

Предлагаем вниманию читателей подборку статей по материалам 3-й Всероссийской конференции «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли — 2013», прошедшей 21—23 октября 2013 г. во ВНИИМ им. Д. И. Менделеева. Конференция была посвящена актуальным вопросам метрологического обеспечения производства в нефтегазовой отрасли, состоянию нормативно-методической базы измерительных технологий, разработке нормативной документации и аттестации методик измерений, анализу проб нефти в лабораториях, проведению количественной и качественной оценок измерений нефти и нефтепродуктов и другим вопросам. Статьи написаны руководителями метрологических служб компаний и предприятий нефтегазовой отрасли, специалистами научных организаций и предприятий, специализирующихся на разработке, изготовлении и поставках средств измерений, аналитического и испытательного оборудования для предприятий топливно-энергетического комплекса.

531.758:528.563

Совершенствование эталонной базы в области измерений плотности сжиженных углеводородных газов и широкой фракции легких углеводородов

А. В. ДОМОСТРОЕВ

Всероссийский научно-исследовательский институт им. Д. И. Менделеева,
С.-Петербург, Россия, e-mail: a.v.domostrov@vniim.ru

Проанализированы проблемы в области метрологического обеспечения измерений плотности сжиженных углеводородных газов и широкой фракции легких углеводородов, связанные с отсутствием прослеживаемости результатов измерений к государственному первичному эталону единицы плотности ГЭТ 18—2000. Рассмотрен новый метод передачи единицы от этого эталона подчиненным средствам измерений плотности и государственным стандартным образцам.

Ключевые слова: плотность, углеводороды, эталон, прослеживаемость результатов измерений.

The problems in the field of metrological assurance of liquified hydrocarbons and broad fraction of light hydrocarbons density measurements due to the absence of traceability of measurement results to the state primary standard density. Of density unit GET 18—2000 — have been analyzed. A new method of unit transfer from this standard to subordinate measuring instruments and state certified reference materials is considered.

Key words: density, the state primary standard, traceability of measurement results, metrological assurance, hydrocarbons.

В РФ учет жидкого углеводородного топлива традиционно ведется в единицах массы. Для этой цели в промышленных масштабах используют прямые и косвенные статические и динамические методы измерений [1]. Не составляет исключения и методология ведения учета сжиженных углеводородных газов (СУГ).

В связи с ростом потребления СУГ внутри страны и объемов их поставки на экспорт с использованием газоналивных судов и железнодорожного транспорта возникла необходимость достоверного учета количества СУГ на всех этапах передачи от производителя до конечного потребителя. Наиболее достоверным является прямой массовый статический метод учета, т. е. взвешивание емкости на весах до и

после слива (заполнения) [1]. В этом случае определяют всю массу газа в емкости независимо от ее распределения между фазами. Данный метод широко применяют при поставках газа железнодорожными и автомобильными цистернами, а также при продаже газа бытовыми газовыми баллонами. Для учета СУГ, отгружаемых в танки газоналивных судов, а также в железнодорожные и автомобильные цистерны, служит прямой динамический метод с использованием поточных массометров кариолисового типа. Оба метода подробно рассмотрены в [2].

Кроме прямых методов измерений широко используют косвенные статические и динамические, основанные на измерениях объема и плотности СУГ в режиме реального

времени. Одна из ключевых проблем при организации коммерческого учета СУГ косвенными методами — отсутствие метрологического обеспечения средств измерений (СИ) плотности жидкой фазы газа. Плотности жидких фаз СУГ и их смесей, пригодных для хранения и транспортировки в сжиженном состоянии при температурах от -40 до $+50$ °С, что соответствует реальным температурам окружающего воздуха для большинства регионов Земли, находятся в диапазоне $500\text{—}600$ кг/м³ [3].

