.5.1. Форма представления результатов

После окончания испытаний составляется акт, подписываемый участниками рабочей группы и утверждаемый главным инженером, в котором должны быть приведены:

- описание и режимы технологического процесса проведения стендовых испытаний с приложением принципиальных технологических схем объектов, на которых проводились испытания;
- технологические параметры процесса во время работы на испытуемом и базовом ХР (испытуемом до начала проведения испытаний);
- величины удельных расходов испытуемого и базового ХР и фактические величины индекса активности испытуемого ХР (A_{Φ});
- показатели эффективности действия испытуемого и базового ХР;
- выводы о возможности опытно-промышленных испытаний испытуемого ХР;
- рекомендации по опытно-промышленным испытаниям ХР.

Индексом активности фактическим (A_{Φ}) называется отношение фактического удельного расхода базового ХР, установленного по результатам промышленного использования ($q_{\text{эф}}$), к удельному расходу ХР, установленному по результатам стендовых испытаний и обеспечивающему требуемый уровень эффективности действия (q_{Φ}):

$$A_{\Phi} = \frac{q_{\text{эф}}}{q_{\Phi}}$$

2.6. Допуск химических реагентов к опытно-промышленным испытаниям

Решение о допуске ХР к опытно-промышленным испытаниям принимается ДЗО на основании акта о проведенных лабораторных и (или) стендовых испытаний.

На основании результатов лабораторных и (или) стендовых испытаний устанавливаются необходимые объёмы ХР для проведения опытно-промышленных испытаний и время проведения согласованное с производителем (поставщиком) ХР.

Акт лабораторных и (или) стендовых испытаний и документ, отражающий потребность ДЗО в ХР, его рекомендуемая стоимость, программа проведения опытно-промышленных испытаний направляются в ДДНГ или ПТД (по функциональному направлению) для согласования.

2.7. Организация опытно-промышленных испытаний химических реагентов

2.7.1. Цели и задачи опытно-промышленных испытаний

Опытно-промышленные испытания являются завершающим этапом работ по допуску ХР к промышленному применению. К опытно-промышленным испытаниям допускаются ХР, имеющие положительные результаты лабораторных и при необходимости стендовых испытаний.

Цели:

Опытно-промышленные испытания проводятся с целью получения окончательных данных для технико-экономического обоснования целесообразности промышленного применения ХР.

Партия ХР для проведения опытно-промышленных испытаний как правило поставляется производителем (поставщиком) на правах презентации.

Возможна поставка опытной партии ХР с оплатой по результатам испытаний (положительных результатов).

Оплата опытной партии ХР при положительных результатах опытно-промышленных испытаний осуществляется в соответствии с Политикой «Закупочная деятельность в ОАО АНК «Башнефть» (ПТ-09-04-01) как закупка у единственного поставщика с целью проведения пробной эксплуатации, опытно-промышленных испытаний (п.4.2.2. ПТ-09-04-01). Стоимость закупаемого

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

для опытно-промышленных испытаний ХР заранее согласовывается с производителем (поставщиком) и не может превышать номинальную по п. 2.3.6 настоящего стандарта.

Положительным результатом считается достижение технологического эффекта (степень защиты, эффективность растворения АСПО и т.д.) на уровне базового или выше при удельном расходе реагента равного удельному расходу базового реагента или ниже. Критерии определяющие положительный результат указываются в программе опытно-промысловых испытаний и согласовываются с производителем (поставщиком) ХР.

При получении отрицательного результата оплата опытной партии реагента не производится.

Объем реагента определяется индивидуально для каждого объекта опытно-промысловых испытаний совместно специалистами ДЗО и представителем производителя (поставщика), исходя из условия обеспечения получения достоверных результатов опытно-промысловых испытаний. Ориентировочные объемы ХР для проведения опытно-промысловых испытаний, сроки и количество объектов приведены ниже:

Таблица 5. Ориентировочные объемы ХР

Химический реагент	Количество, т	Сроки, количество объектов
Деэмульгатор		
для внутритрубной деэмульсации и подготовки	1-2	1 мес.
для скважинной деэмульсации	1	10 скв. по 3 обработки
Ингибитор коррозии	10	1 мес.
Ингибитор солеотложения	5	3-4 скв.
Ингибитор АСПО	5	3-4 скв.
Растворитель АСПО		
для скважин	10	5 скв. по 2 обработки
для трубопроводов	5	1 мес.
Бактерицид	10	2 обработки
Поглотитель сероводорода	1-2	1 мес.

Задачи:

- подтверждение принципиальной возможности промышленного применения химических реагентов, рекомендованных по результатам лабораторных испытаний, стендовых испытаний (для отдельных реагентов);
- определение эффективных удельных расходов ХР;
- установление параметров, необходимых для разработки рекомендаций по технологии промышленного использования ХР.

2.7.2. Порядок проведения опытно-промысловых испытаний

Опытно-промысловые испытания ХР должны включать следующие этапы:

- выбор объекта для проведения опытно-промысловых испытаний;
- формирование рабочей группы из числа ответственных за проведение и контроль испытаний;
- разработка программы опытно-промысловых испытаний;
- входной контроль опытной партии ХР;
- проведение испытаний;
- анализ полученных результатов;
- принятие решения о допуске ХР к промышленному применению.

2.7.3. Выбор объекта для проведения опытно-промысловых испытаний

Выбор объекта для проведения опытно-промысловых испытаний осуществляется с учётом особенностей планируемого объекта применения ХР, при этом необходимым условием является оснащение этого объекта специализированным оборудованием, предназначенным для замера или контроля требуемых программой испытаний показателей.

Допускается проведение опытно-промысловых испытаний непосредственно на планируемом объекте применения, для испытания деэмульгаторов это условие является обязательным.

Объект должен соответствовать следующим критериям:

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

- обладать наиболее высокими показателями осложнения (высокая вязкость эмульсии, высокая скорость коррозии, высокое содержание сероводорода и т.д.), кроме случаев подбора ХР для определённого технологического процесса или определенного объекта;
- возможностью оперативного контроля за параметрами работы;
- возможностью в минимальный срок выполнить возврат подачи предыдущего реагента.

Рекомендуемые параметры линейных объектов (трубопроводы системы нефтесбора, ППД):

- статус трубопровода: действующий;
- протяженность объекта: не менее 1000 м;
- материал труб: соответствующий материалу труб планируемого объекта применения ХР;
- диаметр труб: не менее диаметра труб планируемого объекта применения ХР;
- рабочее давление: не более 60 кг/см²;
- температура жидкости: без ограничений;
- режим движения жидкости: аналогичный режиму планируемого объекта применения ХР;
- обводненность: не менее обводненности среды планируемого объекта применения ХР;
- наличие водных переходов – не допускается;
- рельеф местности: без ограничений;
- наличие в начальной и конечной точках объекта оборудования для замера и контроля: температуры, давления, состава среды и других показателей, предусмотренных программой испытаний.

Допускается для проведения опытно-промышленных испытаний использовать отдельный участок трубопровода, отвечающий вышеперечисленным параметрам.

2.7.4. Формирование ответственной группы

Для проведения опытно-промышленных испытаний создается рабочая группа, в которую входят сотрудники структурных подразделений ДЗО. Также в её состав могут быть включены представители производителей (поставщиков) ХР и иных независимых научно-исследовательских организаций.

В случае проведения опытно-промышленных испытаний нескольких ХР разных производителей в рабочую группу должны быть включены представители от каждого из них.

2.7.5. Программа опытно-промышленных испытаний

Программа опытно-промышленных испытаний является основным документом, определяющим цели и задачи, порядок проведения испытаний и ответственность участников.

Программа испытаний разрабатывается рабочей группой, при необходимости могут быть привлечены специалисты других организаций.

Программа испытаний составляется с учётом установленных требований к ХР и методических особенностей опытно-промышленных испытаний, изложенных в настоящем стандарте.

Программа испытаний должна содержать цель испытаний, характеристику объекта, требования к подготовке объекта, перечень и последовательность определяемых (контролируемых) показателей, требования к показателям, сроки выполнения и порядок оформления результатов.

Перечень установленных требований и их значения должны оставаться неизменными на протяжении всего цикла испытаний.

При проведении опытно-промышленных испытаний нескольких ХР одного типа должна быть составлена единая программа испытаний.

Программа опытно-промышленных испытаний после подписания её всеми участниками рабочей группы утверждается главным инженером с согласованием ДДНГ или ПТД (по функциональному направлению).

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

2.7.6. Входной контроль опытной партии химического реагента

При поступлении опытной партии на объект из неё отбирают контрольную пробу.

Часть пробы хранится в ДЗО для возможной проверки соответствия требованиям, предъявляемым к технологическим свойствам и эффективности действия ХР.

Часть пробы используется для проведения обязательного входного анализа на соответствие показателей требованиям, предъявляемым к основным физико-химическим свойствам, и сравнения их со значениями, определенными в результате лабораторных испытаний. При этом значения результатов лабораторных испытаний принимаются за эталонный уровень входного контроля.

В дальнейшем наилучшие результаты лабораторных испытаний или входного контроля опытной партии ХР могут приниматься за эталонный уровень входного контроля партий ХР для промышленного применения.

Испытания ХР при входном контроле опытной партии необходимо проводить в соответствии с методиками, по которым проводились лабораторные испытания.

2.7.7. Методические требования к опытно-промысловым испытаниям

Состав опытно-промысловых испытаний определяется программой испытаний, отвечающей требованиям настоящего стандарта.

Методические особенности проведения опытно-промысловых испытаний изложены в Приложении 9.

2.8. Рассмотрение результатов опытно-промысловых испытаний

2.8.1. Форма представления результатов

После окончания испытаний составляется акт, подписываемый участниками рабочей группы и утверждаемый главным инженером, в котором должно быть приведено:

- описание и режимы технологического процесса проведения опытно-промысловых испытаний с приложением принципиальных технологических схем объектов, на которых проводились испытания;
- технологические параметры процесса во время работы на испытуемом и базовом ХР (используемом до начала проведения испытаний);
- величины удельных расходов испытуемого и базового ХР и фактические величины индекса активности испытуемого ХР A_{Φ}^* (п.2.5);
- показатели эффективности действия испытуемого и базового ХР;
- выводы о возможности промышленного применения испытуемого ХР;
- рекомендации по технологии промышленного применения ХР;
- рекомендуемая стоимость ХР к промышленному применению. (п.2.3.6.).

2.9. Допуск химических реагентов к промышленному применению

Решение о допуске ХР к промышленному применению принимается ДЗО на основании акта о проведенных опытно-промысловых испытаниях.

На основании решения ДЗО ХР вносится в перечень, определяются объёмы ХР на полугодие. Перечень реагентов применяемых на объектах Общества, акт опытно-промысловых испытаний и документ, отражающий потребность ДЗО в ХР, направляются в ДДНГ или ПТД для согласования и в ЦЗК для использования при организации тендерных закупок ХР.

2.10. Входной контроль качества химических реагентов

Входной контроль осуществляется при приеме ХР на базы хранения ответственными за проведение испытаний.

Задачей входного контроля является проверка соответствия качества химических реагентов отечественного и иностранного производства требованиям стандартов, ТУ, сертификатов, технических паспортов, удостоверений о качестве, спецификаций, накопление статистических

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

данных о качестве химических продуктов и разработка на их основе предложений по пересмотру научно-технической документации на ХР.

Нормативный документ, которому должны соответствовать показатели качества продукта, дополнительные показатели, а также особые условия поставки продукта оговариваются в договоре или контракте с поставщиком.

3. ОТВЕТСТВЕННОСТЬ ЗА НЕИСПОЛНЕНИЕ (НЕНАДЛЕЖАЩЕЕ ИСПОЛНЕНИЕ) НАСТОЯЩЕГО СТАНДАРТА

Ответственность за неисполнение (ненадлежащее исполнение) требований настоящего Стандарта несут работники, участвующие в процессе внедрения и закупа ХР.

Ответственность к нарушителям настоящего Стандарта применяется по основаниям и в порядке, предусмотренным трудовым законодательством Российской Федерации и трудовыми договорами.

4. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

4.1. Внешние нормативные и распорядительные документы

Таблица 6. Внешние нормативные и распорядительные документы

№ п/п	Наименование документа
1	ГОСТ 10028-81. Вискозиметры капиллярные стеклянные. Технические условия.
2	ГОСТ 10163-76. Реактивы. Крахмал растворимый. Технические условия.
3	ГОСТ 10652-73. Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин- N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты 2-водная (трилон Б). Технические условия.
4	ГОСТ 12026-76. Бумага фильтровальная лабораторная. Технические условия.
5	ГОСТ 127.1-93. Сера техническая. Технические условия.
6	ГОСТ 1770-74. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия.
7	ГОСТ 18300-87. Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия.
8	ГОСТ 18481-81. Ареометры и цилиндры стеклянные. Общие технические условия
9	ГОСТ 18995.1-73. Продукты химические жидкие. Методы определения плотности.
10	ГОСТ 1929-87. Нефтепродукты. Методы определения динамической вязкости на ротационном вискозиметре.
11	ГОСТ 20287-91. Нефтепродукты. Методы определения температур текучести и застывания.
12	ГОСТ 20298-74. Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия.
13	ГОСТ 2053-77. Реактивы. Натрий сернистый 9-водный. Технические условия.
14	ГОСТ 21534-76 Нефть. Методы определения содержания хлористых солей
15	ГОСТ 2184-77 Кислота серная техническая. Технические условия
16	ГОСТ 22867-77. Реактивы. Аммоний азотнокислый. Технические условия.
17	ГОСТ 22967-90 Шприцы медицинские инъекционные многократного применения. Общие технические требования и методы испытаний
18	ГОСТ 23683-89. Парафины нефтяные твердые. Технические условия изменение 1.
19	ГОСТ 24104-2001. Весы лабораторные. Общие технические требования.
20	ГОСТ 24363-80 Реактивы. Калия гидроокись. Технические условия.
21	ГОСТ 2477-65. Нефть и нефтепродукты. Методы определения содержания воды.
22	ГОСТ 2517-85. Нефть и нефтепродукты. Методы отбора проб.
23	ГОСТ 25336-82. Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.
24	ГОСТ 25828-83 Гептан нормальный эталонный. Технические условия
25	ГОСТ 2603-79. Ацетон. Технические условия.
26	ГОСТ 26377-84 Растворители нефтяные. Обозначение
27	ГОСТ 27068-86. Реактивы. Натрий серноватистоокислый (натрия тиосульфат) 5-водный. Технические условия.
28	ГОСТ 2789-73. Шероховатость поверхности. Параметры и характеристики.
29	ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой
30	ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования
31	ГОСТ 29228-91. Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 2. Пипетки градуированные без установленного времени ожидания.
32	ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки.
33	ГОСТ 3118-77*. Реактивы. Кислота соляная. Технические условия. Изменение 1.
34	ГОСТ 3134-78. Уайт-спирит. Технические условия изменения 1,2,3,4.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

№ п/п	Наименование документа
35	ГОСТ 3210-77. Кальций серноокислый 2-водн. [Ч]
36	ГОСТ 33-2000. Нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости.
37	ГОСТ 3760-79. Реактивы. Аммиак водный. Технические условия.
38	ГОСТ 3773-72. Реактивы. Аммоний хлористый. Технические условия.
39	ГОСТ 3900-85. Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности.
40	ГОСТ 4108-72. Реактивы. Барий хлорид 2-водный. Технические условия.
41	ГОСТ 4145-74. Реактивы. Калий серноокислый. Технические условия.
42	ГОСТ 4147-74 Реактивы. Железо (III) хлорид 6-водный. Технические условия.
43	ГОСТ 4148-78. Реактивы. Железо (II) серноокислый 7-водное. Технические условия.
44	ГОСТ 4172-76. Реактивы. Натрий фосфорноокислый двузамещенный 12-водный. Технические условия» изменения 1,2,3.
45	ГОСТ 4198-75. Реактивы. Калий фосфорноокислый однозамещенный. Технические условия.
46	ГОСТ 4201-79. Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия.
47	ГОСТ 4209-77. Реактивы. Магний хлористый 6-водный. Технические условия.
48	ГОСТ 4220-75 Реактивы. Калий двуххромовокислый. Технические условия
49	ГОСТ 4233-77. Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.
50	ГОСТ 4236-77. Реактивы. Свинец (II) азотноокислый. Технические условия.
51	ГОСТ 4328-77. Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия.
52	ГОСТ 435-77. Реактивы. Марганец (ii) серноокислый 5-водный. Технические условия изменение 1.
53	ГОСТ 4478-78 Реактивы. Кислота сульфосалициловая 2-водная. Технические условия.
54	ГОСТ 450-77*. Кальций хлористый технический. Технические условия» с изменениями 1,2,3.
55	ГОСТ 4523-77. Реактивы. Магний серноокислый 7-водный. Технические условия.
56	ГОСТ 5556-81. Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия» изменение 1.
57	ГОСТ 5789-78. Реактивы. Толуол. Технические условия.
58	ГОСТ 5955-75 Реактивы. Бензол. Технические условия
59	ГОСТ 6552-80. Реактивы. Кислота ортофосфорная. Технические условия.
60	ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия
61	ГОСТ 6709-72*. Вода дистиллированная. Технические условия» изменения 1, 2.
62	ГОСТ 8050-85. Двуокись углерода газообразная и жидкая. Технические условия.
63	ГОСТ 8050-85. Двуокись углерода газообразная и жидкая. Технические условия.
64	ГОСТ 9147-80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия.
65	ГОСТ 9284-75. Стекла предметные для микропрепаратов. Технические условия» изменения 1, 2.
66	ГОСТ Р 50802 Нефть. Метод определения сероводорода, метил- и этилмеркаптанов
67	ГОСТ Р 51858-2002. Нефть. Общие технические условия.
68	ГОСТ Р 52501-2005. Вода для лабораторного анализа. Технические условия.
69	ГОСТ Р 9.907-2007 ЕСЗКС. Металлы, сплавы, покрытия металлические. Методы удаления продуктов коррозии после коррозионных испытаний.
70	ГОСТ Р ИСО 7886-1-2009. Шприцы инъекционные однократного применения стерильные. Часть 1. Шприцы для ручного применения.
71	ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006. Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий.
72	ОСТ-39-099-79. Ингибиторы коррозии. Метод оценки эффективности защитного действия ингибиторов коррозии в нефтепромысловых сточных водах.
73	ТУ 2642-001-33813273-97. Органические реактивы.
74	ТУ 6-09-1678-86. Фильтры обеззоленные белая, красная, синяя ленты.
75	ТУ 6-09-4010-84. Асбест волокнистый. [Ч]
76	ТУ 6-09-4510-77. Экстракт дрожжевой очищенный.
77	ТУ 6-09-5171-84. Метилловый оранжевый, индикатор (пара-диметиламиноазобензолсульфоокислый натрий) чистый для анализа.
78	ТУ 6-09-5360-88. Фенолфталеин [ЧДА] с изм. 1.
79	ТУ 6-09-5422-90. Бромкрезоловый пурпуровый, индикатор, СПЧ (5,5'-Дибром-о-крезолсульфоталеин) чистый для анализа.
80	ТУ 9199-008-00340635-95. Лактат натрия.
81	ТУ 9461-010-00480514-99. Оптические товары и стекло медицинское.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт «Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	СТ-17-03-02
		Для внутреннего использования

4.2. Внутренние нормативные и распорядительные документы

Таблица 5. Внутренние нормативные и распорядительные документы

№ п/п	Номер документа	Наименование документа
1	ПТ-09-04-01	Политика «Закупочная деятельность в ОАО АНК «Башнефть»

5. КОНТРОЛЬ ВЕРСИЙ ДОКУМЕНТА

Номер версии	Дата создания версии	Должность Ответственного за разработку	ФИО Ответственного за разработку	Краткое описание изменений документа
1	22.08.2011	Ведущий инженер ООДНГ ДДПСНГ	Остальцов Д.Н.	Создание документа
2	05.10.2011	Начальник ООНУСАМ ПТД	Ганов А.В.	Функции по проведению лабораторных и стендовых испытаний переданы сторонней научно-исследовательской организации

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

ПРИЛОЖЕНИЕ 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ХИМИЧЕСКИХ РЕАГЕНТОВ

1.1. Оценка внешнего вида

1.1.1. Для химических реагентов жидкой формы оценка внешнего вида

Внешний вид оценивается визуальным осмотром средней пробы в проходящем свете в пробирке из бесцветного стекла и характеризуется: однородностью, расслоением, отсутствием (наличием) примесей, цветностью.

1.1.2. Для химических реагентов порошкообразной формы

Внешний вид оценивается визуальным осмотром средней пробы при дневном рассеянном свете и характеризуется: однородностью, цветом, отсутствием (наличием) примесей.

1.2. Измерение плотности

Для определения плотности жидких ХР следует руководствоваться методиками ГОСТ 3900-85* и ГОСТ 18995.1-73*.

Поскольку плотность зависит от температуры, то для сравнения измеренного значения с другими необходимо приведение их к одной и той же температуре, например, 20 °С.

1.3. Измерение вязкости

Кинематическую вязкость ХР следует определять по методике, основанной на ГОСТ 33-2000.

В случае если ХР является ньютоновской жидкостью, то его кинематическая вязкость определяется с помощью стеклянных вискозиметров ГОСТ 10028-81*.

