

Сравнительные исследования поточных вибрационных вискозиметров нефти

А. В. ДОМОСТРОВЕ*, А. А. ДЕМЬЯНОВ*, О. В. КЛИМ**, Д. А. ЮДЧЕНКО**

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

** Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики, С.-Петербург, Россия

Рассмотрены проблемы метрологического обеспечения рабочих преобразователей вязкости нефти на месте их эксплуатации. Предложен метод поверки с применением мобильной эталонной установки. На основе сравнительных экспериментальных данных рассмотрена альтернатива для эталонного преобразователя вязкости.

Ключевые слова: вязкость нефти, мобильная поверочная установка, вибрационный преобразователь вязкости.

The problems of metrological assurance of working oil viscosity converters on site of operation are considered. The verification method with use of mobile reference installation is suggested. On the base of comparative experimental data the alternative for the reference converter of viscosity is considered.

Key words: oil viscosity, mobile calibration installation, vibration converter of viscosity.

В настоящее время одной из первоочередных задач метрологического обеспечения нефтяной промышленности является разработка методов поверки и калибровки поточных преобразователей количества и качества нефти на месте их эксплуатации. Методы поверки и калибровки, предусматривающие демонтаж преобразователей из трубопровода и доставку в испытательные лаборатории к специализированным стендам, в подавляющем большинстве значительно дороже по причине дополнительных затрат на вывоз и обратную доставку, а также необходимости иметь резервный преобразователь для обеспечения измерений во время демонтажа основного. Кроме этого, данные методы имеют существенные недостатки, связанные с тем, что поверка и калибровка на испытательных стендах часто проводится с применением жидкостей-иммитаторов, а не реальной рабочей среды; в некоторых случаях это может приводить к возникновению неучтенной систематической погрешности показаний. Для поточных преобразователей расхода данная проблема решается еще на стадии проектирования комплектованием систем измерений количества и качества нефти стационарным эталонным оборудованием в виде трубопоршневых установок или компакт-пруверов, позволяющих проводить поверку и калибровку непосредственно в рабочей среде без демонтажа преобразователей и остановки процесса. Для метрологического обеспечения поточных плотномеров нефти применяются переносные пикнометрические установки — рабочие эталоны 1-го разряда, также позволяющие проводить поверку и калибровку (в одной точке измерений) без демонтажа плотномера из линии и остановки процесса измерений. В настоящее время поточные вискозиметры нефти менее всего обеспечены достоверными методами поверки и калибровки. В первую очередь, это связано с существенным недостатком всех известных методов передачи единицы вязкости от государственного первичного эталона вязкости (ГПЭ) ГЭТ17 по поверочной схеме рабочим поточным вискозиметрам нефти: воспроизведение, хранение единицы вязкости на ГПЭ и ее передача происходят с применением ньютоновских жидкостей. В

дальнейшем рабочие вискозиметры используют для измерений вязкости нефти, которая по своим свойствам отличается от ньютоновской жидкости.

В абсолютном большинстве в качестве поточных вискозиметров нефти служат вибрационные вискозиметры камертонного типа, измеряющие динамическую вязкость. В 1990-х годах была попытка применять вискозиметры с падающим шариком производства Японии. Они измеряют кинематическую вязкость, менее надежны в эксплуатации из-за наличия движущихся частей в конструкции и, как следствие, подвержены механическому износу, чувствительны к вибрациям и требуют строгого соблюдения угла наклона измерительной трубки относительно вертикали.

Первой попыткой метрологически обеспечить поточные вискозиметры нефти стала поставка в СССР лабораторных эталонных установок для поверки и калибровки поточных вискозиметров с падающим шариком производства фирмы JWS, Япония. Метод поверки (калибровки) заключался в перекачке жидкости-компаратора через поверяемый (калибруемый) и эталонный вискозиметры при одинаковых значениях давления и температуры. В качестве эталонного средства измерений (СИ) применялся подобный вискозиметр с падающим шариком, но имеющий не один, а два детектора положения шарика (верхний и нижний), чем обеспечивалась меньшая погрешность результатов измерений. При калибровке рабочего вискозиметра использовались три жидкости-компаратора с номинальными значениями вязкости из нижней трети, середины и верхней трети диапазона измерений рабочего вискозиметра.