В настоящее время на рынке представлено достаточно много моделей плотномеров вибрационного типа, сконструированных для установки в резервуарах и трубопроводах, а также ультразвуковых и поплавковых плотномеров для резервуаров, конструктивно допускающих измерения плотности жидкой и паровой фаз СУГ. Ограниченное использование таких СИ связано, в первую очередь, с отсутствием метрологического обеспечения в диапазоне плотностей жидкой фазы СУГ. По этой же причине абсолютное большинство плотномеров при проведении испытаний с целью утверждения типа СИ не было исследовано в диапазоне плотности $500\text{—}600$ кг/м³, и достоверность показаний в этом диапазоне ничем не подтверждена. Отсутствие стандартизованных методов передачи единицы и прослеживаемости результатов измерений к государственному эталону плотности ГЭТ 18—2000 является основным фактором, не позволяющим достоверно оценить доверительные границы погрешностей косвенных методов измерений массы СУГ. В утвержденных нормативных документах на косвенные методы измерений массы СУГ и широкой фракции легких углеводородов [4] установлены допускаемые пределы погрешности результатов измерений массы, рассчитанные в том числе с использованием значений погрешностей применяемых СИ плотности СУГ, которые заявлены производителями, но не подтверждены в процессе испытаний. Отсутствие прослеживаемости результатов измерений плотности СУГ ставит под сомнение достоверность результатов измерений их массы косвенными методами и соответственно приводит к нарушению положений закона [5].

Существующая поверочная схема для СИ плотности [6] обеспечивает передачу единицы плотности в диапазонах избыточных давлений и температур, характерных для СУГ, посредством рабочих эталонов (РЭ) 1-го разряда (напорных металлических пикнометров и эталонных автоматических плотномеров). При этом единица плотности передается при нормальных условиях РЭ 1-го разряда от вторичных эталонов, непосредственно связанных с первичным эталоном плотности ГЭТ 18—2000. Наименьшие абсолютные погрешности РЭ в диапазонах рабочих давлений и температур находятся в пределах $0,1\text{—}0,2$ кг/м³, что обеспечивает запас по точности при передаче единицы рабочим СИ плотности. Однако РЭ не проходили испытаний в диапазоне плотностей СУГ и поэтому не могут применяться для передачи единицы рабочим СИ. Решением данной проблемы могло стать расширение возможностей ГЭТ 18—2000 в область передачи единицы в диапазоне плотностей и давлений, характерных для СУГ.

Такая задача была поставлена перед ВНИИМ — держателем первичного эталона плотности. В рамках ее решения в 2013 г. были расширены области передачи единицы в диапазон плотностей СУГ $400\text{—}650$ кг/м³, избыточных давлений $0\text{—}4,5$ МПа и температур $5\text{—}60$ °С.

В настоящее время конструктивные особенности оборудования ГЭТ 18—2000 позволяют осуществлять передачу единицы при давлениях, близких к атмосферному, и в диа-

пазоне температур $10\text{—}40$ °С. Эталон плотности представляет твердую меру плотности квазиправильной сферической формы (эталонная сфера), изготовленную из кварцевого стекла, подвергнутого термической обработке. Масса и объем сферы известны с высокой степенью точности. Единица передается путем взвешивания сферы, погруженной в жидкость-компаратор. Аналогичный принцип передачи единицы положен в основу первичных эталонов плотности национальных метрологических институтов всех ведущих экономически развитых стран.

В связи с тем, что прямая передача единицы плотности от эталонной сферы сжиженным углеводородным газам на данном этапе технически невозможна из-за высокого давления насыщенных паров СУГ (до 3,5 МПа при 60 °С для пропана) [7], было принято решение в состав эталона включить комплекс аппаратуры, позволяющий передавать единицу плотности при указанных условиях. Основу комплекса составили два напорных металлических пикнометра и высокоточные равноплечие эталонные весы-компаратор.

При выборе модели пикнометров были приняты во внимание требования к их конструкции для измерений плотности легких светлых нефтепродуктов с высоким давлением насыщенных паров, рекомендованные [8]. Схема конструкции пикнометра приведена на рис. 1.