Вязкость ХР, имеющих признаки коллоидной структуры, следует измерять с помощью ротационных вискозиметров по ГОСТ 1929-87.

Поскольку вязкость зависит от температуры, то для сравнения измеренного значения с другими необходимо приведение их к одной и той же температуре, например, 20 °С.

1.4. Определение температуры застывания

Температуру застывания жидких ХР следует определять по ГОСТ 20287-91.

1.5. Определение массовой доли активной основы

Массовую долю активной основы определяют по индивидуальным методикам, разработанным производителем ХР.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

ПРИЛОЖЕНИЕ 2. МЕТОДЫ ЛАБОРАТОРНЫХ ИСПЫТАНИЙ ДЕЭМУЛЬГАТОРОВ

2.1. Общие положения

Наиболее быстрым способом сравнительной оценки деэмульгирующей активности ХР является широко распространенный метод – бутылочный тест ("Bottle Test"), описанный в п. 2.2. Этот метод, как правило, используется для разработки (составления) деэмульгирующих композиций и отбора наиболее эффективных ХР для дальнейших испытаний. Недостаток данного метода – несоответствие между дозировками деэмульгаторов, используемых в лабораторных и промысловых условиях.

Окончательная оценка деэмульгирующей активности отобранных (составленных) деэмульгирующих композиций в лабораторных условиях осуществляется методом моделирования процесса обезвоживания в деэмульсере – специальном аппарате, снабженном перемешивающим устройством и термостатирующей рубашкой. Данный метод позволяет с высокой степенью надежности определить удельные расходы ХР, рекомендуемого для опытно-промысловых испытаний, и определить индексы активности испытуемых деэмульгаторов.

Разработанные научно-исследовательскими институтами (ВНИИСТнефть, Гипровостокнефть, СибНИИНП и др.) методики, основанные на принципе моделирования обработки эмульсий в лабораторных условиях) принципиально не отличаются друг от друга.

В п. 2.3 в качестве рекомендуемой приведена методика проведения испытаний по РД 39-0148070-335-88Р.

2.2. Методика лабораторных испытаний эффективности деэмульгаторов – "BOTTLE TEST"

2.2.1. Область применения

Метод предназначен для разработки деэмульгирующих композиций, сравнения эффективности действия деэмульгаторов (и/или их композиций) при разрушении ими как естественных водонефтяных эмульсий, образующихся при добыче нефти, так и искусственных водонефтяных эмульсий, приготавливаемых в специальных лабораторных мешалках.

Данный метод может применяться и для разрушения искусственных водонефтяных эмульсий, приготавливаемых в специальных лабораторных мешалках при исследовании эмульсионных свойств мало обводнённых нефтей месторождений и/или отдельных пластов, обладающих различающимися физико-химическими свойствами.

Метод позволяет быстро и достоверно оценить эффективность разрушения эмульсий деэмульгаторами по следующим показателям:

- динамика выделения воды из эмульсии в свободную фазу (динамика разрушения эмульсии);
- качество выделяющейся воды;
- качество раздела фаз нефть-вода (присутствие или отсутствие на границе раздела фаз промежуточного слоя – остаточной не разрушенной эмульсии);
- остаточное содержание воды в отстоявшейся нефти;
- агрегативное состояние остаточной воды в нефти.

Метод не предназначен для определения технологических расходных норм деэмульгаторов при применении их в каком-либо технологическом процессе или на каком-либо технологическом объекте. Расходные нормы устанавливаются по результатам опытно-промышленных испытаний деэмульгаторов на конкретном технологическом объекте.

2.2.2. Оборудование

Для проведения испытаний необходимо следующее оборудование:

1. Канистра на 5–10 л для отбора проб эмульсии. Для отбора проб высокообводнённых эмульсий, из которых после отбора пробы выделяется подтоварная вода, необходимо иметь специальную канистру с вентилем (краном) снизу канистры для удаления воды;
2. стакан с носиком на 0,5–1 л для разлива эмульсии в бутылки;

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

3. Специальные плоские отградуированные бутылочки на 150–200 мл с плотно завинчивающимися крышками (пробками) для разлива и отстоя эмульсии;
 4. Маленькие бутылочки на 5–20 мл с плотно закрытыми крышками (пробками) для приготовления рабочих растворов деэмульгаторов;
 5. Специальный микро шприц-дозатор на 0–100 (0–200) микролитров с ценой деления не более 5 микролитров для дозирования рабочих растворов деэмульгаторов. Допускается применять вместо шприца лабораторные стеклянные пипетки на 0–1 (0–2) мл с ценой деления не более 0,01 мл;
 6. Шприц (стеклянный или пластмассовый) на 20–50 мл с иглой диаметром 1–2 мм и длиной 150–200 мм для удаления из бутылочек воды, выделившейся после отстоя;
 7. Шприц (стеклянный или пластмассовый) на 5–10 мл со специальной иглой диаметром 1–1,5 мм, длиной 150–200 мм, с загнутым на 180° концом с радиусом загиба не более 6 мм для отбора проб отстоявшейся в бутылках нефти;
 8. Роторная центрифуга (типа ОПН-3) с числом оборотов до 3000 об/мин. с патронами для центрифужных пальчиков. При вращении патроны с пальчиками должны отклоняться под действием центробежных сил до горизонтального положения;
 9. Набор центрифужных пальчиков с коническим носиком объёмом по 12 мл (с рабочим объёмом по 10 мл), отградуированных в % (см. рис.4), с ценой деления:
 - в диапазоне 0...2 % – 0,2 %;
 - в диапазоне 2...10 % – 0,5 %;
 - в диапазоне 10...50 % – 1 %.
- Допускается градуировка пальчиков в мл с ценой деления:
- в диапазоне 0...0,2 мл – 0,02 мл;
 - в диапазоне 0,2...1,0 мл – 0,05 мл;
 - в диапазоне 1,0...10 мл – 0,1 мл.
10. Водяная баня с автоматическим регулированием температуры в диапазоне 0–80 °С, с погрешностью 0,5 °С. Объём бани должен быть достаточным для загрузки не менее 20 бутылок.
 11. Весы лабораторные на 0–100 г с ценой деления не более 0,001 г.;
- Лабораторная мешалка с регулируемым числом оборотов в диапазоне 200–3000 об/мин. с объёмом стакана для смешивания 0,5–1 л.

2.2.3. Реактивы

1. Толуол – для приготовления рабочих растворов деэмульгаторов;
2. Спирт изопропиловый – для приготовления рабочих растворов деэмульгаторов;
3. Бензин Б-70 или "Нефрас 120-180" – для приготовления смеси бензин-нефть при центрифугировании и для мытья посуды;
4. Хлористый натрий (NaCl) – для приготовления имитата пластовой воды при приготовлении искусственной эмульсии;
5. Хлористый кальций (CaCl₂) для приготовления имитата пластовой воды при приготовлении искусственной эмульсии.

2.2.4. Отбор проб естественной эмульсии

Образец эмульсии должен быть представительным, т.е. быть образцом не менее 50 % сырья, поступающего на подготовку на промышленный объект, для которого выполняются испытания деэмульгаторов.

Эмульсия должна отбираться таким образом, чтобы в ней не присутствовал деэмульгатор, закачиваемый на объекте, т.е. из пробоотборника, установленного на трубопроводе до точки подачи деэмульгатора на промышленном объекте.

Отбор проб эмульсии из трубопроводов осуществляется по ГОСТ 2517-85*.

Если при отборе высокообводнённой эмульсии выделяется свободная подтоварная вода – она дренируется, количество её фиксируется, опыты выполняются на оставшейся эмульсии.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

В случае невозможности отбора представительной пробы эмульсии с одного потока отбираются пробы со всех потоков поступающей на объект эмульсии, и для испытаний приготавливается смесь в соответствующей пропорции.

В случае невозможности отбора пробы без присутствия деэмульгатора (если пробоотборник сырой нефти расположен после точки подачи деэмульгатора) выполняется остановка подачи деэмульгатора на промышленном объекте, промывка системы в течение 15–30 мин. и отбор пробы, после чего подача деэмульгатора возобновляется.

В случае невозможности отбора представительной пробы эмульсии со входа промышленного объекта отбираются пробы со скважин основных продуктивных пластов, и для испытаний приготавливается смесь в соответствующей пропорции.

Испытания деэмульгаторов выполняются на свежееотобранных образцах эмульсии, время от отбора пробы до начала экспериментов не должно превышать 1–2 часов.

После отбора пробы эмульсии выполняется проверка агрегативной устойчивости отобранного образца эмульсии и определение исходной обводнённости. Для этого в два центрифужных пальчика наливается по 50 % бензина (или Нефраса) и 50 % эмульсии. Во второй пальчик дозируется какой-либо высокоэффективный деэмульгатор (в качестве высокоэффективного деэмульгатора можно использовать промышленный образец деэмульгатора, применяемого на месторождениях для внутритрубной деэмульсации или деэмульгатор, широко известный в регионе как высокоэффективный) в количестве 3–5 капель 10 %-ного раствора в спирто-толуольной смеси).

Пальчики встряхиваются вручную (при этом горлышко пальчика прикрывается специальной пробкой) до полного перемешивания эмульсии с бензином и ХР. После встряхивания пальчики прокручиваются в центрифуге в течение 5 минут при 2000 об/мин. После центрифугирования в первом пальчике подсчитывается количество воды, выделившейся в свободной фазе и количество промежуточного слоя.

Определяется агрегативная устойчивость образца эмульсии по общей формуле:

$$AU = \frac{V_0 - V_{CB.B.}}{V_0} \cdot 100\% ,$$

где V_0 – общее содержание дисперсной фазы (воды) в эмульсии, (мл);

$V_{CB.B.}$ – количество дисперсной фазы, расслоившейся в процессе центрифугирования, (мл).

При подсчёте в центрифужном пальчике:

$$V_0 = V_{CB.B.} + 0,7 \cdot V_{IP.C.} ,$$

где $V_{IP.C.}$ – количество промежуточного слоя между водой и нефтью (мл);

0,7 – коэффициент, учитывающий реальное содержание воды в промежуточном слое.

С учётом этого общая формула преобразуется в удобный для расчёта вид:

$$AU = \frac{0,7 \cdot V_{IP.C.}}{V_{CB.B.} + 0,7 \cdot V_{IP.C.}} \cdot 100\% .$$

Во втором пальчике (с деэмульгатором) промежуточный слой не образуется, поэтому в нём определяется истинная исходная обводнённость эмульсии.

При подсчёте агрегативной устойчивости и исходной обводнённости необходимо отсчёт по показаниям делений центрифужных пальчиков умножать на 2, т.к. эмульсия наливалась пополам с бензином.

Если агрегативная устойчивость отобранного образца эмульсии низкая (0–10 %), то, возможно, в образце присутствует деэмульгатор или какой-либо другой ХР. Необходимо ещё раз уточнить у персонала промышленного объекта точку отбора пробы, а также попытаться получить сведения о других ХР, применяющихся в системе нефтесбора. Если всё-таки окажется, что эмульсия отобрана правильно, а наблюдается низкая естественная агрегативная устойчивость эмульсии, то

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

необходимо выдержать эмульсию в течение 1 часа с целью проверки её на расслоение. Если эмульсия не расслаивается, её можно использовать для опытов.

2.2.5. Приготовление искусственной эмульсии

В тех случаях, когда имеет место низкая естественная обводненность эмульсии или добывается малообводнённая нефть (например, на новых месторождениях) допускается испытание деэмульгаторов на искусственно приготовленных эмульсиях.

Искусственная эмульсия приготавливается в лабораторной мешалке, позволяющей приготавливать искусственные эмульсии, по степени дисперсности глобул воды соответствующие реальным промысловым эмульсиям. В качестве водной фазы используется раствор NaCl и CaCl₂ в дистиллированной воде, соответствующий минерализации пластовой воды, или пластовая минерализованная вода. Приготавливается, как правило, 50 %-ная эмульсия. В некоторых случаях, когда не удаётся получить стабильную (агрегативно-устойчивую) 50 %-ную эмульсию, может приготавливаться 40 %, 30 %, 20 %-ная эмульсия.

До начала опытов для приготовленной эмульсии также определяется агрегативная устойчивость (п. 2.2.4.). Приготовленная эмульсия должна иметь агрегативную устойчивость 10–60 %. Это достигается путём подбора времени и интенсивности перемешивания.

Проба нефти, из которой приготавливается искусственная эмульсия, также должна быть представительной, т.е. должна быть отобрана с наиболее продуктивного пласта (горизонта) месторождения, или смешивается смесь нефтей наиболее продуктивных пластов в соответствующих пропорциях.

До начала опытов приготовленная эмульсия искусственно состаривается в течение 1 часа.

2.2.6. Приготовление рабочих растворов деэмульгаторов

При проведении опытов ХР дозируются на 100 мл эмульсии, вследствие этого, при использовании товарной формы приходится вводить микронные дозы деэмульгатора. Это вызывает большие погрешности при дозировании, а зачастую, при отсутствии специальных микродозаторов, просто невозможно, поэтому предварительно готовятся рабочие растворы деэмульгаторов.

Приготавливается спирто-толуольная смесь (в дальнейшем – растворитель) в пропорции: 30 % изопропилового спирта и 70 % толуола, в количестве, достаточном для разбавления всех исследуемых деэмульгаторов.

Приготавливаются рабочие растворы деэмульгаторов в бутылочках. Если предполагается дозировать деэмульгаторы микрошприцем, то готовятся 10 %-ные растворы (1 часть товарной формы деэмульгатора и 9 частей растворителя), если предполагается пипеткой, то готовятся 1 %-ные растворы (1 часть товарной формы деэмульгатора и 99 частей растворителя). Растворы приготавливаются весовым способом, применяются весы.

Бутылочки с приготовленными растворами тщательно встряхиваются вручную. Растворы должны быть прозрачными, без каких-либо осадков, хлопьев (что свидетельствует о полном растворении деэмульгаторов). Если раствор какого-либо деэмульгатора мутный или с осадком, то для этого деэмульгатора необходимо опытным путём подобрать другой растворитель. Возможные растворители: метанол; этанол; бензол; ксилол; гексан; гептан; петролейный эфир; четырёххлористый углерод.

2.2.7. Проведение опытов

Предварительно намечаются режимы испытаний деэмульгаторов. Режимы определяются исходя из технологических режимов подготовки нефти того промыслового объекта, для которого проверяются деэмульгаторы (температура, время отстоя, удельный расход ХР). Все исследуемые деэмульгаторы должны быть испытаны при дозировках:

- на 50 %, 30 % ниже технологической;
- на уровне технологической;
- на 50%, 100 % выше технологической.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

Проверка при пониженных дозировках необходима для того, чтобы установить при каких дозировках исследуемый деэмульгатор ещё сохраняет работоспособность. Проверка при повышенных дозировках необходима для того, чтобы установить обладает или нет исследуемый деэмульгатор нежелательным эффектом передиспергирования эмульсии (образования вторичной эмульсии).

Отбирается образец эмульсии способами, описанными в п. 2.2.4.

Определяется агрегативная устойчивость и обводненность отобранного образца эмульсии.

Эмульсия разливается в необходимое количество бутылочек по 100 мл в каждую. В каждой серии опытов при выбранных режимах исследуются испытываемые деэмульгаторы и, обязательно, базовый деэмульгатор. В каждую серию опытов включается также и одна бутылка с эмульсией, куда деэмульгатор не дозируется (холостая проба).

В качестве базового выбирается деэмульгатор, применяющийся в текущий момент на промышленном объекте, или деэмульгатор, широко известный в регионе как высокоэффективный.

С целью сокращения времени анализа и повышения достоверности результатов общее количество бутылок с исследуемыми ХР в каждой серии опытов не должно превышать 20–25 шт. при работе двух лаборантов и 10–15 шт. при работе одного лаборанта.

Дозирование деэмульгаторов в бутылки с эмульсией может выполняться двумя способами. По первому способу, после определения исходной обводнённости отобранной эмульсии вычисляется количество нефти в бутылке с эмульсией и выполняется пропорциональный расчёт введения необходимого количества ХР в бутылку, исходя из заданного удельного расхода.

По второму способу деэмульгатор дозируется из расчёта на 100 мл эмульсии, а затем, при известной её обводнённости подсчитывается его удельный расход на нефть.

При дозировании ХР в товарной форме с использованием микрошприцев высокого класса точности, расчёт реагента выполняется по следующей формуле:

$$V_{\text{дэ}} = \frac{V_{\text{э}} \cdot (100 - W_{\text{В}}) \cdot \rho_{\text{н}} \cdot Q}{100000 \cdot \rho_{\text{дэ}}}$$

где $V_{\text{э}}$ – объем пробы эмульсии, см³;

$W_{\text{В}}$ – обводненность эмульсии, %;

Q – заданная дозировка деэмульгатора, г/т;

$\rho_{\text{дэ}}$ – плотность деэмульгатора, г/см³;

$\rho_{\text{н}}$ – плотность нефти, г/см³.

Для получения кривых обезвоживания нефти предпочтительнее пользоваться вторым способом дозирования деэмульгаторов, т.к. меньше риск ошибиться. Необходимо лишь после определения исходной обводнённости эмульсии выбрать такие дозировки ХР на эмульсию, чтобы в пересчёте на нефть получить дозировки, близкие к требуемым.

Бутылки с эмульсией и дозированным деэмульгатором плотно закрываются крышками и устанавливаются горизонтально в лабораторный шейкер, так, чтобы колебания шейкера происходили в продольном направлении по оси бутылок. Бутылки встряхиваются на шейкере в зависимости от вязкости эмульсии от 2 до 10 мин.

Допускается встряхивать бутылки вручную, при этом необходимо добиваться, чтобы все бутылки были встряхнуты одновременно, одинаковое число раз и с одинаковой интенсивностью.

В обработанных деэмульгатором бутылках приоткрываются крышки для стравливания выделившегося при встряхивании газа, снова плотно закрываются, и бутылки ставятся на отстой в водяную баню при заданной температуре. Как правило, деэмульгаторы испытываются при температуре, соответствующей температуре процесса подготовки нефти промышленного объекта, и при пониженной.

Время отстоя нефти в бутылках обычно выбирается от 1 до 2 часов. В определённые промежутки времени отстоя (5, 15, 30, 60 мин.) в бутылках замеряется количество выделившейся воды, наличие промежуточного слоя. По окончании времени отстоя также фиксируется количество

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

выделившейся воды, качество раздела фаз "нефть-вода", наличие промежуточного слоя, качество выделившейся воды (визуально путём сравнения качества воды в бутылках с разными ХР).

По окончании времени отстоя бутылки вынимаются из бани. Специальным шприцем из каждой бутылки отбирается навеска нефти 5 мл с уровня 70 % (в некоторых случаях 80 %) от высоты столба жидкости для определения остаточной обводнённости нефти (моделирование отбора отстоявшейся нефти из резервуара).

Отобранные навески нефти наливаются в центрифужные пальчики, наполненные предварительно на 50 % бензином. Пальчики встряхиваются вручную (при этом горлышко пальчика прикрывается специальной пробкой) до полного перемешивания нефти с бензином и прокручиваются в центрифуге в течение 5 мин. при 2000 об/мин. Определяются остаточное количество воды, выделившейся в свободной фазе, и остаточное содержание неразрушенной эмульсии, т.е., фактически, при использовании центрифужного метода определяется агрегативная устойчивость остаточной эмульсии. Чем ниже агрегативная устойчивость и обводненность остаточной эмульсии, тем выше эффективность действия деэмульгатора по сравнению с остальными испытываемыми.

Из бутылок шприцем удаляется выделившаяся вода, а оставшаяся нефть с промежуточным эмульсионным слоем, если он имеется, встряхивается в бутылках и наливается в центрифужные пальчики, наполненные предварительно на 50 % бензином. Пальчики также встряхиваются и прокручиваются в центрифуге в течение 5 мин. при 2000 об/мин. Определяются остаточное количество воды, остаточное содержание неразрушенной эмульсии и агрегативная устойчивость нижней части отстоявшейся нефти. Чем меньше агрегативная устойчивость и обводненность остаточной эмульсии, тем выше эффективность действия деэмульгатора по сравнению с остальными испытываемыми, меньший риск накопления в резервуарах промежуточных эмульсионных слоёв.

Накопление в резервуарах промежуточных слоёв может привести к срыву процессов подготовки нефти, вызвать большие проблемы с их вторичной переработкой и утилизацией.

После определения агрегативной устойчивости остаточной эмульсии в центрифужные пальчики добавляется по 1–2 капли раствора специального лабораторного деэмульгатора. Пальчики интенсивно встряхиваются и ещё раз прокручиваются в центрифуге 5 мин. при 2000 об/мин. Определяется истинное остаточное содержание воды в верхнем слое отстоявшейся нефти и в общем объёме отстоявшейся нефти.

2.2.8. Оформление результатов

Все результаты определений заносятся в таблицу. По данным таблицы для всех испытанных деэмульгаторов строятся графики:

- зависимости количества выделившейся воды (в % от исходного влагосодержания или от общего объёма эмульсии) за время отстоя нефти (динамика разрушения эмульсии);
- зависимости остаточного содержания воды в отстоявшейся нефти от расхода деэмульгаторов;
- зависимости остаточного содержания воды в отстоявшейся нефти от температуры подготовки.

