

В связи с введением в 2006 году национального стандарта ГОСТ Р 8.615-2006 «Измерения количества извлекаемой из недр нефти и нефтяного газа» возросли требования к погрешностям средств измерений влагосодержания нефти [1]. Обводненность продукции нефтяных скважин для большинства месторождений России колеблется в широком диапазоне, достигая порой 85-90% об. Существовавший до 2011 года Государственный специальный эталон единицы объемного влагосодержания нефти и нефтепродуктов ГЭТ 87-75 воспроизводил единицу объемного влагосодержания в диапазоне до 60% об [2]. Специалистами ФГУП ВНИИР с 2007 по 2011 год проведены работы по совершенствованию ГЭТ 87-75, связанные с расширением диапазона воспроизведения единицы объемного влагосодержания до 99,9 % об. и снижением погрешности воспроизведения. В результате проведенных работ был создан комплекс, включающий новую гидравлическую установку для создания водонефтяных смесей, высокоточные средства измерения параметров исходных компонентов смеси, устройство глубокой осушки нефти [3]. 20 апреля 2012 г. Приказом №252 Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии был утвержден Государственный первичный специальный эталон единицы объемного влагосодержания нефти и нефтепродуктов ГЭТ 87-2011 (табл. 1). Конструктивно эталон ГЭТ 87-2011 состоит из: гидравлического контура, включающего блок диспергатора, блок дозирования и блок подключения испытываемых приборов; комплекса средств для определения параметров исходных компонентов смесей нефть – вода; комплекса устройств и вспомогательных средств, обеспечивающих термостатирование создаваемой смеси и поддержания микроклимата в помещении эталона [4].

| Характеристика  | ГЭТ 87-75             | ГЭТ 87-2011           |
|---|-----------------------|-----------------------|
| Диапазон воспроизведения, %, об. доли воды                            | 0,05-60               | 0,01-0,1              |
| СКО, S, %, об. доли воды  | 0,1-10                | 10-60                 |
| Неисключенная систематическая погрешность $\theta$ , %, об. доли воды | 60-99,9               | 99,9                  |
|   | $23 \cdot 10^{-4}$    | $1 \cdot 10^{-3}$     |
|   | $1,8 \times 10^{-3}$  | $2,2 \times 10^{-3}$  |
|   | $4,3 \times 10^{-3}$  | $1,14 \times 10^{-2}$ |
|   | $3 \cdot 10^{-3}$     | $2,86 \times 10^{-2}$ |
|   | $1,14 \times 10^{-2}$ | $5,73 \times 10^{-2}$ |

Усовершенствованный эталон ГЭТ 87-2011 передает единицу объемного влагосодержания при нормальных условиях, т.е. при температуре  $20 \pm 2^\circ\text{C}$ , но практика применения поточных влагомеров показывает, что на объектах нефтедобычи и транспортировки нефти и нефтепродуктов температурные режимы работы поточных влагомеров составляют от + 5 до  $60-70^\circ\text{C}$ . Поэтому в 2012 году специалистами ФГУП ВНИИР проведены исследования в целях реализации возможности передачи единицы объемного влагосодержания от эталона рабочим средствам измерения объемного влагосодержания в широком температурном диапазоне [5]. Были проведены исследования по оценке дополнительной погрешности эталона ГЭТ 87-2011 от изменения температуры. Исследования проводились в несколько этапов: 1 этап - определение коэффициентов изменения объема солевых растворов, моделирующих