Действительные значения вместимостей пикнометров при нормальных условиях и коэффициент изменения вместимости при изменении температуры были определены с помощью эталонной жидкости-компаратора, плотности которой в диапазоне температур $10\text{—}40$ °С были измерены методом гидростатического взвешивания эталонной сферы непосредственно на эталоне ГЭТ 18—2000. В качестве эталонной жидкости для исследований пикнометров применяли тридекан ($C_{13}H_{28}$). Его выбор был обусловлен малым давлением насыщенных паров, меньшим чем у дистиллированной воды поверхностным натяжением и относительной долговременной стабильностью свойств. Коэффициент изменения вместимостей пикнометров в зависимости от давления определен с использованием табличных значений плотности дистиллированной воды в диапазоне давлений $0\text{—}10$ МПа.

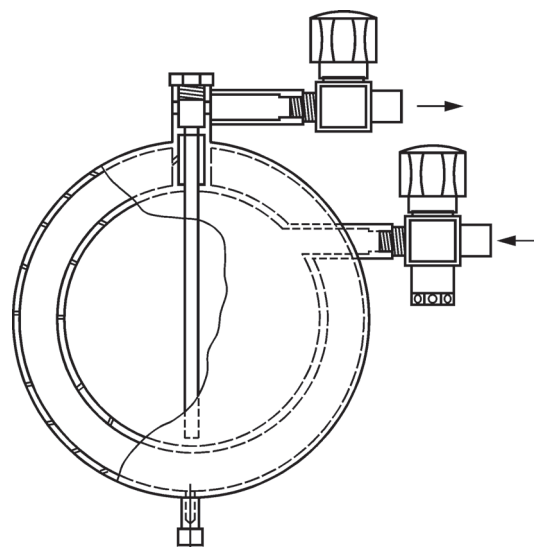


Рис. 1. Конструкция пикнометра для измерений плотности сжиженных газов, рекомендованная стандартом [8]



Рис. 2. Уравновешивание пикнометра и эталонного набора гирь на весах-компараторе Raymor HCE-25G

Действительные значения вместимостей пикнометров находили весовым методом по способу точного взвешивания Менделеева с применением равноплечих весов и получением результата измерения плотности жидкости-компаратора в соответствии с уравнением

$$V_{t,p} = M_l / \rho_{t,p}, \quad (1)$$

где $V_{t,p}$ — вместимость пикнометра при температуре t и давлении p ; M_l , $\rho_{t,p}$ — масса и плотность эталонной жидкости (тридекана) в объеме пикнометра.

Измерение массы эталонной жидкости в объеме пикнометра включало следующие этапы:

- вакуумирование внутренней полости пикнометра;
- уравновешивание пикнометра и эталонного набора гирь на весах-компараторе Raymor HCE-25G аналогичным тарным пикнометром и тарными гирями (рис. 2);
- заполнение внутренней полости пикнометра эталонной жидкостью;
- термостатирование заполненного эталонной жидкостью пикнометра;
- уравновешивание на весах-компараторе заполненного эталонной жидкостью пикнометра путем удаления части эталонных гирь, масса которых соответствует массе эталонной жидкости в объеме пикнометра;

расчет массы эталонной жидкости в объеме пикнометра.

Неопределенность результата измерения массы M_l эталонной жидкости в объеме пикнометра не превышает ± 5 мг. Расширенная неопределенность полученных описанным методом значений вместимостей пикнометров не более $9 \cdot 10^{-4}$ %.

Передача единицы плотности от государственного первичного эталона подчиненным СИ плотности СУГ происходит посредством эталонов сравнения — чистых СУГ и их смесей. Значения плотностей сжиженных газов-эталонов срав-

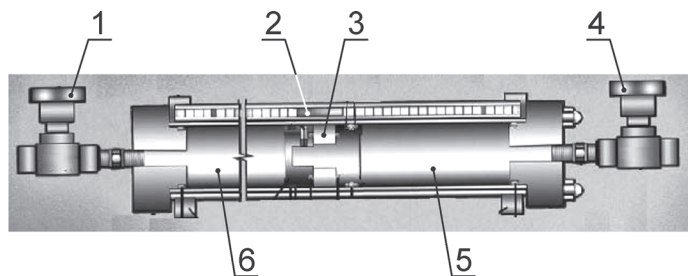


Рис. 3. Схема конструкции баллона постоянного давления поршневого типа:

- 1, 4 — запорные краны; 2 — магнитный индикатор; 3 — поршень;
- 5 — сжиженный углеводородный газ; 6 — инертный газ

нения находятся в диапазоне от 480 кг/м^3 (чистый пропан C_3H_8) до 585 кг/м^3 (чистый н-бутан C_4H_{10}). Определение действительных значений плотности сжиженных газов выполняется с применением пикнометров и эталонных весов из состава комплекса аппаратуры первичного эталона при давлениях, гарантированно превышающих давление насыщенных паров самого летучего компонента смеси газов и температуре 25°C . Хранение и перевозка сжиженных газов-эталонов сравнения осуществляется в специализированных поршневых баллонах постоянного давления. Схема конструкции такого баллона приведена на рис. 3.

Конструкция баллона постоянного давления обеспечивает гарантированное сохранение свойств и состава смеси СУГ в рабочей секции 5 баллона благодаря давлению, превышающему давление насыщенного пара наиболее летучего газа из смеси. Давление передается жидкой фазе смеси посредством подвижного герметичного разделительного поршня 3, на который, в свою очередь, передается давление сжатого инертного газа из секции 6 баллона. Текущее положение разделительного поршня 3 в баллоне контролируется магнитным индикатором 2. В качестве инертного газа применяется газообразный гелий высокой чистоты (99,995 %) марки А, по ТУ 0271-135-31323949—2005. Гелий подается из баллона вместимостью 40 дм^3 через редуктор модели GCE [10].

Подача сжиженного газа в пикнометр для определения действительного значения плотности также осуществляется из баллона постоянного давления. Принципиальная схема системы подачи сжиженного газа в эталонные пикнометры приведена на рис. 4.

Чтобы обеспечить температурную стабилизацию газа в объеме пикнометра, после заполнения газом его погружают в ванну жидкостного циркуляционного термостата при заданной температуре теплоносителя с погрешностью ее поддержания $\pm 0,01^\circ\text{C}$. Магистраль подачи газа из баллона постоянного давления остается открытой. Сохранение заданного давления газа обеспечивается конструкцией поршневого баллона с подвижным поршнем. Действительное значение плотности сжиженного газа в пикнометре находят весовым методом по способу точного взвешивания Менделеева с применением равноплечих весов Raymor HCE-25G, аналогично методу, который используют для определения вместимостей пикнометров в соответствии с уравнением

$$\rho_{t,p}^{\text{СУГ}} = M^{\text{СУГ}} / V_{t,p}, \quad (2)$$

где $\rho_{t,p}^{\text{СУГ}}$ — плотность СУГ при температуре t и давлении p ; $M^{\text{СУГ}}$ — масса сжиженного газа в объеме пикнометра.

В результате исследований стабильности свойств сжиженных газов в поршневых баллонах не выявлено сколь угодно существенных изменений их плотности в процессе наполнения пикнометров и хранения газов, что дает основание для использования аттестованных по значению плотности при известных температуре и давлении сжиженных газов в качестве возимых эталонов сравнения для передачи единицы подчиненным СИ плотности СУГ. На основе описанного выше метода была создана методика аттестации стандартных образцов плотности СУГ, и в 2013 г. три вновь разработанных образца успешно прошли испытания типа. В госреестре им присвоены номера: ГСО 10209—2013 (ПСУГ-П), ГСО 10210—2013 (ПСУГ-Б) и ГСО 10211—2013