По данным могут быть построены также диаграммы остаточного содержания воды и неразрушенной эмульсии при воздействии сравниваемых деэмульгаторов с различными удельными расходами.

2.2.9. Оценка эффективности деэмульгаторов

Лучшим из сравниваемых считается деэмульгатор, показавший наименьшее остаточное содержание воды в нефти (особенно в виде остаточной неразрушенной эмульсии).

При примерно равных показателях остаточного содержания воды в нефти выбираются образцы деэмульгаторов, показывающие более быструю динамику водоотделения. Такие деэмульгаторы лучше работают в напорных технологических схемах УПСВ, УПН, где время отстоя нефти (жидкости) ограничено. Деэмульгаторы, показывающие более медленную динамику водоотделения, больше подходят для резервуарной подготовки нефти.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

При примерно равных показателях остаточного содержания воды в нефти и динамики водоотделения выбираются деэмульгаторы, показывающие более лучшие показатели при снижении расхода ХР до минимального.

2.3. Методика определения деэмульгирующей активности химических реагентов

2.3.1. Назначение методики

Методика позволяет определить эффективность действия деэмульгатора в сравнении с принятым за эталон (базовым) и рекомендовать для опытно-промышленных испытаний наиболее эффективный ХР.

Для исследования могут быть использованы промышленные и искусственно приготовленные водонефтяные эмульсии

2.3.2. Аппаратура, материалы

1. Контейнер для отбора промышленной эмульсии вместимостью 500 мл;
2. Эмульсер (деэмульсер), снабженный мешалкой с регулируемым числом оборотов, для приготовления искусственной водонефтяной эмульсии и её последующего разрушения;
3. Отстойник;
4. Термостат для отстаивания обработанной ХР эмульсии;
5. Весы лабораторные технические типа ВЛР-200г-М (1 класс точности);
6. Весы ВЛТЭ – 500 (2 класс точности);
7. Цилиндры 1-500, 1-250 и 1-100 ГОСТ 1770-74*;
8. Воронка ВД-1-500 ХС ГОСТ 25336-82;
9. Стакан Н-1-50 ТС ГОСТ 25336-82;
10. Стеклянные палочки $d = 2-3$ мм;
11. Секундомер ТУ 25-1894.003-90 или аналог;
12. Микроскоп лабораторный с микрофотонасадкой;
13. Толуол ГОСТ 5789-78* с изм. 1,2;
14. Изопропиловый спирт ГОСТ 9805-84;
15. Нефрас - С2-80/120 ТУ 38.401-67-108-92.

2.3.3. Подготовительные работы

Пробу эмульсии в количестве около 0,5 л отбирают из нефтепровода в контейнер таким образом, чтобы была исключена возможность дополнительного диспергирования капель воды. Место отбора выбирают исходя из того, чтобы проба эмульсии была наиболее характерной для данного конкретного месторождения по обводненности, степени дисперсности, устойчивости, минерализации водной фазы и другим показателям.

Проба эмульсии не должна содержать свободной воды.

Промысловую эмульсию хранят в контейнере без разгазирования при 20 °С. Перед отбором единичной пробы для исследований контейнер каждый раз встряхивают со средней интенсивностью в течение 2-3 мин.

Образец эмульсии используют для опытов в течение суток с момента отбора пробы.

Искусственную эмульсию готовят из безводной нефти и пластовой воды соответствующих геологических горизонтов. Пробы нефти отбирают в канистры емкостью не более 20 л. Нефть отбирают из нефтепровода непрерывно в течение одного часа.

Пробу нефти, привезенную с месторождения, тщательно перемешивают в течение пяти минут, отстаивают 12 часов и сифонируют на 10 см от дна канистры в металлический бак, снабженный барботером, к которому присоединен баллон с газом (пропан-бутан).

Сифонированную нефть продувают газом путем умеренного его барботирования в течение часа и хранят под газом. Перед отбором пробы для разовых исследований нефть интенсивно перемешивают газом 1-2 мин.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

Пластовую воду отбирают и хранят в стеклянной таре под слоем нефти. Перед приготовлением эмульсии нефть и пластовая вода должны иметь температуру 20°C.

Искусственную эмульсию готовят путем перемешивания нефти и воды в эмульсере, закрытом от контакта с воздухом. Режим перемешивания подбирают таким, чтобы средний диаметр глобул эмульгированной воды был 4-6 микрон. При подборе необходимого режима первичную оценку дисперсности эмульсии производят микроскопическим методом с замером диаметра глобул окулярным винтовым микрометром. Дисперсионный состав окончательной эмульсии более точно определяют микрофотографированием.

Конструкция смесительного устройства должна обеспечивать постоянство оборотов во времени. Время перемешивания измеряют секундомером.

Эмульсию готовят, как правило, с содержанием воды 50%. В некоторых случаях, когда не удаётся получить стабильную 50 %-ную эмульсию, может приготавливаться 40 %, 30 %, 20 %-ная эмульсия.

Рекомендуемый режим приготовления стандартной эмульсии:

- число оборотов вала мешалки в минуту - 1500-3000;
- время перемешивания – 10-15 минут.

Эмульсию после приготовления выдерживают до постановки эксперимента для старения в течение одного часа.

ХР дозируют в виде растворов в смеси изопропилового спирта и толуола в соотношении 3:7 с концентрацией 0,5 г/100 мл.

В стаканчик емкостью 50 мл берут навеску деэмульгатора 0,50 г на лабораторных технических весах с точностью 0,01 г, которую растворяют в 15-20 мл соответствующего растворителя. Раствор переливают в мерную колбу на 100 мл, стаканчик обмывают три раза по 15-20 мл растворителем, который также сливают в мерную колбу. Раствор в мерной колбе доводят до метки и перемешивают.

Растворы ХР используют в течение не более двух недель.

2.3.4. Проведение анализа

Пробу промысловой или искусственной эмульсии в количестве 100 мл заливают в деэмульсер. При перемешивании к эмульсии быстро добавляют раствор ХР. Эмульсию с ХР перемешивают в течение одной минуты со скоростью 500 об/мин вначале при комнатной температуре, затем - при непрерывном перемешивании смесь нагревают в течение 30-40 секунд до температуры деэмульсации и при этой постоянной температуре перемешивание продолжают 15 мин.

Температура деэмульсации выбирается в зависимости от физико-химических и эмульсионных свойств нефти.

Обработанную деэмульгатором эмульсию сразу же из деэмульсера переливают в предварительно нагретый до заданной температуры отстойник, который помещают в стеклянный термостат. Через 15, 30 и 60 минут отмечают количество выделившейся воды. Через час отстаивания отстойник вынимают из термостата, колечком из проволоки сбивают капли воды, осевшие на стенках отстойника, и фиксируют весь объем выделившейся воды. Затем в предварительно высушенную и взвешенную колбу от аппарата Дина и Старка переносится объем нефти на 3 мм выше границы раздела с водой.

Содержание воды в нефти определяют методом Дина и Старка в соответствии с ГОСТ 2477-65*.

Все основные определения проводят дважды и рассчитываются средние результаты двух определений. Максимальное отклонение не должно превышать 10%.

Отрабатывают расход деэмульгатора. Максимальный расход ХР должен обеспечить разрушение эмульсии до остаточного содержания воды в нефти 0,2-0,5% (окончательное обезвоживание), а минимальный не менее чем 5-10% (предварительный сброс воды).

Экспериментальных данных должно быть достаточно для построения полной кривой обезвоживания.

Параллельно водонефтяную эмульсию деэмульгируют эталонным деэмульгатором.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

В качестве эталонного деэмульгатора используют промышленный образец деэмульгатора, используемого для данной нефти или деэмульгатор широко известный в регионе как высокоэффективный.

Эталонный образец деэмульгатора хранят не более 2 лет.

2.3.5. Обработка экспериментальных данных

В результате исследования определяют:

- удельный расход деэмульгатора для обезвоживания нефти до остаточного содержания воды 0,2-0,5%;
- удельный расход деэмульгатора для обезвоживания нефти до остаточного содержания воды 5 - 10 %;
- кинетику отделения воды в процессе отстаивания;
- индекс активности испытуемого деэмульгатора.

Удельный расход деэмульгатора выражают в граммах на одну тонну безводной нефти и определяют по кривой обезвоживания, представляющей собой графическую зависимость остаточного содержания воды в нефти от расхода ХР.

Кинетику отделения воды в процессе отстаивания выражают количеством отделившейся воды в процентах от содержания исходной эмульсии за время отстаивания - 15, 30, 60 мин. Эти результаты представляют в виде таблицы или графика.

Индекс активности деэмульгатора (A_i) рассчитывают по формуле:

$$A_i = \frac{q_{\text{э}}}{q_i}$$

где $q_{\text{э}}$ и q_i , - удельный расход, соответственно, эталонного (базового) и испытуемого деэмульгатора, обеспечивающего требуемое остаточное содержание воды в нефти при одинаковых условиях проведения испытаний.

2.4. Методика определения совместимости деэмульгаторов с другими химическими реагентами, применяемыми в системе добычи нефти

Влияние ХР, используемых в процессе добычи, сбора, транспорта и подготовки нефти на эффективность действия деэмульгатора определяется по методике, изложенной в п. 2.3. с учетом обработки водонефтяных эмульсий ХР.

Растворы ХР вводятся в водонефтяную эмульсию одновременно с растворами деэмульгаторов.

Удельный расход деэмульгатора принимают равным удельному расходу, определенному для обезвоживания нефти до остаточного содержания воды 0,5%.

Удельный расход ХР принимают равным:

- при непрерывном дозировании ХР – удельному расходу, установленному для обеспечения требуемой эффективности действия;
- при периодическом дозировании ХР – удельному расходу, установленному для ударной дозировки ХР.

Если после проведения эксперимента обнаруживается, что остаточное содержание воды в нефти превысит 0,5%, то ХР считается несовместимым с деэмульгатором.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

ПРИЛОЖЕНИЕ 3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗАЩИТНЫХ СВОЙСТВ ИНГИБИТОРОВ КОРРОЗИИ

3.1 Метод линейной поляризации

3.1.1. Сущность метода

Принцип электрохимического метода заключается в определении мгновенной скорости коррозии металла в испытуемых не ингибированных и ингибированных средах путем измерения сопротивления линейной поляризации.

В сероводородсодержащей среде оценку эффективности защитного действия ингибиторов коррозии рекомендуется проводить гравиметрическим методом с целью исключения влияния на результаты испытаний сульфидной пленки.

3.1.2. Оборудование, реактивы и материалы

Для проведения испытаний ингибиторов коррозии методом линейной поляризации необходимо следующее оборудование, реактивы и материалы:

- электрохимическая ячейка, представляющая собой стеклянную емкость объемом 750-1000 см³. В ячейке должны быть предусмотрены устройства, позволяющие осуществлять: введение электрохимического датчика (зонда коррозиметра), деаэрацию среды, контроль температуры, дозирование ингибитора, отбор проб для анализа и контроля среды. Конструкция ячейки должна обеспечивать стабильность испытательной среды на протяжении всего эксперимента, если изменение состава среды не задано Программой испытаний;
- измерительный прибор для регистрации скорости коррозии методом линейной поляризации (коррозиметр);
- магнитное перемешивающее устройство с регулируемым числом оборотов, с возможностью автоматического поддержания температуры в интервале 20-100 °С;
- электроды зонда из металла, близкого по химическому составу и структуре к металлу нефтепромышленного оборудования.
- регулируемый источник диоксида углерода (блок подготовки газов БПГ-38, БПГ-37 или аналогичный прибор);
- диоксид углерода, ГОСТ 8050-85;
- ацетон, ГОСТ 2603-79;
- натрий хлористый, ГОСТ 4233-77;
- бикарбонат натрия, ГОСТ 4201-79;
- кальций хлористый, ГОСТ 450-77;
- магний хлористый, 6-водный, ГОСТ 4209-77;
- кислота соляная, ГОСТ 3118-77;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;
- весы лабораторные, ГОСТ 24104-2001;
- бумага фильтровальная, ГОСТ 12026-76;
- пинцет;
- шлифовальные материалы.

3.1.3. Подготовка образцов

На поверхности образцов не должно быть смазки, очагов коррозии, окалины, неоднородностей проката, расслоений, трещин, пор, раковин, механических повреждений.

Поверхность образцов, подготовленных для испытаний, должна быть шлифованной. Параметр шероховатости $R_a \sim 0,63-1,25$ мкм по ГОСТ 2789-73.

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.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

После обезжиривания образцы высушивают при помощи фильтровальной бумаги и помещают на одну минуту в раствор 15 % (массовый) соляной кислоты. Затем промывают в дистиллированной воде и сушат фильтровальной бумагой. При всех операциях с образцами необходимо пользоваться пинцетом и фильтровальной бумагой с целью сохранения чистоты их поверхности.

Подготовленные образцы закрепляют на зонде коррозиметра. При этом должны обеспечиваться изоляция образцов от держателя, друг от друга и от стенок электрохимической ячейки.

Рабочей частью цилиндрических образцов является внешняя часть цилиндра и нижний торец. Расстояние между образцами должно быть от 5 до 8 мм. Оно должно быть постоянным во время опытов и одинаковым для всей серии сравнительных испытаний.

3.1.4. Среда 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 и проводится согласно методике, представленной в Приложении 3.

При испытаниях в двухфазных средах в качестве углеводородной фазы необходимо использовать нефть, отобранную с месторождения, для которого проводятся испытания. Проба нефти должна быть с содержанием воды не более 1%, содержание каких-либо ХР не допускается.

Срок хранения модельной среды не более 5 суток.

Соотношение объема испытательной среды и площади образцов должно быть не менее $10 \text{ см}^3/\text{см}^2$.

3.1.5. Порядок проведения испытаний

После закрепления образцов на зонде коррозиметра и помещения его в ячейку для испытаний с коррозионной средой, необходимо установить в ячейке скорость перемешивания $500-600 \text{ мин}^{-1}$ и расход диоксида углерода $50-100 \text{ см}^3/\text{мин}$ (в расчете на одну ячейку). Одновременно с началом пропускания диоксида углерода в раствор погружается датчик температуры и устанавливается необходимое значение с точностью до $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$. Допускается использование ртутного термометра и ручное регулирование температуры по его показаниям.

Через 30 минут измеряется содержание растворенного кислорода любым общепринятым методом. Концентрация растворенного кислорода должна быть менее $0,01 \text{ мг}/\text{дм}^3$. При более высоких значениях необходимо продолжить пропускание через раствор диоксида углерода до достижения указанной концентрации растворенного кислорода. После достижения концентрации растворенного кислорода менее $0,01 \text{ мг}/\text{дм}^3$ и заданной температуры раствора, следует установить расход диоксида углерода $5-8 \text{ см}^3/\text{мин}$, частоту вращения перемешивающего устройства – 450 мин^{-1} . При моделировании расслоенного режима движения жидкости частоту вращения перемешивающего устройства установить на уровне 250 мин^{-1} и аккуратно прилить предусмотренное программой испытаний количество нефти. Необходимо исключить смешение фаз в ходе эксперимента.

При замерах на только что установленном датчике с подготовленной рабочей поверхностью электродов начальные показания мгновенной скорости коррозии меняются из-за установления равновесного для данной системы состояния электродов. Такой процесс может продолжаться достаточно длительное время. За это время происходит стабилизация показаний коррозиметра.

В процессе аэрации измерения скорости коррозии производят через каждые 15 минут. Замеряемая скорость коррозии считается характерной для данной системы, если результаты 4-5 замеров, произведенных последовательно, колеблются относительно первого из них с разбросом 10-15 %. Средняя из этих величин принимается за значение скорости коррозии в данной среде.

После достижения стабилизации показаний коррозиметра в ячейку шприцом необходимо ввести расчетное количество ингибитора в виде рабочего водного раствора для водорастворимых и вододиспергируемых ингибиторов, и в виде рабочего раствора в этиловом спирте в случае

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

применения углеводородрастворимых ингибиторов. Концентрация рабочего раствора определяется объемом ячейки и заданной дозировкой ХР. При моделировании расслоенного режима движения жидкости ввод ингибитора осуществляется в нефтяную фазу.

Через 30 минут с момента ввода ингибитора производят замер скорости коррозии в ингибированной среде. Дальнейшие измерения производят через каждые 15 минут до установления стабильных показаний коррозиметра.

Продолжительность испытания должна быть достаточной для установления постоянной скорости коррозии. Замеряемая скорость коррозии считается установившейся для данной системы, если результаты 4-5 замеров, произведенных последовательно, колеблются относительно первого из них с разбросом 5-10 %. Средняя из этих величин принимается за значение установившейся скорости коррозии в данной среде.

Количество параллельных испытательных ячеек должно быть не менее трех. Если такого количества ячеек не достаточно для обеспечения заданного уровня доверительной вероятности результатов испытаний, их количество должно быть увеличено.

Вынужденные перерывы в испытаниях, превышающие 10% общего времени испытаний, предусмотренного Программой, должны быть зафиксированы и учтены при оценке защитной способности.

Вышеизложенный порядок испытаний проводится для каждой заданной концентрации ингибитора, начиная с концентрации 15 мг/дм³ через каждые 5 мг/дм³ до достижения (превышения) требуемого уровня эффективности защитного действия.

3.1.6. Обработка результатов электрохимических испытаний

Степень защиты Z , % вычисляют по формуле:

$$Z = \frac{V_0 - V}{V_0} \cdot 100, \%$$

где: V_0 - скорость коррозии в электролите без ингибитора, мм/год;

V - скорость коррозии в электролите с ингибитором, мм/год.

При этом если $Z = 100$ % - отсутствие коррозии ($V = 0$); $Z = 0$ – отсутствие защиты ($V_0 = V$); $Z < 0$ – стимулирование коррозии ($V_0 < V$); $Z > 0$ – замедление коррозии ($V_0 > V$).

При обработке результатов испытаний используют метод математической обработки по ГОСТ 9.502-82. В результате математической обработки определяют среднеарифметическое результатов серии измерений, среднеквадратическую ошибку, исключают грубые ошибки измерений. Результат представляют в виде доверительного интервала.

3.1.7. Оформление результатов испытаний

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

- обозначение ингибитора (маркировка);
- марка стали электродов;
- концентрация ингибитора;
- состав и температура среды;
- продолжительность испытания;
- значения измеряемых величин;
- расчетное значение эффективности ингибиторной защиты;
- результаты статистической обработки.

Рекомендуемая форма протокола представлена в Приложении 1 к настоящему Приложению.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

3.2. Гравиметрический метод

3.2.1. Сущность метода

Метод заключается в определении потери массы металлических образцов за время их пребывания в ингибированной и не ингибированной средах с последующей оценкой эффективности защитного действия ингибитора коррозии по изменению скорости коррозии.

Испытуемыми средами служат ингибированные и не ингибированные модельные пластовые воды, водно-нефтяная эмульсия и (или) водная часть водно-нефтяной среды.

3.2.2. Оборудование, реактивы и материалы

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

- ячейки для гравиметрических испытаний, обеспечивающие в течение времени испытаний стабильное поддержание и контроль параметров испытания в соответствии с Программой испытаний, возможность продувки среды инертным газом с целью деаэрации и в дальнейшем насыщения сероводородом и (или) диоксидом углерода, введение ингибитора в среду, термостатирование.
- устройства для перемешивания испытуемой среды с варьированием скорости перемешивания.
- регулируемый источник диоксида углерода (блок подготовки газов БПГ-38, БПГ-37 или аналогичный прибор);
- диоксид углерода, ГОСТ 8050-85;
- ацетон, ГОСТ 2603-79;
- натрий хлористый, ГОСТ 4233-77;
- бикарбонат натрия, ГОСТ 4201-79;
- кальций хлористый, ГОСТ 450-77;
- магний хлористый, 6-водный, ГОСТ 4209-77;
- кальций хлористый обезвоженный, ТУ 6-09-4711-81;
- кислота соляная, ГОСТ 3118-77;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;
- эксикатор, ГОСТ 25336-82;
- весы лабораторные, ГОСТ 24104-01;
- бумага фильтровальная, ГОСТ 12026-76;
- пинцет;
- шлифовальные материалы.

3.2.3. Подготовка образцов

Для проведения испытаний рекомендуется применять плоские образцы (пластины) в соответствии с требованиями ГОСТ Р 9.905-2007. 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 см^3 на 1 см^2 площади поверхности образца.

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

Поверхность образца шлифуют до шероховатости R_a не более 1,6 мкм по ГОСТ 2789-73* 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 24 ч и взвешивают на аналитических весах с погрешностью не более 0,0001 г.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

3.2.4. Среда 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 и проводится согласно методике, представленной в Приложении 3 к настоящему Приложению.

При испытаниях в двухфазных средах в качестве углеводородной фазы необходимо использовать нефть, отобранную с месторождения, для которого проводятся испытания. Проба нефти должна быть с содержанием воды не более 1%, содержание каких-либо ХР не допускается.

Срок хранения модельной среды не более 5 суток.

3.2.5. 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 ингибитор 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 ингибитор.

В соответствии с Программой испытаний испытуемая среда может деаэрироваться инертным газом (азот, гелий) и насыщаться сероводородом и (или) диоксидом углерода. Сероводород получают по ОСТ 39-099-79.