пластовую воду, в зависимости от температуры; 2 этап - определение влияния изменения объема солевых растворов в зависимости от температуры на фактическое влагосодержание смеси нефть - вода; 3 этап - разработка механизма корректировки фактического влагосодержания от изменения объема солевых растворов в зависимости от температуры. На первом этапе были приготовлены растворы NaCl в дистиллированной воде с концентрацией 1 %, 2 %, 5%, 10 % масс. Плотность растворов измерялась при температуре 5..35 °C с шагом 1 °C с помощью высокоточного лабораторного плотномера DMA 5000 фирмы Anton Paar. По результатам измерений были рассчитаны значения коэффициента изменения плотности раствора ( $K_p$ ) относительно плотности при 20 °C по формуле:  $K_p = \rho_t / \rho_{20}$ , (1) где  $\rho_t$  - значение плотности раствора при температуре  $t$ ;  $\rho_{20}$  - значение плотности раствора при температуре 20 °C. Коэффициент  $K_p$  является обратной величиной коэффициента изменения объема раствора ( $K_o$ ) относительно значения при 20 °C. Коэффициент  $K_o$  вычислялся по формуле:  $K_o = 1 / K_p$  (2) Рис. 1 - Зависимость коэффициента изменения объема дистиллированной воды и растворов NaCl в дистиллированной воде различной концентрации от изменения температуры

Результаты исследований представлены на рисунке 1. Как видно из рисунка 1 коэффициент изменения объема солевого раствора в зависимости от температуры отличается от коэффициента изменения объема дистиллированной воды и зависит от концентрации раствора. Причем наблюдается следующая тенденция: с увеличением содержания соли в растворе влияние изменения температуры на объем раствора проявляется сильнее, а характеристика изменения объема приближается к линейной. Используя полученные данные, на втором этапе был проведен анализ влияния изменения температуры на фактическое влагосодержание смеси нефть-вода. Анализ проводился для нефти, плотность которой равна 850 кг/м<sup>3</sup> при температуре 20 °C. Был произведен расчет изменения фактического влагосодержания при изменении температуры водонефтяных смесей от 5 до 35 0C с шагом 1 0C, созданных на основе дистиллированной воды, а также солевых растворов NaCl с концентрацией 1 %, 2%, 5 %, 10 % масс. Расчет производился для смесей с влагосодержанием 2 %, 4 %, 10 %, 50 %, 70 %, 90 % и 95 % объемной доли воды (солевого раствора). Результаты расчета всего диапазона исследования для смеси нефть - дистиллированная вода представлены в таблице 2. Таблица 2 - Расчет изменения фактического влагосодержания от изменения температуры

| Температура смеси, °C  | Wt, % | Wt- W20, % | Wt, %  | Wt-W20, % | Wt, %  | Wt-W20, % | Wt, % | Wt-W20, % | Wt, % | Wt-W20, % |       |        |       |    |       |        |       |        |        |        |    |       |        |       |        |        |        |  |  |
|--|-------|------------|--------|-----------|--------|-----------|-------|-----------|-------|-----------|-------|--------|-------|----|-------|--------|-------|--------|--------|--------|----|-------|--------|-------|--------|--------|--------|--|--|
| 5  | 2.021 | 0.021      | 10.096 | 0.096     | 90.095 | 0.095     | 15    | 2.006     | 0.006 | 10.029    | 0.029 | 90.029 | 0.029 | 25 | 1.994 | -0.006 | 9.973 | -0.027 | 89.973 | -0.027 | 35 | 1.984 | -0.016 | 9.925 | -0.075 | 89.924 | -0.076 |  |  |
| Смесь нефть - раствор NaCl в дистиллированной воде (1 % массовой доли) |       |            |        |           |        |           |       |           |       |           |       |        |       |    |       |        |       |        |        |        |    |       |        |       |        |        |        |  |  |
| 5  | 2.020 | 0.020      | 10.092 | 0.092     | 90.091 | 0.091     | 15    | 2.006     | 0.006 | 10.028    | 0.028 | 90.028 | 0.028 | 25 | 1.994 | -0.006 | 9.974 | -0.026 | 89.974 | -0.026 | 35 | 1.984 | -      |       |        |        |        |  |  |

0.016 9.926 -0.074 89.926 -0.074 Смесь нефть – раствор NaCl в дистиллированной воде (2 % массовой доли) 5 2.019 0.019 10.089 0.089 90.089 0.089 15 2.006 0.006 10.028 0.028 90.028 0.028 25 1.994 -0.006 9.974 -0.026 89.974 -0.026 35 1.984 -