Три аналога японской установки в качестве эталонного СИ до сих пор эксплуатируются в лаборатории Омского филиала ОАО «ТрансСибнефть», а также в Татарстане и Краснодарском крае. На данных установках поверяют (калибруют) уже не шариковые вискозиметры, а вискозиметры вибрационного принципа действия. К сожалению, вискозиметры с падающим шариком фирмы JWS уже длительное время сняты с производства, запасных частей не поставляется, поэтому установки на их основе обречены на вывод из эксплуатации по причине механического износа эталонных СИ.

В 2008 г. была предпринята попытка в составе стенда для поверки (калибровки) вибрационных вискозиметров в качестве эталонного применить вискозиметр аналогичного принципа действия. Для этой цели на фирме-изготовителе, тогда еще называвшейся «Solartron Mobrey Ltd» (Великобритания), из партии преобразователей вязкости модели 7829 были отобраны два преобразователя с наилучшими метрологическими характеристиками. В дальнейшем их исследовали в рамках испытаний с целью утверждения типа в лаборатории госэталонов плотности и вязкости во ВНИИМ. В результате испытаний в лабораторных условиях преобразователи подтвердили заявленную погрешность 0,5 % для диапазона вязкости 10—100 мПа·с. Преобразователи были заявлены на испытания как цифровые вискозиметры Solartron 7829 Master — рабочие эталоны 2-го разряда в соответствии с поверочной схемой. На их основе были созданы и сертифицированы две поверочные установки. Однако запас по точности эталонных вискозиметров 7829 Master (0,5 %) по отношению к рабочим преобразователям 7829 (1 %) явно недостаточен. В данный момент одна из установок находится в испытательной лаборатории ОАО «Транснефть» (Ярославль), вторая в испытательной лаборатории ООО «ИМС Индастриз» (Москва). Обе установки имеют стационарное исполнение, реализуют метод перекачки жидкости при одинаковых условиях через поверяемый и эталонный вискозиметры и в качестве жидкостей-иммитаторов применяют ньютоновские жидкости. Ввод в эксплуатацию этих установок хотя и явился безусловным шагом вперед в области метрологического обеспечения поточных преобразователей вязкости, но проблему отсутствия методов поверки (калибровки) на месте эксплуатации он не решил. Рабочие преобразователи вязкости по-прежнему необходимо демонтировать и отправлять в лабораторию для проведения поверки.

Для решения этой проблемы во ВНИИМ был разработан эскизный проект мобильной поверочной установки. Она предназначена для подсоединения непосредственно к трубопроводам блока измерения качества (БИК) нефти и к фитингам для подключения пикнометрической установки. Метод поверки, реализуемый на мобильной установке, заключается в перекачивании нефти из БИК через рабочий и эталонный вискозиметры при одинаковых значениях давления и температуры. Основным препятствием для внедрения установки явилось отсутствие поточного вискозиметра, который можно было бы применить в качестве эталонного. Необходимый запас по точности имел только шариковый вискозиметр фирмы JWS с двумя детекторами, но он, как было указано выше, снят с производства. Тогда был выбран преобразователь вязкости модели 7829 Master. В течение 2012 г. во ВНИИМ были исследованы шесть таких преобразователей, но уже производства фирмы «Mobrey Ltd» (Великобритания). Заявленные производителем характеристики (относительная погрешность 0,5 %, приведенная к верхней границе диапазона измерений 100 мПа·с), подтвердились только после проведения перекалибровки приборов в лаборатории. Чтобы выяснить, насколько будут стабильны метрологические характеристики этих приборов в условиях их эксплуатации в качестве эталонных вискозиметров, в составе поверочных установок необходимы дополнительные исследования. Какие-либо выводы можно будет сделать через год при поступлении 7829 Master на периодическую поверку.