В ячейке создают режим, соответствующий Программе испытания. Продолжительность испытаний устанавливают в соответствии с ГОСТ Р 9.905-2007. При проведении сравнительных испытаний время испытания должно быть не менее 6 часов. Колебания температуры испытуемой среды не должны превышать $\pm 2^{\circ}\text{C}$. 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 или одним из растворителей: бензином, керосином, уайт-спиритом;
2. При наличии плотной пленки из продуктов коррозии их удаление производят по ГОСТ Р 9.907-2007;
3. Образцы промывают водопроводной и дистиллированной водой, высушивают фильтровальной бумагой, обезжиривают ацетоном, упаковывают в фильтровальную бумагу, выдерживают в эксикаторе с влагопоглотителем в течение 24 ч и взвешивают на аналитических весах.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

3.2.6. Обработка результатов гравиметрических испытаний

Скорость коррозии ($V_{кор}$) в $\frac{г}{м^2 \cdot ч}$ вычисляют по формуле:

$$V_{кор} = \frac{m_1 - m_2}{S \cdot \tau}$$

где: m_1 – масса образца до испытания, г;

m_2 – масса образца после испытания, г;

S – площадь поверхности образца, $м^2$;

τ – время испытания, ч.

Степень защиты (Z) в процентах вычисляют по формуле:

$$Z = \frac{V_1 - V_2}{V_1} \cdot 100$$

где: V_1 – скорость коррозии образцов в не ингибированной среде, $\frac{г}{м^2 \cdot ч}$;

V_2 – скорость коррозии образцов в ингибированной среде, $\frac{г}{м^2 \cdot ч}$.

При обработке результатов испытаний используют метод математической обработки результатов по ГОСТ 9.502-82. 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.

3.2.7. Оформление результатов испытаний

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

- обозначение ингибитора (маркировка);
- марка стали образцов;
- концентрация ингибитора;
- состав и температура среды;
- продолжительность испытания;
- значения измеряемых величин;
- расчетное значение эффекта защиты;
- результаты статистической обработки.

Рекомендуемая форма протокола представлена в Приложении 2 к настоящему Приложению.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт «Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	СТ-17-03-02
		Для внутреннего использования

ПРИЛОЖЕНИЕ 1 К ПРИЛОЖЕНИЮ 3

Форма протокола электрохимических испытаний

Обозначение *ИНГИБИТОРА* (маркировка) _____

Марка стали электродов _____

Продолжительность испытания, ч _____

Температура, °С _____

Состав водной фазы:

МЕСТОРОЖДЕНИЕ , МЕСТО ОТБОРА ПРОБЫ	рН	СОДЕРЖАНИЕ ИОНОВ, МГ/ДМ ³						СУММАРНАЯ МИНЕРАЛИ- ЗАЦИЯ, МГ/ДМ ³
		Cl ⁻	HCO ⁻ ₃	SO ²⁻ ₄	Ca ²⁺	Mg ²⁺	Na ⁺ + K ⁺	

Характеристика нефти (месторождение, место отбора пробы) _____

Соотношение нефть/вода _____

Результаты испытаний:

КОНЦЕНТРАЦИЯ ИНГИБИТОРА, МГ/Л	СКОРОСТЬ КОРРОЗИИ (V), ММ/ГОД								Z, %	±ΔZ, %
	ДО ВВОДА ИНГИБИТОРА				ПОСЛЕ ВВОДА ИНГИБИТОРА					
	V01	V02	V03	V0CP	V1	V2	V3	VCP		

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт «Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	СТ-17-03-02
		Для внутреннего использования

ПРИЛОЖЕНИЕ 2 К ПРИЛОЖЕНИЮ 3

Форма протокола гравиметрических испытаний

Обозначение ингибитора (маркировка) _____

Марка стали образцов _____

Продолжительность испытания, ч _____

Температура, °С _____

Состав водной фазы:

МЕСТОРОЖДЕНИЕ , МЕСТО ОТБОРА ПРОБЫ	рН	СОДЕРЖАНИЕ ИОНОВ, МГ/ДМ ³							СУММАРНАЯ МИНЕРАЛИ- ЗАЦИЯ, МГ/ДМ ³
		Cl ⁻	HCO ₃ ⁻	SO ₄ ²⁻	Ca ²⁺	Mg ²⁺	Na ⁺ + K ⁺	Fe _{общ}	

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, М ²	МАССА ОБРАЗЦА, Г		КОРРОЗИОННЫЕ ПОТЕРИ		СКОРОСТЬ КОРРОЗИИ, $\frac{z}{m^2 \cdot t}$
		ДО ИСПЫТАНИЯ, M0	ПОСЛЕ УДАЛЕНИЯ ПРОДУКТОВ КОРРОЗИИ, M1	ОБРАЗЦА $\Delta M = M0 - M1$	НА ЕДИНИЦУ ПЛОЩАДИ $\Delta M/S$	

КОНЦЕНТРАЦИЯ ИНГИБИТОРА, МГ/Л	СКОРОСТЬ КОРРОЗИИ (V), Г·М ⁻² ·Ч ⁻¹								Z, %	±ΔZ, %
	В НЕИНГИБИРОВАННОЙ СРЕДЕ				В ИНГИБИРОВАННОЙ СРЕДЕ					
	V01	V02	V03	V0CP	V1	V2	V3	VCP		

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

ПРИЛОЖЕНИЕ 3 К ПРИЛОЖЕНИЮ 3

Методика приготовления имитата (модели) пластовой воды

Имитат (модель) пластовой воды получают при смешивании равных объемов двух растворов солей: раствора А и раствора Б в соотношении 1:1.

Коэффициенты для пересчета заданного количества катионов и анионов приведены в таблице 2.

Примеры составов растворов А и Б приведены в таблице 1.

Таблица 1.

Раствор	Состав раствора (в качестве примера)	Компоненты раствора	Примечания
А	Ca ²⁺ = 1100 мг/дм ³ Mg ²⁺ = 380 мг/дм ³	CaCl ₂ ·2H ₂ O MgCl ₂ ·6H ₂ O	–
Б	HCO ₃ ⁻ = 976 мг/дм ³ Cl ⁻ = 14045 мг/дм ³	NaHCO ₃ NaCl	Навеска NaCl рассчитывается с учетом содержания ионов Cl ⁻ в растворе А

Пример приготовления раствора А

Расчет необходимого количества CaCl₂·2H₂O

CaCl₂ (Ca²⁺) 1100:0,3611 = 3046,2 мг/л – для безводного хлорида кальция

CaCl₂ – CaCl₂·2H₂O

Молекулярная масса 111 – 147

Масса навески 3046,2 – X

Получаем $X = \frac{3046,2 \cdot 147}{111} = 4034$ мг/л.

4,034 г CaCl₂·2H₂O растворяют в 500 мл дистиллированной воды.

Расчет необходимого количества MgCl₂·6H₂O

MgCl₂ (Mg²⁺) 380:0,255 = 1487,9 мг/л – для безводного хлорида магния

MgCl₂ – MgCl₂·6H₂O

Молекулярная масса 95,23 – 203,23

Масса навески 1487,9 – X

Получаем $X = \frac{1487,9 \cdot 203,23}{95,23} = 3175,3$ мг/л.

3,1753 г MgCl₂·6H₂O добавляют к уже приготовленному раствору хлорида кальция.

Пример приготовления раствора Б

Расчет необходимого количества NaHCO₃

NaHCO₃ (HCO₃⁻) 976:0,7263 = 1343,8 мг/л,

1,3438 NaHCO₃ растворяют в 500 мл дистиллированной воды.

Расчет необходимого количества NaCl

NaCl (Cl⁻) 14045:0,6056 = 23191,9 мг/л.

В растворе А уже присутствуют ионы Cl⁻, поэтому рассчитанное количество NaCl необходимо уменьшить.

CaCl₂ (Cl⁻) 3046,2 × 0,6389 = 1946,2 мг/л,

MgCl₂ (Cl⁻) 1487,9 × 0,7446 = 1107,9 мг/л,

1946,2 + 1107,9 = 3054,1 мг/л – количество ионов Cl⁻ в растворе А,

14045 – 3054,1 = 10990,9 мг/л – количество ионов Cl⁻ в растворе Б,

NaCl (Cl⁻) 10990,9:0,6056 = 18148,8 мг/л.

18,1488 г NaCl добавляют к уже приготовленному раствору бикарбоната натрия.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт «Порядок проведения лабораторных и опытно- промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	СТ-17-03-02
		Для внутреннего использования

Таблица 2. Коэффициенты для пересчета заданного количества катионов и анионов

Химическое соединение	Молекулярный вес	Коэффициент для пересчета	
		Катионы	Анионы
NaCl	58,448	0,3944	0,6056
Na ₂ SO ₄	142,048	0,3237	0,6763
NaNO ₃	84,999	0,2705	0,7295
NaHCO ₃	84,010	0,2737	0,7263
Na ₂ CO ₃	105,993	0,4338	0,5662
KCl	74,557	0,5244	0,4756
K ₂ SO ₄	174,266	0,4487	0,5513
KNO ₃	101,108	0,3867	0,6133
KHCO ₃	100,119	0,3905	0,6095
K ₂ CO ₃	138,211	0,5658	0,4342
CaCl ₂	110,994	0,3611	0,6389
CaSO ₄	136,146	0,2944	0,7056
Ca(NO ₃) ₂	164,096	0,2442	0,7558
Ca(HCO ₃) ₂	162,118	0,2472	0,7528
CaCO ₃	100,091	0,4004	0,5996
MgCl ₂	95,234	0,2554	0,7446
MgSO ₄	120,386	0,2020	0,7980
Mg(NO ₃) ₂	148,336	0,1640	0,8360
Mg(HCO ₃) ₂	146,358	0,1662	0,8338
MgCO ₃	84,331	0,2884	0,7116
Fe(HCO ₃) ₂	117,888	0,3140	0,6860
BaSO ₄	233,4	0,5884	0,4116

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

ПРИЛОЖЕНИЕ 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ БАКТЕРИЦИДНОЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ ХИМИЧЕСКИХ РЕАГЕНТОВ

4.1. Общие положения

Из многочисленных бактерий, способных инициировать процесс коррозии металлов, наиболее активную роль играют сульфатвосстанавливающие бактерии. Это обусловлено их способностью осуществлять анаэробное дыхание, используя в качестве акцептора электронов сульфаты, выделяя при этом в среду продукт метаболизма – сероводород.

Развитию СВБ предшествует формирование биоценоза углеводородокисляющих бактерий. Эти аэробные микроорганизмы, используя растворенный в закачиваемой воде кислород, окисляют углеводороды нефти с образованием промежуточных продуктов неполного окисления типа спиртов, альдегидов, кислот, которые далее могут потребляться СВБ.

Тионовые бактерии, 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 сульфатвосстанавливающими бактериями, то необходимо подавлять жизнедеятельность и углеводородокисляющих бактерий, 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.

4.2. Оценка бактерицидного действия химических реагентов относительно планктонных клеток бактерий

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

4.2.1. Оборудование и материалы

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 2 класса точности по ГОСТ 24104-2001;
- шприцы инъекционные однократного применения, 1, 2 мл, ГОСТ 24861-91;
- пипетки Мора объемом 1, 2, 10 см³, ГОСТ 29169-91;
- пипетки градуированные объемом 0,1, 0,2, 1, 5 см³ ГОСТ 29228-91;
- колбы плоскодонные, ГОСТ 25336-82;
- колбы конические емкостью 1 л, 0,25 л, 0,1 л ГОСТ 25336-82;
- флаконы пенициллиновые (ТУ 9461-010-00480514-99) с плоскими резиновыми пробками (ТУ 9467-001-31316292-03);
- пробирки химические объемом 20-25 мл, ГОСТ 25336-82;
- пробки резиновые;
- спиртовки, ГОСТ 25336-82;
- вата гигроскопическая медицинская, ГОСТ 5556-81;

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

- вата негигроскопическая;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87;
- рН-метр;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;
- полиэтиленовая пленка;
- фильтры бумажные обеззоленные разной плотности;
- стекла предметные для микропрепаратов, ГОСТ 9284-75;
- стекла покровные для микропрепаратов, ГОСТ 6672-75;
- микроскоп типа Микмед-1, или аналог.

4.2.2. 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 (KH_2PO_4) – 0,5 г, ГОСТ 4198-75;
- аммоний хлористый (NH_4Cl) – 1,0 г, ГОСТ 3773-72;
- кальций сернокислый (CaSO_4) – 1,0 г, ТУ 6-09-706-76;
- магний сернокислый 7-водный ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) – 2,0 г, ГОСТ 4523-77;
- натрий молочнокислый ($\text{C}_2\text{H}_5\text{O}_3\text{Na}$) – 3,5 г, ТУ 9199-008-00340635-95;
- натрий хлористый (NaCl) – 5,0 г, ГОСТ 4233-77.

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 ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, ГОСТ 4148-78) – 0,5 г. Готовят в виде 5 % раствора в 2 % растворе соляной кислоты;
- натрий углекислый кислый (NaHCO_3 , ГОСТ 4201-79) – 5 % водный раствор, который используют для установления рН среды в интервале от 7,0 до 7,2.
- натрий сернистый девятиводный ($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$, ГОСТ 2053-77) – 0,2 г. Готовят 5% раствор в 5% растворе натрия углекислого кислого. Раствор хранится при температуре 1-5 °С, после стерилизации используется не более 7 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 Na_2CO_3 – 0,1 г, ГОСТ 4201-79;
- кальций хлористый CaCl_2 – 0,01 г, ГОСТ 450-77;
- марганец сернокислый $\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ – 0,02 г, ГОСТ 435-77;
- железо сернокислое закисное $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ – 0,01 г, ГОСТ 4148-78;
- натрий фосфорнокислый двузамещенный NaHPO_4 – 3,0 г, ГОСТ 4172-76;
- калий фосфорнокислый однозамещенный KH_2PO_4 – 2,0 г, ГОСТ 4198-75;
- магний сернокислый $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ – 0,2 г, ГОСТ 4523-77;

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

- аммоний азотнокислый NH_4NO_3 – 2,0 г, ГОСТ 22867-77;
- индикатор бромкрезоловый пурпуровый – 0,1 % раствор в 20% растворе этилового спирта – 40 мл, ТУ 6-09-5422-90.

Реактивы растворяют в 1 л дистиллированной воды. Величина рН питательной среды после стерилизации должна находиться в пределах $7,0 \div 7,2$.

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 серноватистоокислый $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ – 5,0 г, ГОСТ 27068-86;
- натрий двууглекислый NaHCO_3 – 1,0 г, ГОСТ 4201-79;
- калий фосфорнокислый однозамещенный KH_2PO_4 – 0,2 г, ГОСТ 4198-75;
- аммоний хлористый NH_4Cl – 0,1 г, ГОСТ 3773-72;
- магний хлористый $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ – 0,1 г, ГОСТ 4209-77;
- индикатор метиловый оранжевый – 10 мл, ТУ 6-09-5171-84.

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.

4.2.3. 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 $160\text{ }^\circ\text{C}$ в течение 2-х часов с момента достижения указанной температуры. Стерилизованную посуду вынимают из сушильного шкафа после его охлаждения до температуры не выше $60\text{ }^\circ\text{C}$.

Предметные стекла моют хромовой смесью, имеющей следующий состав: 15 г бихромата калия ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) в 500 мл концентрированной серной кислоты (H_2SO_4). 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 $120 \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 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 $120 \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$, избыточном давлении 0,1 МПа, а добавок – при давлении 0,05 МПа. Время стерилизации – 30 минут.

Стерилизацию промышленной 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 $\frac{1}{4}$ 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

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

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 °С.

Стерилизованные среды проверяют на стерильность путем термостатирования в течение суток при температуре 30 °С. Если среда сохраняет прозрачность, считают, что она стерильна.

Хранят среды при температуре 1-5 °С. Срок хранения не более 2-х недель.

4.2.4. 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 °С и проводят наблюдения в течение 15 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 не оседающей 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.

4.2.5. 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 °С.

Исходную накопительную культуру пересевают на свежую питательную среду. Флаконы с питательной средой после посева культуры бактерий помещают в термостат при температуре

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

32-35 °С. По истечении двух суток с момента прорастания или появления черного осадка (двухсуточная культура), накопительную культуру можно использовать для испытаний ХР.

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 °С 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 4.4.

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 °С. 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 п.4.5. В пробах, предназначенных для контроля влияния ХР на изменение цвета питательной среды, содержание летучих жирных кислот не определяется.

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 14.1:2.108-97.

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

4.2.6. Обработка и оценка результатов

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

$$Z = \frac{C - C_1}{C} \times 100,$$

где C – среднее содержание H_2S в контрольных пробах (для СВБ), среднее содержание летучих жирных кислот в контрольных пробах (для УОБ), среднее содержание сульфат-ионов в контрольных пробах (для ТБ), мг/л,

C_1 – среднее содержание H_2S в пробах, содержащих заданное количество ХР (для СВБ), среднее содержание летучих жирных кислот в пробах, содержащих заданное количество ХР (для УОБ), среднее содержание сульфат-ионов в пробах, содержащих заданное количество ХР (для ТБ), мг/л.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

4.2.7. Оформление результатов испытаний

Результаты оформляются согласно Приложения 1 к настоящему приложению.

4.3. 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.

4.3.1. 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 2 класса точности по ГОСТ 24104-2001;
- диспергатор ультразвуковой;
- приспособление для закручивания алюминиевых колпачков;
- шприцы инъекционные 1 и 2 мл, ГОСТ 24861-91;
- пипетки Мора объёмом 1, 2, 10 см³, ГОСТ 29169-91;
- пипетки градуированные объёмом 0,1, 0,2, 1, 5 см³ ГОСТ 29228-91;
- колбы плоскодонные, ГОСТ 25336-82;
- колбы конические ёмкостью 1 л, 0,25 л, 0,1 л ГОСТ 25336-82;
- флаконы пенициллиновые (ТУ 9461-010-00480514-99) с плоскими резиновыми пробками (ТУ 9467-001-31316292-03);
- пробирки химические объёмом 20-25 мл, ГОСТ 25336-82;
- пробки резиновые;
- спиртовки, ГОСТ 25336-82;
- вата гигроскопическая медицинская, ГОСТ 5556-81;
- вата негигроскопическая;
- спирт этиловый ректификованный технический по ГОСТ 18300-87;
- рН-метр;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;
- полиэтиленовая плёнка;
- бумага фильтровальная, ГОСТ 12026-76;
- алюминиевые колпачки;
- стальные плоские образцы (рекомендуемые размеры: D= 10 мм и h = 2 мм).

4.3.2. Подготовка и стерилизация питательных сред, добавок и других материалов

Для культивирования СВБ используется среда Постгейта В (п. 4.2.2.).

Подготовка и стерилизация питательных сред, добавок и других материалов осуществляется согласно п. 4.2.3.

4.3.3. 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 R_a ~ 0,63-1,25 мкм по ГОСТ 2789-73*.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

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 объема, вносят питательную среду Постгейта и накопительную культуру СВБ (2-3 суточную) в количестве 5-10 % от объема среды, закрывают пробкой и помещают в термостат (температура 32-35 °С). Период инкубации длится 5-7 дней.

Количественная оценка адгезированных СВБ производится методом предельных разведений. Результаты представляются как количество клеток на единицу площади – кл/см².

Удаление адгезированных клеток (биоленки) 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 объема, 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 биоленки 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 дней при температуре 32-35 °С. Считают, что в выросшем посеве, где использовано максимальное разведение, присутствует минимум одна клетка. Учитывая разведения, рассчитывают содержание бактерий в 1 мл посевного материала. Количество бактерий (*M*) выражают в виде порядка: единицы, десятки, сотни и т.д. Расчет клеток бактерий проводят по формуле:

$$M = \frac{10^{n-1}}{V},$$

где *I*0 – 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:

$$Q = \frac{M \cdot V_{II}}{S_{OB}},$$

где *M* – количество бактериальных клеток в 1 мл исходной пробы;

*V*_{II} – объём питательной среды, в которую был перенесён соскоб, мл;

*S*_{OB} – площадь образца, см².

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

4.3.4. Порядок проведения испытаний

В маркированные пробирки известного объёма (20-25 мл) наливают по 10 мл промышленной 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.

Затем обработанные бактерицидом образцы с адгезированными клетками помещают в пробирки с питательной средой Постгейта и инкубируют в течение 14 суток при температуре 32-35 °С. 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.

4.3.5. 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.

4.3.6. Оформление результатов испытаний

Результаты оформляются согласно Приложения 1 к настоящему приложению.

4.4. 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 определения содержания сероводорода необходимы следующие реактивы:

- йод, стандарт-титр 0,1 н, ТУ 2642-001-33813273-97;
- натрий серноватисто-кислый, стандарт-титр 0,1 н, ТУ 2642-001-33813273-97;
- кислота соляная, ГОСТ 3118-77;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72;
- крахмал растворимый, ГОСТ 10163-76.

Содержимое посевого флакона известного объёма переносят в колбу, куда предварительно добавляют определенное количество титрованного раствора йода (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:

$$X = \frac{(a - b) \cdot 17 \cdot 1000 \cdot N \cdot K}{V},$$

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

где X – количество сероводорода и его ассоциатов ($H_2S + HS^- + S_2O_3^{2-} + SO_3^{2-}$) 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;

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

4.5. 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 CO_2 , H_2S , которые удаляют кипячением дистиллята, полученного при отгоне летучих жирных кислот, как описано ниже.