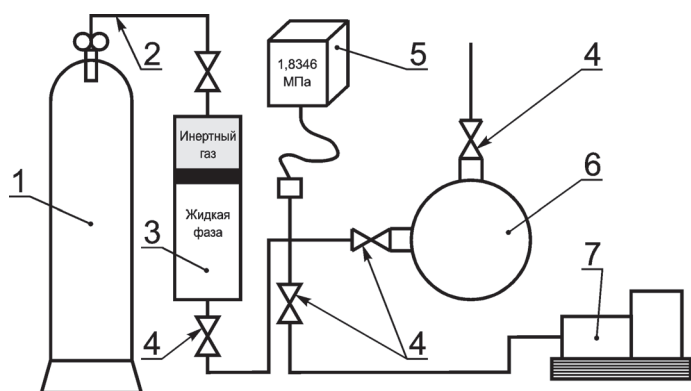


Рис. 4. Принципиальная схема системы подачи сжиженного газа в эталонные пикнометры:

1 — баллон со сжатым инертным газом; 2 — подводящие трубопроводы для сжиженного газа; 3 — поршневой баллон постоянного давления; 4 — запорные краны; 5 — калибратор давления; 6 — пикнометр; 7 — вакуумный насос

(ПСУГ-ПБ); диапазон плотностей 484—585 кг/м³, расширенная неопределенность аттестованного значения плотности 0,1 кг/м³.

Утвержденные ГСО плотности СУГ позволяют реализовать методы метрологического обеспечения, в том числе проведение испытаний типа, калибровку и поверку СИ плотности в диапазоне плотностей СУГ, что обеспечивает прослеживаемость результатов измерений к государственному эталону плотности.

Литература

1. ГОСТ Р 8.595—2004. ГСИ. Масса нефти и нефтепродуктов. Общие требования к методикам выполнения измерений.
2. Домостроев А. В. Новые решения метрологического обеспечения измерений плотности сжиженных углеводородных газов // Измерительная техника. 2012. № 2. С. 64—67; Domostroeve A. V. New solutions for metrological provision of liquefied hydrocarbon gas density measurement // Measurement Techniques. 2012. V. 55. N. 2. P. 208—212.
3. Стаскевич А. С., Вигдорчик Д. Я. Справочник по сжиженным углеводородным газам. Л.: Недра, 1986.
4. ГОСТ Р 8.785—2012. ГСИ. Масса газового конденсата, сжиженного углеводородного газа и широкой фракции легких углеводородов. Общие требования к методикам (методам) измерений.
5. Федеральный закон РФ от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений».
6. ГОСТ 8.024—2002. ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений плотности.
7. Miyamoto H., Watanabe K. Thermodynamic property model for fluid-phase propane // Int. J. Thermophys. 2000. V. 21. N. 5. P. 1045—1072.
8. API MPMS. Chap. 14. Natural Gas Fluids. S.6. Continuous Density Measurement.
9. ГОСТ 949—73. Баллоны стальные малого и среднего объема для газов на $P_p \leq 19,6$ МПа (200 кгс/см²). Технические условия.

Дата принятия 27.01.2014 г.

53.089.5

Опыт применения ультразвуковых преобразователей расхода в составе систем измерений количества и показателей качества нефти

А. В. САФОНОВ

Группа Компаний ИМС, Москва, Россия, e-mail: safonov@insweb.biz

Рассмотрены результаты испытаний ультразвукового преобразователя расхода DFX-MM с целью применения его в системах измерений количества и качества нефти и нефтепродуктов.

Ключевые слова: нефть, нефтепродукты, ультразвуковой преобразователь расхода, градуировочная характеристика, стабильность метрологических характеристик.

The results of tests of ultrasonic flow meter DFX-MM for the purpose of its application in the system of oil and oil products quantity and quality measurement has been considered.

Key words: oil, oil products, ultrasonic flow meter, calibration characteristic, definition and estimation of metrological characteristics stability.

В настоящее время все больше в составе систем измерений количества и показателей качества нефти (СИКН) применяют ультразвуковые преобразователи расхода (УЗР), позволяющие проводить приемо-сдаточные операции товарной и сырой нефти, нефтепродуктов в соответствии с требо-

ваниями нормативных документов РФ [1, 2]. Преимущество УЗР в том, что они имеют минимальные потери давления по сравнению с преобразователями расхода других типов, а современный уровень технологий позволяет обеспечить качество измерений с метрологическими характеристика-