0.016 9.928 -0.072 89.927 -0.073 Смесь нефть – раствор NaCl в дистиллированной воде (5 % массовой доли) 5 2.018 0.018 10.081 0.081 90.081 0.081 15 2.006 0.006 10.025 0.025 90.025 0.025 25 1.995 -0.005 9.976 -0.024 89.976 -0.024 35 1.985 -

0.015 9.932 -0.068 89.932 -0.068 Смесь нефть – раствор NaCl в дистиллированной воде (10 % массовой доли) 5 2.015 0.015 10.071 0.071 90.071 0.071 15 2.005 0.005 10.023 0.023 90.023 0.023 25 1.995 -0.005 9.978 -0.022 89.978 -0.022 35 1.987 -

0.013 9.938 -0.062 89.938 -0.062 В таблице 2 приведены расчеты изменения фактического влагосодержания при изменении температуры с шагом 5 0С для смесей нефть – солевой раствор при различной концентрации NaCl. Как видно из данных таблицы 2 изменение температуры существенно влияет на фактическое влагосодержание смеси нефть – вода. Так, например, при изменении температуры на 15 °С в сторону уменьшения фактическое влагосодержание смеси меняется: - до 0,02 % объемной доли воды при влагосодержании смеси 2 %, что соответствует 40 % допустимой погрешности средств измерения в данном диапазоне; - до 0,27 % объемной доли воды при влагосодержании смеси 50 %, что соответствует 27 % допустимой погрешности средств измерения в данном диапазоне. В то же время концентрация соли также оказывает ощутимое влияние на фактическое влагосодержание смеси. Так, например, при температуре 5 °С фактическое влагосодержание смеси на основе раствора с концентрацией 1 % соли и с концентрацией 10 % соли различается: - на 0,005 % объемной доли воды при влагосодержании смеси 2 %, что соответствует 10 % допустимой погрешности средств измерения в данном диапазоне; - на 0,02 % объемной доли воды при влагосодержании смеси 10 %, что соответствует 20 % допустимой погрешности средств измерения в данном диапазоне. На основании полученных экспериментальных данных разработан алгоритм корректировки объема солевого раствора в зависимости от температуры. Коэффициент изменения объема солевого раствора вычисляется по формуле:

$$K_o = A_3 \cdot t^3 + A_2 \cdot t^2 + A_1 \cdot t + A_0, \quad (3)$$

где  $t$  – температура раствора, °С;  $A_3, A_2, A_1, A_0$  – коэффициенты, вычисляемые по формулам:  $A_3 = -3,80191E-11 \cdot So^3 + 4,28413E-10 \cdot So^2 - 5,1705E-09 \cdot So + 3,85204E-08$  (4)  $A_2 = 3,13402E-09 \cdot So^3 - 4,99689E-08 \cdot So^2 + 7,40883E-07 \cdot So - 7,66485E-06$  (5)  $A_1 = -1,03983E-07 \cdot So^3 + 2,28718E-06 \cdot So^2 - 4,20554E-05 \cdot So + 5,32346E-05$  (6)  $A_0 = 1,14343E-06 \cdot So^3 - 2,90885E-05 \cdot So^2 + 0,000585258 \cdot So + 1,001694865$ , (7) где  $So$  – содержание соли в растворе, % массовый. На основании полученных результатов ФГУП ВНИИР разработал методику передачи единицы объемного влагосодержания нефти и нефтепродуктов от Государственного первичного специального эталона в практически значимых диапазонах температур смеси нефть-вода. Методика, разработанная на основании проведенных исследований позволяет обеспечить

полную прослеживаемость передачи единицы объемного влагосодержания нефти и нефтепродуктов от первичного специального эталона подчиненным эталонам и рабочим средствам измерений в диапазоне температур от + 5 до + 70°С. Исследования и разработка методов передачи единицы объемного влагосодержания нефти и нефтепродуктов доказали необходимость коррекции фактического влагосодержания не только с учетом изменения температуры, но и с учетом содержания солей в воде. Результаты данной работы могут быть использованы при проведении аттестации подчиненных эталонов, испытаний средств измерений с целью утверждения типа, совершенствования Государственной поверочной схемы для средств измерений объемного влагосодержания нефти и нефтепродуктов.