Реактивы:

- фосфорная кислота плотностью 1,7 г/см³, ГОСТ 6552-80;
- гидроксид натрия NaOH, ГОСТ 4328-77;
- фенолфталеин 1 % спиртовой раствор, ТУ 6-09-5360-88;
- метиловый оранжевый 0,1 % водный раствор, ТУ 6-09-5171-84.

Анализируемую жидкость фильтруют через фильтр "белая лента" (по ТУ 6-09-1678-86) 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 CO_2 и H_2S , охлаждают до 50-60 °С и титруют 0,01н (или 0,1н) раствором едкого натра в присутствии 5-6 капель фенолфталеина до исчезающей розовой окраски.

Содержание летучих жирных кислот рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(a - b) \cdot K \cdot N \cdot 1000 \cdot 60}{V},$$

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.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

ПРИЛОЖЕНИЕ 1 К ПРИЛОЖЕНИЮ 4

Испытуемый **ХИМИЧЕСКИЙ РЕАГЕНТ** _____

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

Группа бактерий (**СВБ, УОБ, ТБ**) _____

Продолжительность контакта **ХИМИЧЕСКОГО РЕАГЕНТА** с накопительной культурой, ч _____

КОНЦЕНТРАЦИЯ ХИМИЧЕСКОГО РЕАГЕНТА, МГ/Л	КОЛИЧЕСТВО H ₂ S – 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.		

Испытуемый **ХИМИЧЕСКИЙ РЕАГЕНТ** _____

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

Продолжительность контакта **ХИМИЧЕСКОГО РЕАГЕНТА** 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	

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

ПРИЛОЖЕНИЕ 5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ДЕЙСТВИЯ ИНГИБИТОРОВ СОЛЕОТЛОЖЕНИЯ

5.1. Методика определения эффективности ингибиторов солеотложения (совмещенная для двух типов солеотложений)

Настоящая методика основана на положениях РД 39-0148070-026ВНИИ-86 и методики "Определение эффективности ингибирования осадкообразования сульфата и карбоната кальция", разработанной НПС "Союзнефтепромхим".

5.1.1. Среды для испытаний

Испытание ХР следует проводить на моделях (имитатах) пластовых вод месторождений, где планируется применение ХР.

Допускается использование имитатов пластовых вод хлоридно-кальциевого и сульфат-кальциевого типа следующего состава:

1. Солевой состав, моделирующий карбонатные отложения: $\text{Ca}^{2+} = 1100 \text{ мг/дм}^3$, $\text{Mg}^{2+} = 380 \text{ мг/дм}^3$, $\text{Na}^+ = 7500 \text{ мг/дм}^3$, $\text{HCO}_3^- = 976 \text{ мг/дм}^3$, $\text{Cl}^- = 14023 \text{ мг/дм}^3$. Для получения имитата предварительно готовятся два раствора: А и Б. Раствор А содержит кальция хлорида 3046 мг/дм^3 и магния хлорида (шестиводного) 3177 мг/дм^3 . Раствор Б – натрия хлорида 18084 мг/дм^3 и натрия гидрокарбоната 1344 мг/дм^3 .

2. Солевой состав, моделирующий гипсовые отложения: $\text{Ca}^{2+} = 4911 \text{ мг/дм}^3$, $\text{Mg}^{2+} = 148 \text{ мг/дм}^3$, $\text{Na}^+ = 11623 \text{ мг/дм}^3$, $\text{SO}_4^{2-} = 8792 \text{ мг/дм}^3$, $\text{Cl}^- = 20291 \text{ мг/дм}^3$. Для получения имитата предварительно готовятся два раствора: А и Б. Раствор А содержит кальция хлорида 1360 мг/дм^3 . Раствор Б – натрия хлорида 18800 мг/дм^3 , магния хлорида (шестиводного) 1240 мг/дм^3 и натрия сульфата 13000 мг/дм^3 .

В случае необходимости испытания ХР для других типов солеотложения, например баритных, имитат готовится на основе одного из двух предлагаемых имитатов с заменой солеобразующего катиона на соответствующий данному типу солеотложения (например, ион кальция заменяется ионом бария), или на основе модельного состава пластовой воды, полученного в результате лабораторного анализа. Пересчет концентраций ионов в навеске веществ можно осуществить на основе таблицы Приложения 3 настоящего стандарта. Расчет эффективности в таком случае необходимо вести по изменению концентрации солеобразующего катиона (например, для отложений сульфата бария по концентрации ионов бария).

Истинное содержание ионов кальция следует определять титрованием в соответствии с ПНД Ф 14.1:2.95-97. Истинное содержание сульфат ионов следует определять титрованием в соответствии с ПНД Ф 14.1:2.108-97.

5.1.2. Аппаратура, реактивы и материалы

Для проведения испытаний необходимо следующее оборудование, реактивы и материалы:

- весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 0,1 мг, ГОСТ 24104-01;
- весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г и ценой наименьшего деления 10 мг, ГОСТ 24104-01;
- шкаф сушильный лабораторный с температурой нагрева до 130 °С;
- колбы мерные 1-100-1, 1-250-1, 1-500-1 и 1-1000-1, ГОСТ 1770-74;
- пипетки градуированные 1(3)-1-2-1, 1(3)-1-2-2, 1(3)-1-2-5, 1(3)-1-2-10, ГОСТ 29227-91;
- пипетки с одной меткой 2-2-5, 2-2-10, 2-2-25, 2-2-50, 2-2-100, ГОСТ 29169-91;
- бюретки 1-2-5-0,02; 1-2-10-0,05, ГОСТ 29251-91;
- цилиндры мерные 1(3)-50, 1(3)-50, 1(3)-100, 1(3)-250, 1(3)-500, 1(3)-1000, ГОСТ 1770-74;
- колбы конические Кн-2-100 ХС, Кн-2-250 ХС, Кн-2-500 ХС;
- рН-метр или иономер с погрешностью измерения рН не более 0,05 единиц рН;

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

- натрия хлорид, ГОСТ 4233-77;
- магния хлорид 6-водный, ГОСТ 4209-77;
- кальция хлорид безводный, ГОСТ 450-77;
- натрия сульфат, ГОСТ 4166-76;
- натрий углекислый кислый, ГОСТ 4201-79;
- бензойная кислота;
- спирт этиловый, ГОСТ 18300-87, или ацетон, ГОСТ 2603-79;
- кислота хлористоводородная, ГОСТ 3118-77, стандарт-титр по ТУ 2642-001-33813273-97;
- натрия гидроксид, ГОСТ 4328-77;
- трилон Б, ГОСТ 10652-73;
- аммония хлорид, ГОСТ 3773-72;
- аммиак водный концентрированный, ГОСТ 3760-79;
- сульфат калия, ГОСТ 4145-74;
- катионит сильнокислотный КУ-2, ГОСТ 20298-74;
- магния сульфат, ГОСТ 4523-77;
- нитрат свинца, ГОСТ 4236-77;
- метиловый оранжевый, ТУ 6-09-5171-84;
- хромоген черный специальный ЕТ-00, ТУ 6-09-1760-72;
- мурексид (пурпурат аммония), ТУ 6-09-13-945-94;
- дитизон, ТУ 6-09-07-1684-89.

Допускается использование других средств измерений и вспомогательных устройств с характеристиками не ниже, чем у приведенных реактивов, материалов и аппаратуры.

5.1.3. Приготовление растворов

- кислота хлористоводородная, раствор 0,1 нормальный (готовится из фиксаля);
- натрия гидроксид, раствор 20%, 100 г натрия гидроксида растворяют в 500 мл воды дистиллированной;
- трилон Б, раствор 0,05 моль/дм³ эквивалента. 9,307г трилона Б помещают в мерную колбу объемом 1000 мл, приливают 150-200 мл воды дистиллированной, растворяют при нагревании в водяной бане. После растворения охлаждают и доводят объем дистиллированной водой до метки, фильтруют. Либо готовят из фиксаля;
- аммиачный буферный раствор (рН = 10). 27 г аммония хлорида растворяют в 100 мл воды дистиллированной, смешивают со 175 мл аммиака водного концентрированного, приливают воду дистиллированную до объема 500 мл. Если рН полученного раствора меньше 10, приливают аммиак водный концентрированный. Если рН раствора больше 10, к нему добавляют аммония хлорид;
- сульфат калия, раствор 0,0200 моль/дм³ эквивалента. 0,4357 г сульфата калия, предварительно высушенного в течение 2 ч при 105-110 °С, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают;
- 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;
- 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

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

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 мес.;

- магнезия сульфат, раствор 0,1 моль/дм³ эквивалента (готовят из фиксаля);
- соляная кислота, 1 моль/дм³, К 250 см³ раствора соляной кислоты 1 моль/дм³ добавляют 750 см³ дистиллированной воды и перемешивают;
- соляная кислота, 4 моль/дм³, 170 см³ концентрированной соляной кислоты смешивают с 330 см³ дистиллированной воды;
- гидроксид натрия, 1 моль/дм³. 40 г гидроксида натрия растворяют в 1 дм³ дистиллированной воды;
- метиловый оранжевый, раствор 0,1%. 0,1 г метилового оранжевого растворяют в 100 мл воды дистиллированной;
- хромоген черный специальный ЕТ-00. 0,5 г индикатора растирают в фарфоровой ступке с 50 г натрия хлорида;
- мурексид. 0,5 г индикатора растирают в фарфоровой ступке с 50 г натрия хлорида;
- дитизон. 0,1 г дитизона растирают в 5 г бензойной кислоты в фарфоровой ступке.

Для приготовленного раствора трилона Б определяют значение истинной концентрации. В коническую колбу объемом 200-250 мл отмеривают пипеткой Мора 5 мл 0,1 Н раствора сульфата магния, добавляют 90-95 мл воды дистиллированной, 10 мл 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:

$$N_T = \frac{N_{MgSO_4} \cdot V_{MgSO_4}}{V_T}$$

где N_{MgSO_4} – концентрация раствора сульфата магния, моль/дм³ эквивалента;

V_{MgSO_4} – объем раствора сульфата магния, взятый для титрования, см³;

V_T – объем трилона Б, пошедший на титрование, см³.

Приготовление раствора А.

На весах аналитических берут навеску необходимого количества компонентов раствора А, помещают в мерную колбу объемом 500 мл, растворяют в 100-150 мл 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 мл отмеривают пипеткой Мора 5 мл приготовленного раствора, приливают 45 мл воды дистиллированной и 2,5 мл 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:

$$X = \frac{V_T \cdot N_T \cdot 20,04 \cdot 1000}{5 \cdot 2}$$

где V_T – объем трилона Б, пошедшего на титрование, мл;

N_T – 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 мл, растворяют в 100-150 мл дистиллированной воды,

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

доводят до метки, перемешивают, фильтруют через фильтр "белая лента", в случае выпадения осадка. Затем определяют содержание гидрокарбонат-ионов либо сульфат ионов.

Определение содержания гидрокарбонат-ионов в имитате.

Для этого 25 мл 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:

$$X = \frac{V_{HCl} \cdot N_{HCl} \cdot 61 \cdot 1000}{25 \cdot 2}$$

где V_{HCl} – объем соляной кислоты, пошедшей на титрование, мл;

N_{HCl} – молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм³;

25 – 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.

Метод титрования.

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, чтоб 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:

$$X = \frac{V_{Pb} \cdot N_{Pb} \cdot 48,03 \cdot 1000 \cdot 0,95}{V_B \cdot 2}$$

где V_{Pb} – объем соляной кислоты, пошедшей на титрование, мл;

N_{Pb} – молярная концентрация раствора соляной кислоты, моль/дм³;

V_B – 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.

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 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:

$$N_{Pb} = \frac{N_k \cdot V_k}{V_{Pb}}$$

где N_{Pb} – концентрация раствора нитрата свинца, моль/дм³ эквивалента;

N_k – концентрация раствора сульфата калия, моль/дм³ эквивалента;

V_k – объем раствора сульфата калия, взятый для титрования, см³;

V_{Pb} – объем раствора нитрата свинца, пошедший на титрование, см³.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

Турбидиметрический метод измерения массовой концентрации сульфат-ионов в пробах природных и сточных вод (ПНД Ф 14.1:2.159-2000).

Средства измерения и стандартные образцы:

- Прибор для фотометрического анализа (фотометр, фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий измерять оптическую плотность в диапазоне 600-670 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 30 и 50 мм.).
- Весы лабораторные общего назначения (например, ВЛР-200, ВЛА-200) по ГОСТ 24104-2001.
- Мера массы по ГОСТ 7328-2001.
- Колбы мерные вместимостью 100, 50, 25 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74.
- Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 5, 10, 25, 50 см³ по ГОСТ 29169-91.
- Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 см³ по ГОСТ 29227-91.
- Государственный стандартный образец состава раствора сульфат-иона (1мг/см³) ГОСТ 7253-96.

Реактивы:

- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
- Барий хлористый, по ГОСТ 4108-72.
- Глицерин, по ГОСТ 6259-75.
- Кислота борная, по ГОСТ 9656-75.
- Кислота соляная, по ГОСТ 3118-77.

Вспомогательные устройства и материалы:

- Фильтры обеззоленные «синяя лента» по ТУ 6-09-1678-86.
- Колбы конические вместимостью 25, 100, 500, 1000 см³ по ГОСТ 25336-82.
- Воронки лабораторные по ГОСТ 25336-82.
- Бутылки стеклянные и полиэтиленовые для хранения вспомогательных растворов, а также для хранения и транспортировки проб.

Приготовление растворов:

1. Приготовление осадительного раствора - 60 г хлорида бария и 30 г борной кислоты растворяют при нагревании в 500-600 см³ дистиллированной воды и охлаждают. Приливают 200 см³ глицерина, 50 см³ концентрированной соляной кислоты, разбавляют дистиллированной водой до 1000 см³, перемешивают и оставляют на 2-3 дня. Затем приготовленный раствор декантируют с осадка.

2. Рабочий раствор сульфат-иона, массовая концентрация 100 мг/дм³ - в мерную колбу вместимостью 50 см³ помещают 5 см³ ГСО состава раствора сульфат-иона (массовая концентрация 1 мг/см³), разбавляют до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения полученного раствора – 3 месяца.

При использован ГСО с концентрацией сульфат-иона 10 мг/см³ необходимо приготовить промежуточный раствор с концентрацией 1 мг/см³, разбавляя в мерной колбе 5 см³ раствора ГСО до 50 см³ дистиллированной водой.

Метод измерения массовой концентрации сульфат-иона основан на образовании стабилизированной суспензии сульфата бария в солянокислой среде с последующим измерением светорассеяния в направлении падающего луча (в единицах оптической плотности).

Приготовление градуировочных растворов.

В шесть мерных колб вместимостью 50 см³ помещают по 20 см³ осадительного раствора и затем в пять из них приливают по каплям 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 см³ рабочего раствора сульфат-иона с концентрацией 100 мг/дм³, что соответствует его содержанию 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг в 50 см³, и затем содержимое всех колб разбавляют до метки дистиллированной водой.

Растворы перемешивают в течение 30 сек и через 5-10 мин измеряют оптическую плотность каждого раствора относительно раствора, приготовленного без сульфат-иона.

Построение градуированного графика.

Через 5-10 мин после приготовления растворов измеряют оптическую плотность (не менее пяти отсчетов) полученных растворов при длине волны 600-670 нм в зависимости от спектральных

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

характеристик светофильтра, входящего в комплект прибора. Толщина поглощающего слоя – 30 или 50 мм, раствор сравнения – первый градуировочный раствор (без сульфат-иона).

Вычисляют среднее арифметическое полученных значений оптической плотности и строят градуировочный график в координатах оптическая плотность-содержание сульфат-ионов в растворах градуировочной серии, мг.

Выполнение измерений.

Пробу сточной воды фильтруют через фильтр «синяя лента», отбрасывая первые порции фильтрата. Затем анализируют две аликвотные порции воды.

В три мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают по 20 см³ осадительной смеси, затем в две из них по каплям вносят 1-20 см³ анализируемой пробы. Содержимое всех колб быстро доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают в течение 30сек и через 5-10 мин измеряют оптическую плотность растворов проб относительно раствора, приготовленного без введения пробы. Условия измерения оптической плотности те же, что и при построении градуировочной зависимости.

Вычисляют среднее арифметическое полученных значений оптической плотности для каждого из двух растворов проб и находят при помощи градуировочной зависимости содержание сульфат-ионов в отобранной аликвотной порции анализируемой пробы воды.

Обработка результатов измерений.

Массовую концентрацию сульфата вычисляют по формуле»

$$X = 1000 * Q/V$$

где X – массовая концентрация сульфат-ионов в пробе, мг/дм³;

Q – содержание сульфат-ионов в аликвотной порции пробы, найденное по градуировочному графику, мг;

V – объем аликвотной порции пробы, см³.

За результат измерения X_{ср} принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений X1 и X2.

Приготовление раствора ингибитора.

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

5.1.4. Методика эксперимента

Эффективность ингибиторов солеотложения определяют при концентрациях 5, 10, 20, 30, 60 и 100 мг/дм³, что соответствует 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 1,2 и 2,0 мл раствора ХР. В колбы емкостью 250 мл пипеткой Мора вносят 50 мл раствора А, добавляют раствор ингибитора, затем приливают 50 мл раствора Б. Колбы закрывают крышками и термостатируют при температуре 75 °С в течение 5 часов. Допускается проводить термостатирование при температурах, соответствующих условиям объекта планируемого применения ХР. Затем пробы охлаждают и фильтруют через плотный фильтр "синяя лента". Для определения содержания ионов кальция в конические колбы отбирают пипеткой Мора 10 мл фильтрата, добавляют 40 мл дистиллированной воды, 2,5 мл 20%-ного раствора натрия гидроксида и 10-15 мг смеси мурексида и натрия хлорида. Содержание ионов кальция рассчитывается по формуле:

$$X = \frac{V_T \cdot N_T \cdot 20,04 \cdot 1000}{10}$$

где V_T – объем трилона Б, пошедшего на титрование, мл;

N_T – 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 ХР.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

5.1.5. Обработка результатов испытаний

Эффективность действия ингибитора солеотложения ($\mathcal{E}_{исо}$, %) определяют по формуле:

$$\mathcal{E}_{исо} = \frac{C_p - C_x}{C_0 - C_x} \cdot 100$$

где C_x – содержание ионов кальция в пробе, не содержащей ингибитор, мг/дм³;

C_p – содержание ионов кальция в пробе, содержащей ингибитор, после термостатирования, мг/дм³;

C_0 – содержание ионов кальция в исходном растворе, мг/дм³.

5.1.6. Оформление результатов испытаний

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

- обозначение ингибитора (маркировка);
- концентрация ингибитора;
- составы сред;
- значения измеряемых величин;
- расчетное значение эффективности ингибитора солеотложения.

Рекомендуемая форма протокола представлена в Приложении 1.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт «Порядок проведения лабораторных и опытно- промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	СТ-17-03-02
		Для внутреннего использования

ПРИЛОЖЕНИЕ 1 к ПРИЛОЖЕНИЮ 5

Результаты исследования ингибиторов солеотложения

ОБОЗНАЧЕНИЕ (МАРКИРОВКА) ИНГИБИТОРА	КОНЦЕНТРАЦИЯ ИНГИБИТОРА	СОСТАВ СРЕДЫ (МОДЕЛЬНОЙ)	ЗНАЧЕНИЯ ЗАМЕЛЯЕМЫХ ВЕЛИЧИН				РАСЧЁТНОЕ ЗНАЧЕНИЕ ЭФФЕКТИВНОСТИ ИНГИБИТОРА СОЛЕОТЛ, %
			СОДЕРЖАНИЕ ИОНОВ Ca ²⁺ В ИСХОДНОМ РАСТВОРЕ, МГ/ДМЗ	ОБЪЁМ ТРИЛОНА Б, ПОШЕДШИЙ НА ТИТРОВАНИЕ, МГ/ДМЗ	СОДЕРЖАНИЕ ИОНОВ Ca ²⁺ ПОСЛЕ ТЕРМОСТА- ТИРОВАНИЯ, МЛ	КОЛИЧЕСТВО ИОНОВ Ca ²⁺ УДЕРЖАННОГО ХИМИЧЕСКИМ РЕАГЕНТОМ, МГ/ДМЗ	

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

ПРИЛОЖЕНИЕ 6. МЕТОДИКА ЛАБОРАТОРНАЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ЭФФЕКТИВНОСТИ РАСТВОРЯЮЩЕЙ И УДАЛЯЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ РАСТВОРИТЕЛЯ АСПО

6.1. Область применения

В данном приложении изложены основные требования, предъявляемые к лабораторным испытаниям по определению эффективности растворителей высокомолекулярных соединений нефти, откладывающихся на нефтепромысловом оборудовании.

6.2. Общие положения.

Методика разработана на основании СТП 03-153-2001, предназначена для оценки эффективности реагентов-растворителей для разрушения и удаления АСПО и состоит из двух самостоятельных методик:

- методика А предназначена для определения растворяющей и разрушающей способностей растворителя отложений, не подвергшихся термообработке;
- методика Б предназначена для определения способности растворителя удерживать во взвешенном состоянии высокомолекулярные соединения, входящие в состав АСПО.

Каждая из данных методик является достаточной для подбора растворителя для конкретных условий – так, для подбора растворителя для очистки трубопровода подходит методика А, а для определения количества растворителя необходимого для растворения АСПО в скважине подходит методика Б.

6.3. Определение эффективности по методике А

6.2.1.1. Необходимое лабораторное оборудование и материалы

Необходимо:

- сетка, изготовленная из проволоки (рис. 2), размером ячеек 2-4 мм²;
- цилиндр вместимостью 25 см³ по ГОСТ 1770-74;
- весы аналитические;
- ацетон технический (для мытья посуды);
- керосин технический (для мытья посуды).

6.3.2. Подготовка к исследованию

- из отложений АСПО формируют шарики диаметром 10 -15 мм;
- взвешивают на аналитических весах без сетки (m_1) и вместе с сеткой (m).

6.3.3. Проведение исследований

1. В цилиндр наливают 10 см³ испытуемого растворителя и опускают туда сетку с отложениями.
2. Испытания проводят в течение 6 часов, при этом первый результат (изменение окраски растворителя, набухание отложений) вносят в таблицу 1 через 30 минут на основании визуального наблюдения, затем через каждый час с момента начала испытания сетку с отложениями вынимают из цилиндра с растворителем, дают стечь растворителю оставшемуся на поверхности отложений и на сетке (в течение 15 минут), затем сетку с отложениями помещают на фильтровальную бумагу, аккуратно промокают 5-6 раз фильтровальной бумагой, взвешивают на аналитических весах, в табл. 6.1 вносят изменения. В течение всего эксперимента, периодически поднимают и опускают сетку (каждые 15 минут) для имитации работы скважины, оборудованной ШГН.

Таблица 1. Результаты определения растворяющей способности растворителей

Растворитель	Время, мин.							Примечание
	30 (визуально)	60	120	180	240	300	360	

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт «Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	СТ-17-03-02
		Для внутреннего использования

6.3.4. Обработка результатов

Если на сетке через 6 часов остались отложения:

- Вынимают сетку с отложениями из растворителя;
- Высушивают на открытом воздухе;
- Взвешивают на аналитических весах без сетки (мг).

По формуле 6.1. рассчитывают эффективность растворителя (Э):

$$\text{Э} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100; \% \quad (6.1)$$

где m_1 - масса отложений, взятая для эксперимента, г;

m_2 - масса отложений после эксперимента, г.

Если на сетке нет отложений:

а) Растворитель сильно окрашен, на дне цилиндра мелкая дисперсная фаза в небольшом количестве (налет) - результат считают отличным (хорошим);

б) Растворитель слабо окрашен, прозрачен, вся масса отложений на дне цилиндра в виде дисперсной фазы - результат: растворитель обладает хорошей проникающей способностью, но плохой растворяющей способностью.

Для каждого образца проводят не менее двух параллельных определений.

6.4. Определение эффективности по методике Б

6.4.1. Необходимое лабораторное оборудование и материалы

Необходимо:

- сетка, изготовленная из проволоки (рис. 2), размером ячеек 2-4 мм²;
- цилиндр вместимостью 25 см³ по ГОСТ 1770-74;
- весы аналитические;
- ацетон технический (для мытья посуды);
- керосин технический (для мытья посуды).

6.4.2. Подготовка к исследованию

Формируют из отложений шарики диаметром 10-15 мм. Взвешивают на аналитических весах.

6.4.3. Проведение исследований

1) В цилиндр с отложениями приливают испытуемый растворитель объемом V_1 (рис.6.1) и оставляют на 30 мин., первоначальный объем V_1 должен превышать навеску в 2 раза (по весу);

2) По истечении времени отложения на сеточке вынимают, осматривают результаты (набухание, разрушение, уменьшение объема в процентах) заносят в таблицу 2;

3) Отложения на сетке вновь опускают в цилиндр, добавляют еще объем растворителя V_2 (V_2 и все последующие добавляемые объемы $V_3 \dots V_n$ должны быть в 2 раза меньше первоначального V_1), оставляют на 30 мин., затем опять вынимают сетку с отложениями, анализируют и результаты вносят в таблицу 2.

Таблица 2. Результаты испытаний по определению степени насыщения растворителей

Реагент	Объем реагента, мл	Время, мин.		
		30	30·n
	V_1			
	V_n			

Эксперимент продолжают по п.п. 2 – 3 до полного растворения (диспергирования) отложений на сетке добавляя несколько объемов растворителя (V_n).

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

6.4.4. Обработка результатов

Насыщаемость растворителя высокомолекулярными соединениями (C_n) определяют по формуле:

$$C_n = \frac{m}{V} \times 1000,$$

где m – масса навески, г;

V – объем растворителя ($V_1 + V_2 + \dots + V_n$), см³;

1000 – переводной коэффициент в кг/м³.

Для каждого образца проводят не менее двух параллельных определений.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт «Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	СТ-17-03-02
		Для внутреннего использования

ПРИЛОЖЕНИЕ 7. МЕТОД ЛАБОРАТОРНЫХ ИСПЫТАНИЙ ЭФФЕКТИВНОСТИ РЕАГЕНТОВ-ИНГИБИТОРОВ АСФАЛЬТЕНОСМОЛОПАРАФИНОВЫХ ОТЛОЖЕНИЙ

7.1. Общее положение

В данном приложении регламентируются основные положения методов оценки эффективности ингибирования асфальтеносмолопарафиновых отложений, определение диспергирующих свойств ингибитора по отношению к парафиновым отложениям, определение степени отмыва пленки нефти с поверхности стекла, определение пенообразующих свойств реагента в водах различной минерализации в лабораторных условиях и др. По совокупности проявленных свойств дается оценка эффективности реагента-ингибитора (детергента) по бальной системе.

7.1.1. Оборудование и материалы

- стеклянная, термостойкая коническая колба объемом 200 см³;
- стеклянная колба с притертой крышкой на шлифе ШН-29 объемом 100 см³;
- мерный цилиндр объемом 100 см³;
- мерный цилиндр на 100 см³ с притертой пробкой на шлифе ШН-19;
- пробки плоские с керном КН-14,5 для пробирок по 3.6;
- пробирки на резьбе или шлифе ШН-14,5 диаметром 16 мм и длиной 100 мм;
- шприц объемом 0,01 см³ с делениями;
- секундомер СДС II класс точности;
- ацетон технический (для мытья посуды);
- керосин технический (для мытья посуды).

7.1.2. Отбор проб

Нефть, пластовая (попутно добываемая с нефтью) вода должна отбираться таким образом, чтобы в ней не присутствовал ингибитор, закачиваемый на объекте.

Нефть, пластовая (попутно добываемая с нефтью) вода и АСПО должны отбираться с одного объекта месторождения на котором предполагается применить используемый реагент.

В случае невозможности отбора пробы нефти, воды и АСПО из скважины одного месторождения отбираются пробы со скважин соседних продуктивных пластов.

7.2. Определение диспергирующих свойств реагента

В коническую колбу объемом 250 см³ налить 100 см³ пластовой воды и добавить 1 см³ реагента. Затем стенки колбы обработать полученным 1%-ым раствором реагента в пластовой воде.

Добавить 3-5 г АСПО и нагреть содержимое колбы до температуры 60-80 °С на водяной бане, до полного расплавления АСПО.

Затем содержимое колбы охладить под струей холодной водопроводной воды, встряхивая ее круговыми движениями.

Параллельно с рабочим опытом провести контрольный опыт. Для контрольного опыта используется пластовая вода, не обработанная реагентом.

По агрегатному состоянию парафиновых отложений оценить степень и характер диспергирования парафиновых отложений:

«**отлично**» – однородные частицы размером 0,5 – 1,0 мм, время отстаивания частиц – не более 3 мин., стенки колбы чистые;

«**хорошо**» – неоднородные частицы размером 0,1 – 3,0 мм, время отстаивания не более 3 минут, стенки колбы незначительно загрязнены (до 10% рабочей поверхности);

«**удовлетворительно**» – неоднородные частицы размером до 5 мм, время отстаивания не более 3 мин, стенки колбы загрязнены до 50% рабочей поверхности;

«**неудовлетворительно**» – парафиноотложения не диспергированы или диспергированы в частицы более 5 мм, стенки колбы полностью загрязнены или же частицы диспергированы до недопустимо мелких размеров (менее 0,1 мм) и время отстаивания более 3-х минут.

В контрольном опыте АСПО собираются в комок (не диспергируются)

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

7.3. Определение моющих свойств реагента

В колбу объемом 100 см³ налить 50 см³ нефти, добавить 0,01 см³ (0,02 % вес.) реагента. Закрывать колбу притертой пробкой и содержимое тщательно перемешать встряхивая в течение 3 минут. Открыть пробку и в течение 3-5 минут колбу выдержать в таком положении.

Заполнить 2 пробирки нефтью из колбы, предварительно обработанной реагентом, закрыть притертой пробкой и выдержать не менее 30 минут для образования пленки нефти на стенках пробирок.

Нефть из пробирок вылить обратно в колбу, налить в пробирки до середины пластовую воду того же месторождения и долить до полного объема обработанную реагентом нефть.

Пробирки закрыть пробкой (крышкой), перевернуть, одновременно включить секундомер.

Параллельно с рабочим опытом провести контрольный опыт. Для этого взять чистую, не обработанную реагентом нефть. В контрольном опыте пленка нефти не должна отмываться.

Вести наблюдение за отмывом пленки нефти в течение 20 минут. Оценку моющей способности делать в течение 5 минут от начала опыта:

- «отлично» – отмыв 90 – 100% рабочей поверхности;
- «хорошо» – отмыв 70 – 90%;
- «удовлетворительно» – отмыв 50 – 70%;
- «неудовлетворительно» – менее 50%.

7.4. Определение пенообразующей способности

В цилиндр объемом 100 см³ с притертой пробкой налить 40 см³ пластовой воды и добавить 1 см³ испытываемого реагента. Перемешать реагент с пластовой водой путем 20-ти кратного переворачивания цилиндра вручную. Дать пене в цилиндре отстояться в течение 2-3 секунд и записать уровень пены.

Оценить пенообразующую способность реагента:

- «отлично» – объем пены более 75 см³;
- «хорошо» – объем пены 65 – 75 см³;
- «удовлетворительно» – объем пены 50 – 65 см³;
- «неудовлетворительно» – пены менее 50 см³.

Для проведения опытно-промышленных испытаний эффективности рекомендуются ингибиторы АСПО, показавшие при лабораторных испытаниях отличные и хорошие результаты по диспергирующим и моющим свойствам.

Пенообразование выше уровня 75 см³ считается приемлемым для применения реагента на промыслах. Если пена не образуется при использовании промысловой воды, то испытания следует повторить на пресной (водопроводной) воде. При получении положительных результатов с пресной водой испытания в промысловых условиях в этом случае следует проводить с использованием пресной воды.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

ПРИЛОЖЕНИЕ 8. ОЦЕНКА ЭФФЕКТИВНОСТИ НЕЙТРАЛИЗАТОРОВ СЕРОВОДОРОДА

8.1. Область применения

Данное приложение устанавливает порядок применения и оценки эффективности нейтрализаторов сероводорода на объектах, содержит требования правил безопасности и охраны окружающей среды при работе с реагентами для нейтрализации сероводорода. Предназначено для инженерно-технических работников, в качестве руководства при производстве работ по нейтрализации сероводорода в продукции скважин, системе сбора и подготовки нефти.

8.2. Общие положения. Термины, определения и сокращения

Присутствие сероводорода в нефтепромысловых средах вызывает осложнения, связанные с подготовкой нефти и воды, коррозией оборудования и трубопроводов, охраной окружающей среды. Одним из способов удаления сероводорода из нефтепромысловых сред является его нейтрализация реагентами-поглотителями или реагентами-нейтрализаторами.

8.3. Определение концентрации сероводорода в продукции скважин

Определение концентрации сероводорода в подготовленной нефти осуществляется согласно ГОСТ Р 50802. Для экспресс-определения концентрации сероводорода в продукции скважин при проведении технологических процессов добычи, сбора и подготовки нефти, газа и воды допускается использовать анализатор сероводорода в жидкости.

Порядок определения концентрации сероводорода в жидкости приведены в п.8.5.

Для определения концентрации сероводорода в продукции скважин в несколько бутылок вместимостью до 1,5 дм³ отобрать пробы нефти (эмульсии), заполнив их на 2/3 емкости бутылки, немедленно закрыть крышкой. Для более удобного определения концентрации сероводорода подготовить дополнительно крышки с отверстиями под индикаторную трубку на сероводород. Подготовить к работе анализатор сероводорода в жидкости АСЖ. Подготовить к работе ручной насос для забора газа. Взять индикаторную трубку Н₂S-0,0066 для газоопределителя химического ГХ-Е по ТУ 4321-001-16625682-2000, обломить оба конца и установить в гнездо ручного насоса стрелкой к последнему. По истечении 10 - 20 минут, при условии осаждения пены, заменить крышку бутылки с пробой крышкой с отверстием, в которое немедленно ввести индикаторную трубку так, чтобы ее конец установился на высоте 2-3 см от уровня жидкости, и произвести медленное всасывание газа. Потемнение индикаторной массы довести до верхней отметки трубки (при больших концентрациях сероводорода) и произвести расчет объема газа в соответствии с ходом поршня, а затем и концентрации сероводорода в газовой фазе. При небольших концентрациях сероводорода всасывание газа можно производить на половину хода поршня в зависимости от высоты потемнения индикаторной массы. При этом необходимо учесть, что при малом объеме газа в бутылке возможно образование вакуума. Поэтому объем всасываемого газа не должен превышать 10-15 % объема газа в бутылке. Определение содержания сероводорода в жидкости произвести согласно п. 8.5.

8.4. Методика оценки эффективности нейтрализации сероводорода

8.4.1. Перечень лабораторного оборудования и материалов

Необходимо:

- микрошприц или микродозатор;
- пипетки с делениями вместимостью 2,5 см³ с ценой деления 0,02 см³, ГОСТ 29227;
- цилиндры вместимостью 100, 500 см³, ГОСТ 1770;
- анализатор сероводорода в жидкости;
- стеклянные колбы для смешения;
- термостатируемая водяная баня;
- керосин;
- вода дистиллированная, ГОСТ 6709.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

8.4.2. Подготовка к исследованию

Методика предназначена для определения эффективности нейтрализации сероводорода в нефтепромысловой жидкости.

В качестве воды используется естественная пластовая вода, в случае отсутствия естественной пластовой воды используется ее модель с плотностью, соответствующей плотности естественной пластовой воды. Дозирование реагентов в нефти и воде осуществляется микродозаторами.

Для проведения лабораторных испытаний необходимо:

- отобрать пробу нефти, не подвергшуюся обработке химреагентами;
- отобрать естественную пластовую воду, не подвергшуюся обработке химреагентами;
- провести определение концентрации сероводорода в нефти и воде согласно п. 8.5.

8.4.3. Проведение испытаний

После определения концентрации сероводорода в газе и жидкости в бутылки с пробями ввести нейтрализатор в количестве, соответствующем шести-, девяти- и двенадцатикратной массовой концентрации сероводорода в жидкости, закрыть герметичной крышкой и, встряхнув сильно (50 раз), поместить в водяную баню при заданной температуре. Через 20 мин определить остаточную концентрацию сероводорода в газе и жидкости. Повторить через 60, 90, 180 минут нахождения пробы в водяной бане. Определить остаточную концентрацию сероводорода в газе и жидкости через 24 часа. По изменению концентрации сероводорода в жидкости определяется расходный коэффициент К.

Определить эффективность нейтрализации сероводорода Э, в процентах, по формуле:

$$\text{Э} = \frac{C_{\text{нач.}} - C_{\text{кон.}}}{C_{\text{нач.}}} \cdot 100, \quad (1)$$

где $C_{\text{нач.}}$ – начальная концентрация сероводорода в нефти, газе, г/т;

$C_{\text{кон.}}$ - конечная концентрация сероводорода в нефти, газе, г/т.

Пример определения эффективности нейтрализатора приведен в п. 8.6, пример определения расходного коэффициента нейтрализатора сероводорода приведен в п.8.7.

8.5. Порядок определения концентрации сероводорода в жидкости с помощью анализатора сероводорода АСЖ

8.5.1. Назначение

Анализатор сероводорода в жидкости предназначен для экспресс-определения концентрации сероводорода при проведении технологических процессов добычи, сбора и подготовки нефти и воды на объектах Общества и оценки эффективности мероприятий по нейтрализации сероводорода по изменению его концентрации. Анализатор сероводорода в жидкости может быть использован для определения концентрации сероводорода непосредственно на исследуемом объекте в промысловых условиях. При изучении и эксплуатации АСЖ необходимо дополнительно пользоваться руководством по эксплуатации газоопределятеля химического и аспиратора АМ-5М 00.000 РЭ. Анализатор сероводорода в жидкости по условиям эксплуатации соответствует условиям эксплуатации аспиратора сильфонного АМ-5М и индикаторной трубки H_2S -0,0066. Метрологические характеристики анализатора сероводорода соответствуют метрологическим характеристикам газоопределятеля химического ГХ-Е H_2S - 0,0066 и пипетки по ГОСТ 29227.

8.5.2. Состав изделия

Анализатор сероводорода в жидкости состоит из следующих частей:

- пипетка по ГОСТ 29227 вместимостью 2 см^3 1-го класса точности, исполнения 4 (прямая с делением на полный слив);
- трубка соединительная;
- десорбер (допускается использование медицинского шприца по ГОСТ 22967 вместимостью $20 - 35 \text{ см}^3$);
- поршень десорбера;

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

- трубка газоотводная;
- запорное устройство (клапан, роликовый зажим);
- трубка индикаторная H_2S – 0,0066 по ТУ 4321-001-16625682-2000;
- аспиратор сильфонный АМ-5М по ТУ 4215-002-00211145-2003 к газоопределителю химическому ГХ-Е.

8.5.3. Подготовка к работе

Отобрать пробы анализируемой жидкости в герметичные сосуды вместимостью до $1,5 \text{ дм}^3$, заполнив их на $2/3$ емкости, плотно закрыть крышкой и оставить на отстой в течение 20 минут. Подготовить к работе аспиратор в соответствии с техническим описанием и инструкцией по эксплуатации аспиратора АМ-5М 00.000.ТО. Установить индикаторную трубку с отломанными концами в гнездо аспиратора стрелкой к последнему. Проверить техническое состояние десорбера и его составных частей. Произвести расчет ориентировочного объема жидкости для анализа $V_{\text{пробы}}, \text{ см}^3$, исходя из типа индикаторной трубки и ожидаемой концентрации сероводорода по формуле:

$$V_{\text{пробы}} = \frac{C_{\text{эkv}} \cdot 1000}{C_{H_2S}}, \quad (8.1)$$

где $C_{\text{эkv}}$ – эквивалентная масса сероводорода, соответствующая предельному значению индикаторной трубки, мг (определяется по таблице А.1);

C_{H_2S} – ожидаемая массовая концентрация сероводорода, мг/дм^3 .

Если прогнозное значение индикаторной трубки 2000 ppm, которому по таблице 1 соответствует $C_{\text{эkv}} - 0,3 \text{ мг}$, ожидаемая массовая концентрация сероводорода 300 мг/дм^3 , то

$$V_{\text{пробы}} = \frac{0,3 \cdot 1000}{300} = 1 \text{ см}^3.$$

Для индикаторной трубки типа $H_2S - 0,0066$ соответственно $C_{\text{эkv}} = 0,1 \text{ мг}$, тогда

$$V_{\text{пробы}} = \frac{0,1 \cdot 1000}{300} \approx 0,3 \text{ см}^3.$$

Таким образом, объемы разгазированных проб жидкости не должны превышать соответственно 1 см^3 и $0,3 \text{ см}^3$ для указанных трубок.

При больших концентрациях сероводорода допускается последовательное соединение нескольких индикаторных трубок или объем анализируемой пробы должен быть уменьшен (минимальный объем пробы - не менее $0,2 - 0,3 \text{ см}^3$).

8.5.4. Порядок определения концентрации сероводорода

В нижнем положении пипетки и закрытом зажиме набрать в пипетку расчетный объем анализируемой жидкости. По делению пипетки уточнить объем анализируемой жидкости. В том же положении пипетки произвести забор жидкости для разбавления (керосин – при определении концентрации сероводорода в нефти и других углеводородах, дистиллированная вода – при определении концентрации сероводорода в воде) в количестве $4 - 5 \text{ см}^3$, и довести поршень десорбера до верхнего положения. Подсоединить аспиратор с индикаторной трубкой к газоотводной трубке, открыть зажим и при верхнем положении пипетки произвести барботаж с помощью аспиратора до прекращения окрашивания индикаторной трубки. Массовая концентрация сероводорода в жидкости $C_{H_2S}, \text{ мг/дм}^3$, рассчитывается по формуле:

$$C_{H_2S} = \frac{C_{\text{эkv}} \cdot 1000}{V_{\text{пробы}}}$$

где $C_{\text{эkv}}$ - эквивалентная масса сероводорода, соответствующая высоте окрашенного столбика индикатора, мг (определяется по таблице 1);

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт «Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	СТ-17-03-02
		Для внутреннего использования

$V_{\text{пробы}}$ - объем анализируемой пробы жидкости (разгазированной жидкости после барботажа), см³.
Или по формуле:

$$C_{\text{H}_2\text{S}} = \frac{1,518 \cdot n}{V_{\text{пробы}}}$$

где n – показание шкалы индикаторной трубки.

Таблица 1. Перевод показаний индикаторных трубок по сероводороду в массовые

Показания индикаторной трубки к газораспределителю ГХ-Е по ТУ 4321-001-16625682-2000 об. доля, %	Эквивалентная масса сероводорода $C_{\text{экв}}$, мг		Показания индикаторной трубки, ppm
	2	3	
1	2	3	4
0,0003	0,0045	0,015	100
0,0006	0,009	0,03	200
0,0010	0,0152	0,045	300
0,0015	0,023	0,06	400
0,0020	0,030	0,075	500
0,0025	0,038	0,09	600
0,0035	0,053	0,12	800
0,0040	0,061	0,15	1000
0,0045	0,068	0,18	1200
0,0055	0,083	0,21	1400
0,0060	0,091	0,24	1600
0,0066	0,1	0,27	1800
0,00	0,0	0,3	2000

8.6. Пример определения эффективности нейтрализации сероводорода

Эффективность нейтрализации сероводорода реагентом-нейтрализатором оценивается по истечении определенного периода времени (принимается 20, 60, 180 минут, 1 сутки), по формуле приведенной в п. 8.5.3. Допустим $C_{\text{нач}} = 1000$ г/т, $C_{\text{кон}} = 300$ г/т, тогда эффективность нейтрализации сероводорода будет равна:

$$\Theta = \frac{1000 - 300}{1000} \cdot 100 = 70 \%$$

8.7. Пример определения расходного коэффициента нейтрализатора сероводорода

Пусть исходная концентрация сероводорода в нефти равна 500 г/т. Необходимо обеспечить остаточную концентрацию сероводорода после добавления нейтрализатора сероводорода в нефть и его взаимодействия в течение определенного времени не более 100 г/т, т.е. эффективность нейтрализации сероводорода должна быть не менее 80 %. Допустим, количество нейтрализатора сероводорода, использованное для обеспечения заданных условий, составило 4000 г. По разности исходной и остаточной концентрации сероводорода в нефти находим количество нейтрализованного сероводорода. В нашем случае оно равно 400 г/т. Расходный коэффициент K определим, разделив количество использованного нейтрализатора сероводорода на количество нейтрализованного сероводорода, выраженные в граммах.

$$K = \frac{4000}{400} = 10$$

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

ПРИЛОЖЕНИЕ 9. ОПЫТНО-ПРОМЫСЛОВЫЕ ИСПЫТАНИЯ ХИМИЧЕСКИХ РЕАГЕНТОВ (ДЕЭМУЛЬГАТОРОВ, БАКТЕРИЦИДОВ, НЕЙТРАЛИЗАТОРОВ СЕРОВОДОРОДА, ИНГИБИТОРОВ КОРРОЗИИ, ИНГИБИТОРОВ И РАСТВОРИТЕЛЕЙ АСПО, ИНГИБИТОРОВ СОЛЕОТЛОЖЕНИЙ)

9.1. Общие положения.

Целью опытно-промысловых испытаний химических реагентов является получение окончательных данных для технико-экономического обоснования их промышленного применения, а именно определение удельного расхода, обеспечивающего требуемый уровень эффективности действия химического реагента, и уточнение технологии применения.

9.2. Опытные-промысловые испытания деэмульгаторов.

Целью проведения опытно-промышленных испытаний деэмульгатора является отработка технологии его применения на конкретных узлах комплексов подготовки нефти для повышения технико-экономических показателей подготовки нефти (повышение качества подготовки нефти, снижение удельного расхода деэмульгатора и т.д.).

Проведение опытно-промышленных испытаний:

- испытания проводятся с деэмульгатором, подобранным лабораторным путем непосредственно для объекта, на котором будут проводиться опытно-промысловые испытания;
- составляется инструкция по применению деэмульгатора;
- с учетом поставленной цели составляется программа испытаний;
- выбираемое место проведения испытания должно соответствовать следующим требованиям:
 1. наличие подъездных путей;
 2. возможность отбора проб водонефтяной эмульсии на содержание остаточной воды и сбрасываемой пластовой воды на содержание нефтепродуктов, замер температуры пробы.

Перед началом проведения опытно-промышленных испытаний фиксируют показатели работы системы сбора или УПН с реагентом, применяемым до испытаний или в тот же период в предыдущие годы:

- при испытаниях на УПН - степень разрушенности эмульсии по ступеням и содержание хлористых солей в товарной нефти;
- при испытаниях в системе сбора - содержание остаточной воды в нефти и нефтепродуктов в сточной воде.

Перевод нефтепромыслов на работу с испытуемым деэмульгатором проводят постепенно по всей системе сбора (или отдельного направления), путем последовательной замены реагента во всех точках дозирования.

Начальный расход устанавливается на уровне удельного расхода ранее применяемого деэмульгатора. Испытуемый деэмульгатор подается при установленном расходе определенное количество времени (пока не пройдет массообмен).

Фиксируются показатели качества подготавливаемой нефти: для системы сбора - содержание остаточной воды в нефти и нефтепродуктов в сточной воде, для УПН - качество нефти по ступеням и товарной нефти (содержание воды и хлористых солей).

При устойчивых показателях технологического процесса производится изменение режима подачи деэмульгатора, т.е. снижается расход деэмульгатора.

При ухудшении качества подготавливаемой нефти на какой-либо из стадий проводится анализ причин, вызвавших выход из режима, и корректировка режима. Если будет установлено, что причины выхода конкретной стадии или установки из режима связаны с уменьшением дозировки применяемого деэмульгатора, то устанавливается прежний расход. При необходимости также проводится корректировка режима с использованием факторов полноты смешения деэмульгатора с нефтяной эмульсией (продолжительность и интенсивность перемешивания, перенос точек дозирования), изменение способа подачи деэмульгатора или температурного режима процесса (на УПН) и т.д.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

В период испытаний лабораториями осуществляется контроль за качеством нефти и пластовых, сточных вод. Составляются таблицы сравнения результатов, полученных при работе с испытуемым деэмульгатором и деэмульгатором, применяемым до проведения опытно-промысловых испытаний (таблица 1).

Таблица 1. Результаты опытно-промышленных испытаний деэмульгирующей способности испытуемого реагента в системе сбора

Дата	Марка реагента	Удельный расход реагента, г/т	УПС	
			Содержание остаточной воды, %	Содержание нефтепродуктов в сточной воде, мг/дм ³

Делаются выводы: испытуемый деэмульгатор работает на уровне применяемого реагента, лучше или хуже. Далее составляется акт опытно-промысловых испытаний с выводами и рекомендациями.

9.3. Стендовые испытания ингибиторов коррозии

Целью стендовых испытаний является определение технологических показателей (корректировка значений, полученных в результате лабораторных испытаний), необходимых для проведения опытно-промысловых испытаний.

Состав стендовых испытаний определяется программой испытаний, разработанной рабочей группой и утверждённой главным инженером ДЗО (ответственных за контроль испытаний), на объекте которого будут проводиться испытания.

Стендовые испытания необходимо проводить на объекте планируемого применения, в местах, обеспечивающих условия для подключения и работы стендовой установки. Допускается проведение испытаний на других объектах с условиями эксплуатации, близкими к условиям объекта применения.

9.3.1. Сущность метода

Определение эффективности действия ингибиторов коррозии в условиях, максимально приближенных к условиям эксплуатации объекта планируемого применения, путём измерения мгновенной скорости коррозии металла электродов методом сопротивления линейной поляризации.

9.3.2. Оборудование и материалы

Для проведения испытаний необходим комплект оборудования, включающий:

- испытательные ячейки, не менее 4 штук (2 шт. для электрохимических и 2 шт. для гравиметрических измерений: по 1 шт. с 2 образцами – контрольные ячейки и по 1 шт. с 2 образцами – рабочие ячейки). Ячейки с трубчатыми электродами, позволяют более точно моделировать гидродинамические условия, близко к реальным, а ячейки с пластинчатыми образцами позволяют исключить влияние на результаты испытаний в сероводородсодержащей среде сульфидной пленки.
- коррозиметр, принцип работы которого основан на методе сопротивления линейной поляризации;
- дозировочный насос, обеспечивающий регулируемую подачу химического реагент;
- ёмкость для химического реагента;
- устройство для смешивания испытуемого химического реагента с рабочей жидкостью;
- узел регулировки расхода жидкости;
- устройство для замера расхода рабочей жидкости (рекомендуется);
- термометр;
- трубопроводы для соединения испытательных ячеек, дозировочного насоса, подвода и отвода рабочей жидкости.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

9.3.3. Порядок проведения испытаний

Собрать стендовую установку, при этом следует обеспечить герметичность системы. Присоединить к узлу подключения действующего оборудования (источнику рабочей жидкости). Для трубчатых электродов установить заданный уровень напряжений сдвига на их внутренней поверхности путём изменения расхода рабочей жидкости.

Расход рабочей жидкости (м³/с) определяют по формуле:

$$Q_{РАБ} = \frac{\pi \cdot d_{ЭЛ}^2}{4} \sqrt{\frac{2 \cdot S}{\rho_C \cdot f}},$$

где $d_{ЭЛ}$ – внутренний диаметр трубчатого электрода, м;

ρ_C – плотность транспортируемой среды, кг/м³;

f – коэффициент трения;

S – напряжение сдвига, Па.

Напряжение сдвига характеризует интенсивность воздействия потока среды на стенку горизонтального трубопровода и рассчитывается по формуле (при условии турбулентного потока, т.е. $Re > 2300$):

$$S = 0,5 \cdot \rho_C \cdot f \cdot V_C^2$$

Коэффициент трения рассчитывают по формуле:

$$f = 0,001375 \left[1 + \left(20000 \frac{Ra}{D} + 10^6 \frac{\mu_C}{\rho_C V_C D} \right)^{0,33} \right]$$

где Ra – шероховатость внутренней поверхности трубопровода, м (в случае отсутствия возможности измерения этого параметра принимается: для новых стальных труб – 0,0001 м, для эксплуатируемых – 0,001 м);

D – внутренний диаметр трубопровода, м;

μ_C – динамическая вязкость транспортируемой среды, Па·с;

ρ_C – плотность транспортируемой среды, кг/м³;

V_C – скорость транспортируемой среды, м/с.

После установления расхода жидкости необходимо измерить температуру транспортируемой среды, значение которой фиксируется в протоколе испытаний.

Измерение скорости коррозии производят через каждые 15 минут. После стабилизации показаний коррозиметра определяют значения контрольных скоростей коррозии в контрольных ($V_0^{КОИТ}$) и рабочих ячейках ($V_0^{РАБ}$). Признаком стабилизации следует считать разброс четырех замеров в интервале ± 20 % относительно первого из них. Значения контрольных скоростей коррозии рассчитывают как среднеарифметическое последних четырех замеров в каждом из типов ячеек.

После определения контрольных скоростей коррозии производят подачу химического реагента с дозировкой, предусмотренной Программой испытаний.

Через 30 минут с момента подачи ингибитора начинают замер скорости коррозии с последующим интервалом в 15 минут. Продолжительность испытания должна быть достаточной для установления постоянной скорости коррозии в рабочих ячейках. Среднеарифметическое из этих величин принимается за значение установившейся скорости коррозии для данного типа ячеек.

Вышеизложенный порядок испытаний проводится для каждой заданной концентрации ингибитора. Дозировку увеличивают с шагом, предусмотренным Программой испытаний, до достижения (превышения) требуемого уровня эффективности защитного действия.

9.3.4. Обработка результатов испытаний.

Степень защиты Z , %, вычисляют по формуле:

$$Z = \frac{V_0^{РАБ} \cdot k - V_1^{РАБ}}{V_0^{РАБ} \cdot k} \cdot 100\%,$$

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

где V_0^{PAB} – среднеарифметическая контрольная скорость коррозии в рабочих ячейках до момента подачи ингибитора, мм/год;

V_1^{PAB} – среднеарифметическая установившаяся скорость коррозии в рабочих ячейках во время подачи ингибитора, мм/год;

k – коэффициент изменения контрольной скорости коррозии, определяемый по формуле:

$$k = \frac{V_1^{KONT}}{V_0^{KONT}},$$

где V_1^{KONT} – среднеарифметическая установившаяся скорость коррозии в контрольных ячейках во время подачи ингибитора, мм/год;

V_0^{KONT} – среднеарифметическая контрольная скорость коррозии в контрольных ячейках до момента подачи ингибитора, мм/год.

Величину удельного расхода (q_i), обеспечивающего минимальный требуемый уровень эффективности защитного действия (90 %), определяют по формуле:

$$q_i = \frac{\Delta q (90 - Z_1)}{Z_2 - Z_1} + q_1,$$

где Δq – шаг увеличения дозровок ($\Delta q = q_2 - q_1$);

Z_1 – ближайшее меньшее значение степени защиты относительно требуемого уровня (при условии $Z_1 \neq 90$);

Z_2 – ближайшее большее значение степени защиты относительно требуемого уровня (при условии $Z_2 \neq 90$);

q_1 – дозировка, обеспечивающая степень защиты Z_1 ;

90 – минимальный требуемый уровень эффективности защитного действия.

В случае получения степени защиты, равной минимальному требуемому уровню ($Z_i = 90$), данную дозировку принимают за удельный расход (q_i).

9.3.5. Оформление результатов

Результаты стендовых испытаний оформляются в виде акта, в котором должно быть приведено:

- параметры технологического режима объекта проведения испытаний (химический состав среды, температура и т.д.);
- описание методики проведения эксперимента, в случае если она отличается от вышеизложенной;
- значения определяемых показателей;
- результаты расчетов эффективностей защитного действия для каждой дозировки и удельный расход, обеспечивающий минимальный требуемый уровень эффективности защитного действия;
- рекомендации о целесообразности (нецелесообразности) проведения опытно-промышленных испытаний испытуемого химического реагента.

9.4. Опытно-промышленные испытания нейтрализаторов сероводорода

9.4.1. Общие положения

Целью проведения опытно-промышленных испытаний нейтрализаторов является отработка технологии их применения на объектах нефтесбора и нефтеподготовки, оценка эффективности нейтрализаторов по снижению содержания сероводорода в нефти, газе и определение оптимальной дозировки.

Опытно-промышленные испытания проводятся с нейтрализаторами, предварительно испытанными в лабораторных условиях на исследуемой нефти.

Перед началом проведения опытно-промышленных испытаний:

- составляется план-программа испытаний с постановкой цели;
- составляется временный технологический регламент (режим) на применение нейтрализатора сероводорода;

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

- осуществляется подготовка системы дозирования нейтрализатора, в которую включается пропарка емкости для хранения, пропарка расходной емкости, ревизия пробоотборников, заправка нейтрализатором;
- определяется расходный коэффициент нейтрализаторов в лабораторных условиях.

Опытно-промышленные испытания нейтрализаторов сероводорода следует начинать с максимального значения расходного коэффициента (рекомендуется 12). Корректировка (изменение в сторону уменьшения) расходного коэффициента нейтрализатора производится в зависимости от содержания сероводорода в обработанной нейтрализатором нефти.

В ходе проведения опытно-промышленных испытаний осуществляется контроль за динамикой изменения содержания сероводорода в нефти или газе. Периодичность контроля устанавливается в зависимости от конкретных условий эксплуатации объекта.

Полученные результаты заносятся в таблицу (таблица 2), проводится сравнительный анализ содержания сероводорода в нефти, газе до и после обработки нейтрализатором.

Таблица 2. Результаты опытно-промышленных испытаний нейтрализатора сероводорода

Период испытаний	Дозировка нейтрализатора		Содержание сероводорода в нефти до/после подачи нейтрализатора, г/т	Эффективность нейтрализатора, %
	кг/т нефти	Расходный коэффициент		

Оптимальной считается дозировка, при которой обеспечивается уменьшение содержания сероводорода до требуемого значения по ГОСТ Р 51858 или значения, максимально приближенного к требуемому. Для контроля за расходом нейтрализатора на период испытаний необходимо завести временный журнал по учету расхода нейтрализатора. По окончании ОПИ составляется акт испытаний.

9.4.2. Расчет суточной, удельной дозировок и требуемого количества нейтрализаторов сероводорода

9.4.2.1. Расчет суточной дозировки нейтрализаторов сероводорода

Суточная дозировка нейтрализаторов сероводорода определяется по формуле:

$$q = C \cdot Q_{ж} \cdot K / 1000,$$

где C - концентрация сероводорода, г/т;

$Q_{ж}$ - количество обрабатываемой жидкости, т/сут;

K - расходный коэффициент нейтрализатора сероводорода (определяется по 5.3.8).

9.4.3. Расчет удельной дозировки нейтрализаторов сероводорода

Расчет удельной дозировки нейтрализатора производится по формуле:

$$q_{удельн} = C \cdot K,$$

где C - концентрация сероводорода, г/т;

K - расходный коэффициент нейтрализатора сероводорода.

9.4.4. Расчет требуемого количества нейтрализатора сероводорода

Расчет требуемого количества нейтрализатора сероводорода производится по формуле:

$$Q_{потр} = q \cdot D,$$

где q - суточная дозировка нейтрализатора, кг/сут;

D - продолжительность применения нейтрализатора, сут.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

9.4.5. Пример расчета суточной и удельной дозировок нейтрализаторов сероводорода, требуемого количества нейтрализатора сероводорода.

9.4.5.1. Пример расчета суточной и удельной дозировок нейтрализатора сероводорода.

Дано:

Концентрация сероводорода в нефти $C = 110$ г/т. Количество обрабатываемой нефти $Q_n = 280$ т/сут. Расходный коэффициент $K = 6$. Для определения суточной дозировки q , кг/сут, реагента используем формулу (9.2).

Подставив данные в формулу, получим:

$$q = (110 \cdot 280 \cdot 6) / 1000 = 184,8$$

Подставив данные в формулу, получим:

$$q_{\text{удельн}} = 110 \cdot 6 = 660$$

Таким образом, для обработки нефти в количестве 280 т/сут с целью нейтрализации сероводорода, концентрация которого равна 110 г/т, необходимо использовать 184,8 кг нейтрализатора в сутки. При этом удельный расход нейтрализатора составляет 660 г/т.

9.4.5.2. Пример расчета требуемого количества нейтрализатора сероводорода.

Дано:

Концентрация сероводорода в нефти $C = 270$ г/т. Количество обрабатываемой нефти $Q_n = 280$ т/сут. Расходный коэффициент $K = 6$. Длительность обработки $D = 30$ сут.

Подставив данные в формулу, получим:

$$Q_{\text{потр}} = \frac{280 \cdot 270 \cdot 6}{1000} \cdot 30 = 13608$$

Таким образом, для нейтрализации сероводорода в данной нефти в течение месяца потребуется 13 тонн 608 кг нейтрализатора.

9.4.6. Составление технологического регламента на применение нейтрализаторов сероводорода на объектах ДЗО.

Технологический регламент на применение нейтрализаторов сероводорода в системах сбора, подготовки нефти и газа ДЗО составляется на установленный период и определяет порядок и условия дозирования нейтрализаторов. В технологическом регламенте указываются названия объектов, на которых планируется применение нейтрализаторов сероводорода, с указанием количества обрабатываемой жидкости, места подачи нейтрализаторов, удельного и суточного расхода нейтрализаторов.

9.4.7. Технология применения нейтрализаторов сероводорода.

Подача нейтрализаторов сероводорода может быть осуществлена на всех объектах нефтедобычи, включая добывающие скважины, нефтегазопроводы, дожимные насосные станции, установки подготовки нефти, нефтесборные пункты, при проведении подземного и капитального ремонта скважин. Подачу нейтрализаторов сероводорода целесообразно осуществлять на объектах с повышенным содержанием сероводорода. Точки подачи нейтрализатора выявляются после обследования системы сбора, транспорта и подготовки нефти, газа и воды на содержание сероводорода. Концентрацию сероводорода в нефти, воде или газе определяют в соответствии с п. 8.5 Приложения 8 настоящего стандарта.

Подача нейтрализатора в нефть, воду может осуществляться непрерывно (постоянно) или периодически. Периодическая подача нейтрализатора сероводорода осуществляется для нейтрализации сероводорода в товарной нефти на объектах подготовки нефти в период внешней откачки, либо в период проведения опытно-промышленных испытаний. В системе сбора нефти с повышенным содержанием сероводорода для его нейтрализации осуществляется постоянная подача нейтрализатора сероводорода.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

Для подачи нейтрализаторов сероводорода рекомендуется применять дозировочные насосы типа НД отдельно или в составе блоков дозирования реагентов, или блочных установок типа БР-2.5. В состав блоков дозирования входят дозировочный насос, емкость для хранения нейтрализатора с датчиками верхнего и нижнего уровней, расходная емкость, обратные клапаны, расходомеры, запорная арматура, насосы типа НШ для откачки нейтрализатора из емкости для хранения в расходную ёмкость.

Для достижения максимальной эффективности нейтрализации сероводорода в нефтепромысловой жидкости необходимо обеспечить:

- интенсивное перемешивание нейтрализатора сероводорода с последней, которое достигается подачей нейтрализатора в поток нефтепромысловой жидкости через смесительное устройство, либо на приём насосов откачки;
- температуру процесса взаимодействия не менее 15 °С.

Оптимальное время реакции нейтрализатора сероводорода с нефтью определяется экспериментально по результатам проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний. Необходимое время реакции зависит от эффективности нейтрализатора сероводорода и должно составлять не менее 40 минут. Для очистки газа от сероводорода с применением нейтрализаторов рекомендуется использовать барботаж газа через слой нейтрализатора. Контроль технологического процесса нейтрализации сероводорода проводится периодически путем определения концентрации сероводорода в пробах нефти, газа или воды, отобранных до и после дозирования нейтрализатора.

9.5. Проведение опытно-промышленных испытаний бактерицидов.

Целью опытно-промышленных испытаний бактерицида является получение окончательных данных для технико-экономического обоснования его промышленного применения, а именно определение удельного расхода, обеспечивающего требуемый бактерицидный эффект (100%), и уточнение технологии применения.

Опытно-промышленные испытания бактерицидов разделяются на предварительные и заключительные.

Все микробиологические операции, требующие соблюдения стерильности, должны проводиться в лабораторных условиях в соответствии с методиками, изложенными в Приложении 4 настоящего стандарта.

9.5.1. Порядок проведения предварительных испытаний

9.5.1.1. Сущность метода

Метод определения бактерицидного действия основан на сравнении показателей роста и развития микроорганизмов в питательных средах, в которые помещены зараженные среды (для планктонных клеток) или образцы (для адгезированных клеток) до и после обработки испытуемым химическим реагентом, при этом обработка бактерицидом осуществляется в пробе среды, отобранной с объекта планируемого применения.

9.5.1.2. Определение бактерицидного действия относительно планктонных клеток бактерий.

Предварительные испытания бактерицидного действия химического реагента относительно планктонных клеток бактерий проводятся в средах объектов планируемого применения. Для этого необходимо произвести отбор сред в стерильные ёмкости известного объёма (не менее 0,5 дм³), куда вносят бактерицид заданных концентраций (одна проба без добавления химического реагента является контрольной), закрывают пробкой без пузырька воздуха, перемешивают и выдерживают при заданной температуре и в течение времени, установленных Программой испытаний.

После выдержки из каждой ёмкости отбирают по 5 мл жидкости, переносят в стерильные пробирки (20-25 см³), доливают до полного объёма питательную среду, соответствующую исследуемой культуре, закрывают пробкой без пузырька воздуха и перемешивают. Для каждой концентрации химического реагента проводят не менее 3 параллельных испытаний. Контрольные

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

пробы (без добавления химического реагента) подготавливают в такой же последовательности, в количестве не менее 2-х параллельных испытаний. Далее все пробирки термостатируют (32-35 °С) и наблюдают в течение 14 суток, отмечая изменения среды, свидетельствующие о росте и развитии бактерий.

Минимальную концентрацию химического реагента, при которой отсутствуют признаки роста и развития бактерий, принимают за величину удельного расхода, обеспечивающего требуемый уровень эффективности бактерицидного действия (100 %).

9.5.1.3. Определение бактерицидного действия относительно адгезированных клеток бактерий

Для получения адгезированных форм бактерий необходимо произвести экспонирование металлических образцов на объекте планируемого применения. Время выдержки должно обеспечивать формирование устойчивой и стабильной по численности микроорганизмов биоплёнки, но не менее 14 суток. Подготовка металлических образцов должна осуществляться в соответствии с требованиями п. 4.3.3. Приложения 4 настоящего стандарта. Форма и размеры образцов определяются имеющейся в наличии лабораторной посудой и оборудованием, при этом площадь контакта образца со средой должна быть одинаковой для всей группы образцов.

Предварительные испытания бактерицидного действия химического реагента относительно адгезированных клеток бактерий проводятся в средах объектов планируемого применения. Для этого необходимо произвести отбор сред в стерильные ёмкости известного объёма, куда вносят бактерицид заданных концентраций (одна проба без добавления химического реагента является контрольной), помещают образцы с адгезированной формой клеток бактерий, закрывают пробкой без пузырька воздуха, перемешивают и выдерживают при заданной температуре и в течение времени, установленных программой испытаний.

После выдержки все образцы переносят в стерильные пробирки, содержащие питательную среду, закрывают пробкой без пузырька воздуха и перемешивают. Далее пробирки термостатируют (32-35 °С) и наблюдают в течение 14 суток, отмечая изменения среды, свидетельствующие о росте и развитии бактерий.

Минимальную концентрацию химического реагента, при которой отсутствуют признаки роста и развития бактерий, принимают за величину удельного расхода, обеспечивающего требуемый уровень эффективности бактерицидного действия (100 %).

9.5.2. Порядок проведения заключительных испытаний.

9.5.2.1. Сущность метода.

Метод определения бактерицидного действия основан на сравнении показателей роста и развития микроорганизмов в питательных средах, в которые помещены зараженные среды (для планктонных клеток) или образцы (для адгезированных клеток) до и после обработки испытуемым химическим реагентом, при этом обработка бактерицидом осуществляется непосредственно на объекте планируемого применения.

9.5.2.2. Определение бактерицидного действия относительно планктонных клеток бактерий.

Перед началом обработки бактерицидом производят отбор контрольной пробы среды, в которой определяют начальную микробиологическую зараженность (n_0), показатели, зависящие от жизнедеятельности определяемых бактерий (например, содержание сероводорода в случае исследования СВБ), и другие параметры, предусмотренные Программой испытаний.

Количественную оценку микробиологической зараженности и определение показателей проводят по методикам, изложенным в Приложении 4.

Бактерицидную обработку рекомендуется осуществлять методом подачи ударной дозировки испытуемого химического реагента, концентрация которой определяется на основании результатов предварительных испытаний.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

После обработки производят отбор пробы среды, в которой определяют конечные значения зараженности (n_1) и показатели, зависящие от жизнедеятельности определяемых бактерий. Технология бактерицидной обработки, время и место отбора проб должны быть установлены Программой испытаний.

Эффективность подавления жизнедеятельности бактерий (Z) рассчитывают по формуле:

$$Z = \frac{C - C_1}{C} \times 100,$$

где C – содержание H_2S в контрольной пробе (для СВБ), содержание летучих жирных кислот в контрольной пробе (для УОБ), содержание сульфат-ионов в контрольной пробе (для ТБ), мг/л,

C_1 – содержание H_2S в пробе после бактерицидной обработки (для СВБ), содержание летучих жирных кислот в пробе после бактерицидной обработки (для УОБ), содержание сульфат-ионов в пробе после бактерицидной обработки (для ТБ), мг/л;

В случае необходимости в расчет могут быть внесены поправки на фоновое содержание определяемых компонентов.

Эффективными считаются такие удельный расход и время действия химического реагента, которые обеспечивают полное подавление жизнедеятельности бактерий при известной степени зараженности (n_0).

Дополнительным показателем эффективности подавления жизнедеятельности бактерий может служить коэффициент подавления (K), который рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{\lg n_0 - \lg n_1}{\lg n_0},$$

где n_0 – количество клеток бактерий в контрольной пробе, кл/см³;

n_1 – количество клеток бактерий в пробе после бактерицидной обработки, кл/см³.

9.5.2.3. Определение бактерицидного действия относительно адгезированных клеток бактерий.

Перед началом испытаний необходимо получить адгезированную форму клеток бактерий, для этого следует произвести экспонирование металлических образцов на объекте планируемого применения. Время выдержки должно обеспечивать формирование устойчивой и стабильной по численности микроорганизмов биопленки, но не менее 14 суток. Форма и размеры образцов определяются имеющейся в наличии лабораторной посудой и оборудованием, при этом площадь контакта образца со средой должна быть одинаковой для всей группы образцов. До бактерицидной обработки часть экспонированных образцов (не менее двух) изымают и помещают в стерильную ёмкость, в которую заранее вносят среду с объекта испытания, закрывают пробкой без пузырька воздуха. Отобранные образцы в кратчайшие сроки должны быть доставлены в лабораторию для дальнейших микробиологических исследований.

Сформировавшуюся на поверхности образцов биопленку характеризуют плотностью колонизации (Q_0), равной отношению количества клеток к площади контакта со средой (кл/см²). Учёт количества адгезированных клеток бактерий производится методом предельных разведений.

Бактерицидную обработку рекомендуется осуществлять методом подачи ударной дозировки испытуемого химического реагента, концентрация которой определяется на основании результатов предварительных испытаний.

После обработки, оставшиеся на объекте испытаний образцы извлекают и переносят в стерильные пробирки, содержащие питательную среду, закрывают пробкой без пузырька воздуха и перемешивают. Далее пробирки термостатируют (32-35 °С) и наблюдают в течение 14 суток, отмечая изменения среды, свидетельствующие о росте и развитии бактерий. Технология бактерицидной обработки, место экспонирования образцов, время и место отбора проб должны быть определены Программой испытаний.

Эффективными считаются такие удельный расход и время действия химического реагента, которые обеспечивают полное подавление жизнедеятельности бактерий при известной плотности колонизации (Q_0).

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

9.6. Опытно-промысловые испытания ингибиторов солеотложения.

Целью опытно-промысловых испытаний ингибитора солеотложения является получение окончательных данных для технико-экономического обоснования его промышленного применения, а именно определение удельного расхода, обеспечивающего требуемый уровень эффективности действия химического реагента, и уточнение технологии применения.

9.6.1. Сущность метода.

Оценка эффективности действия ингибиторов солеотложения при опытно-промысловых испытаниях основана на сравнении содержания основных солеобразующих ионов в средах до и после обработки химическим реагентом, при этом обработка сред осуществляется непосредственно на объекте планируемого применения.

9.6.2. Порядок проведения испытания

Испытания ингибиторов солеотложения должны проводиться на объектах, подверженных образованию солевых отложений, которые влияют на эксплуатационные характеристики объекта. Перед началом подачи (обработки) химического реагента производят отбор контрольной пробы среды, в которой определяют начальную концентрацию солеобразующего катиона (C_0) и другие параметры, предусмотренные Программой испытаний. При наличии возможности контрольную пробу отбирают в местах до (C'_0) и после (C_0) участка (зоны) возможного выпадения осадка.

Ингибирование сред производят по технологии, предусмотренной Программой испытаний. При подаче химического реагента по технологии постоянного дозирования испытания проводят при различных концентрациях ингибитора, рекомендованных по результатам лабораторных испытаний. При использовании технологий единовременной обработки, например, по технологии введения раствора ингибитора в пласт, концентрация химического реагента принимается равной удельному расходу, определенному по результатам лабораторных испытаний.

Во время подачи (по технологии постоянного дозирования) или после обработки химическим реагентом производят отбор пробы среды, в которой определяют конечную концентрацию солеобразующего катиона (C_K). В случае подачи химического реагента с различными дозировками отбор проб производят для каждой из концентраций.

При единовременной обработке химическим реагентом продолжительность испытаний и время (периоды) отбора проб должны быть регламентированы Программой испытаний. Количество параллельных проб с каждого места отбора должно быть не менее двух.

9.6.3. Обработка результатов испытаний

Эффективность действия ингибитора солеотложения вычисляют по формуле:

$$\mathcal{E}_{ИСО} = \frac{C_K - C_0}{C_K} \cdot 100\%,$$

где C_K – содержание солеобразующего катиона в пробе, содержащей ингибитор, мг/дм³;

C_0 – содержание солеобразующего катиона в пробе, не содержащей ингибитор, мг/дм³.

В случае наличия контрольной пробы, отобранной с места, расположенного до участка (зоны) возможного выпадения осадка (C'_0), эффективность действия ингибитора солеотложения вычисляют по формуле:

$$\mathcal{E}_{ИСО} = \frac{C_K - C_0}{C'_0 - C_0} \cdot 100\%$$

При испытании химического реагента, применяемого по технологии постоянного дозирования, величину удельного расхода (q_i), обеспечивающего минимальный требуемый уровень эффективности действия (90 %), определяют по формуле:

$$q_i = \frac{\Delta q (90 - \mathcal{E}_{ИСО}^1)}{\mathcal{E}_{ИСО}^2 - \mathcal{E}_{ИСО}^1} + q_1,$$

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт «Порядок проведения лабораторных и опытно-промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	СТ-17-03-02
		Для внутреннего использования

где Δq – шаг увеличения дозировок ($\Delta q = q_2 - q_1$);

$\mathcal{E}_{ИСО}^1$ – ближайшее меньшее значение эффективности действия относительно требуемого уровня ($\mathcal{E}_{ИСО}^1 \neq 90$);

$\mathcal{E}_{ИСО}^2$ – ближайшее большее значение эффективности действия относительно требуемого уровня ($\mathcal{E}_{ИСО}^2 \neq 90$);

q_1 и q_2 – дозировки, обеспечивающие эффективность действия $\mathcal{E}_{ИСО}^1$ и $\mathcal{E}_{ИСО}^2$ соответственно;

90 – минимальный требуемый уровень эффективности действия ингибитора солеотложения.

В случае получения эффективности действия ингибитора солеотложения, равной минимальному требуемому уровню ($\mathcal{E}_{ИСО} = 90$), данную дозировку принимают за удельный расход (q_i).

При испытании химического реагента, применяемого по технологии, предусматривающей изменение концентрации химического реагента по времени, определяют период обеспечения минимального требуемого уровня эффективности действия ($T_{ЭД}$) при заданных удельном расходе и других параметрах технологии применения. Период обеспечения эффективности действия определяют по формуле:

$$T_{ЭД} = \frac{\Delta\tau (\mathcal{E}_{ИСО}^1 - 90)}{\mathcal{E}_{ИСО}^1 - \mathcal{E}_{ИСО}^2} + \tau_1,$$

где $\Delta\tau$ – период отбора проб ($\Delta\tau = \tau_2 - \tau_1$);

$\mathcal{E}_{ИСО}^1$ – ближайшее большее значение эффективности действия относительно требуемого уровня (при условии $\mathcal{E}_{ИСО}^1 \neq 90$);

$\mathcal{E}_{ИСО}^2$ – ближайшее меньшее значение эффективности действия относительно требуемого уровня (при условии $\mathcal{E}_{ИСО}^2 \neq 90$);

τ_1 и τ_2 – время, прошедшее с момента обработки ингибитором до момента отбора проб, по результатам анализа которых определена эффективность действия $\mathcal{E}_{ИСО}^1$ и $\mathcal{E}_{ИСО}^2$ соответственно;

90 – минимальный требуемый уровень эффективности действия ингибитора солеотложения.

В случае получения эффективности действия ингибитора солеотложения, равной минимальному требуемому уровню ($\mathcal{E}_{ИСО} = 90$), время, прошедшее с момента обработки ингибитором до момента отбора данной проб, принимают за период обеспечения эффективности действия ($T_{ЭД}$).

9.7. Опытно-промысловые испытания ингибиторов и растворителей АСПО.

Целью опытно-промысловых испытаний ингибитора и растворителя АСПО является получение окончательных данных для технико-экономического обоснования его промышленного применения, а именно определение удельного расхода, обеспечивающего требуемый уровень эффективности действия химического реагента, и уточнение технологии применения.

9.7.1. Сущность метода.

Оценка эффективности действия ингибиторов и растворителей АСПО при опытно-промысловых испытаниях основана на сравнении технологических показателей работы скважин (дебит жидкости, нагрузка на полированный шток, динамический уровень, межремонтный период, наработка на отказ) до и после применения ХР, при условии неизменности технологических параметров работы скважины на время опытно-промысловых испытаний.

9.7.2. Порядок проведения испытания

Испытания ингибиторов АСПО должны проводиться на объектах, подверженных образованию АСПО, которые влияют на эксплуатационные характеристики объекта.

Ингибирование сред производят по технологии, предусмотренной Программой испытаний. При подаче химического реагента по технологии постоянного дозирования испытания проводят при

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

различных концентрациях ингибитора, рекомендованных по результатам лабораторных испытаний.

Проведение опытно-промышленных испытаний:

- испытания проводятся с ингибитором и растворителем АСПО, подобранных лабораторным путем непосредственно для объекта, на котором будут проводиться опытно-промышленные испытания;
- составляется инструкция по применению ингибитора растворителя АСПО;
- с учетом поставленной цели составляется программа испытаний;
- выбираемое место проведения испытания должно соответствовать следующим требованиям:
 1. Наличие подъездных путей;
 2. Возможность отбора проб и замера давления (при испытаниях в системе нефтесбора).

Перед началом проведения опытно-промышленных испытаний фиксируют показатели работы объекта с реагентом, применяемым до испытаний или в тот же период в предыдущие годы:

- при внутрискважинных обработках (до и после обработки) – изменение эксплуатационных параметров работы скважины такие как: нагрузка, обводненность продукции скважины, динамический уровень и т.д.;
- при испытаниях в системе сбора (до и после применения химического реагента) – изменение давления в системе нефтесбора на участке трубопровода от места дозирования.

В период испытаний лабораториями осуществляется контроль за качеством нефти и пластовых, сточных вод.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт	СТ-17-03-02
	«Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	Для внутреннего использования

ПРИЛОЖЕНИЕ 10. ПРОГРАММА СТЕНДОВЫХ И (ИЛИ) ОПЫТНО-ПРОМЫСЛОВЫХ ИСПЫТАНИЙ ХИМРЕАГЕНТА В ПОДРАЗДЕЛЕНИИ «.....», ОБЪЕКТ

СОГЛАСОВАНО

Директор ДДНГ (ПТД)
ОАО АНК «Башнефть»

.....

«__» _____ 20 г.

УТВЕРЖДАЮ

Первый зам. генерального
директора - Главный инженер

.....

«__» _____ 20 г.

**ПРОГРАММА
ПРОГРАММА СТЕНДОВЫХ И (ИЛИ) ОПЫТНО-ПРОМЫСЛОВЫХ ИСПЫТАНИЙ
ХИМРЕАГЕНТАВ ПОДРАЗДЕЛЕНИИ «.....», ОБЪЕКТ**

1. Цель и назначение испытаний

1. Данная программа предусматривает проведение испытаний химического реагента с целью оценки эффективности работы

2.Техническая характеристика

2.1. Химреагент..... представляет собойдолжен соответствовать физико-химическим показателям по ТУ (ГОСТ)

2.2.Удельный расход рассчитывается исходя из

2.3.Установкиво время испытаний работают согласно утвержденных технологических регламентов.

2.4.Испытания проводятся на действующем оборудовании.

2.5.Дозировка химреагента(указываются точки дозирования).

3.Объём испытаний

3.1.Оценка эффективности химреагента производится в течение суток.

3.2.Определение эффективности химреагента производится:
(указывается приборное оснащение, объект установки (трубопровод, скважина, наименование анализа и их количество).

4. Условия и организация проведения испытаний

4.1. Указываются условия предоставления и объем химреагента фирмой, предлагающей испытание данного химреагента.

4.2. Производительность дозировочных установок химреагента.

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт «Порядок проведения лабораторных и опытно-промышленных испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	СТ-17-03-02
		Для внутреннего использования

4.3. В период испытаний на выбранных объектах не планируется проведение работ, способных повлиять на результаты испытаний. В то же время испытания химреагента не должны влиять на нормальный технологический режим добычи и подготовки нефти и газа.

4.4. Представитель фирмы должен ознакомить обслуживающий персонал с требованиями, обеспечивающими безопасную работу с химреагентом.....

4.5. Испытания проводит комиссия, в состав которой входят представители организации разработчика (.....) и заказчика (.....).

4.6. Комиссии представляют:

- нормативно-техническую документацию на химреагент(ТУ, сертификаты качества, сертификаты на применение реагента в процессах добычи и транспорта нефти);
- паспорт качества на опытную партию;
- результаты лабораторных испытаний;
- технологическую схему проведения испытаний.

5. Мероприятия по проведению испытаний

№ п/п	Дата	Наименование мероприятия	Ответственный за исполнение
1.		Поставка химреагента в объемел. (кг, тн)	Фирма, предлагающая химреагент
2.		Подготовка технологической схемы - подготовка системы дозирования химреагента(пропарка емкости, ревизия пробоотборников, заправка реагентом дозирочной установки и т.д.)	Начальник (объекта) ФИО
3.		Проведение инструктажа обслуживающему персоналу согласно программы	Фирма, предлагающая химреагент ФИО
4.		Проведение опытно-промышленных испытаний: (указываются рабочие режимы, удельные расходы и их суточные (недельные) изменения и корректировка.	Начальник (объекта) ФИО Представитель научно-исследовательской организации ФИО Фирма, предлагающая химреагент ФИО

ОАО АНК «Башнефть»	Стандарт «Порядок проведения лабораторных и опытно- промысловых испытаний химических реагентов для применения в процессах добычи и подготовки нефти и газа»	СТ-17-03-02
		Для внутреннего использования

5.		Анализ результатов опытно – промышленных испытаний, составление акта	ДЗО,, Представитель научно- исследовательской организации, Фирма, предлагающая химреагент
----	--	--	---

Начальник отдела подготовки и сдачи
нефти и газа ООО «Башнефть-Добыча»

ФИО

Главный инженер

ФИО

Главный технолог(начальник)

ФИО

Представитель научно-исследовательской организации

ФИО

Представитель фирмы, предлагающая
химреагент

ФИО