Осенью 2012 г. во ВНИИМ для исследований была предоставлена новая модификация поточного преобразовате-

ля XL7 фирмы Hydramotion (Великобритания). Производителем была заявлена сходимость результатов измерений вязкости на уровне 0,1 % (для сведения: 0,1 % — погрешность воспроизведения единицы вязкости на ГЭТ17). Преобразователь XL7 был подвергнут испытаниям в лаборатории для определения действительного значения относительной погрешности. Частью программы исследований стали сравнительные испытания преобразователей вязкости XL7 и 7829 в одинаковых лабораторных условиях с жидкостями различной вязкости, изучения реакции преобразователей на наличие свободного газа в измеряемой среде, а также выяснения возможности применения XL7 в качестве эталонного прибора в составе стационарных и мобильных установок для поверки и калибровки рабочих преобразователей вязкости моделей 7827/7829.

Для испытаний преобразователей применяли циркуляционный жидкостный термостат с погрешностью поддержания температуры $\pm 0,02$ °С, ртутные термометры ценой деления 0,01 °С. В ванну циркуляционного термостата помещали прозрачные цилиндры из кварцевого стекла диаметрами 150 и 80 мм с разными жидкостями. В качестве рабочих применяли ньютоновские жидкости (минеральные масла). Исследуемые преобразователи устанавливали на цилиндры с жидкостями и ориентировали по осям последних при помощи переходных центрирующих колец (рис. 1).

Рассмотрим характеристики и принцип действия испытываемых преобразователей.

Колебательный крутильный преобразователь XL7 имеет следующие характеристики: измеряемые параметры — динамическая вязкость жидкости (кинематическая вязкость рассчитывается по плотности); диапазон измерений вязкости 0— $1 \cdot 10^7$ мПа·с; сходимость результатов измерений $\pm 0,1$ % от измеряемой величины. В его состав входит чувствительный элемент в виде диска на конце упругого стержня из нержавеющей стали. Он погружен в измеряемую жидкость и совершает возвратно-поступательные вращательные колебания на очень высокой частоте относительно оси дис-

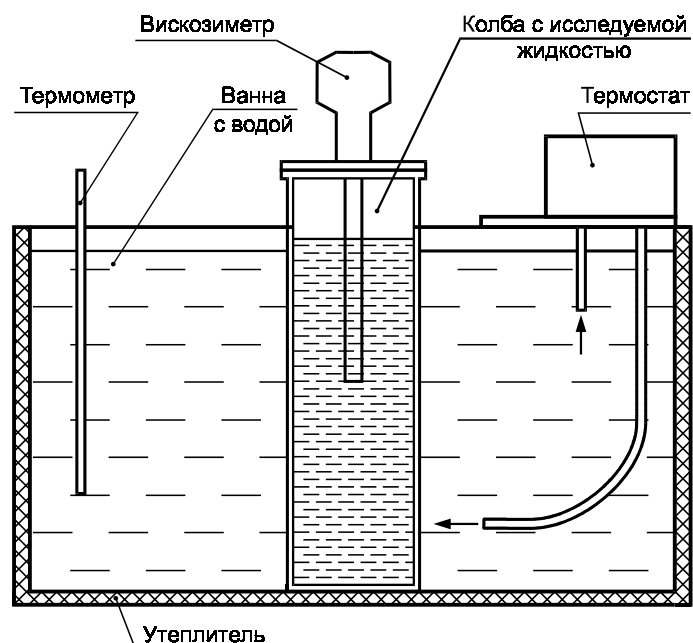


Рис. 1. Схема лабораторной установки

ка на небольшой угол. Колебания диска создают поперечные волны в жидкости. Энергия, расходуемая на поддержание колебаний и создание поперечных волн, пропорциональна вязкости жидкости, измеряется микропроцессором, а затем преобразуется на индикаторе вискозиметра в миллипаскалях на секунду. При большей вязкости потери энергии повышаются.

Характеристики преобразователя вязкости 7829: измеряемые параметры — динамическая, кинематическая вязкость, плотность, температура; диапазоны измерения: 0,5 — 100; 100—1000 и 1000—10000 мПа·с; относительная погрешность $\delta = 1\%$ от верхнего предела диапазона измерений.

Чувствительный элемент преобразователя вязкости 7829 представляет собой камертон, его резонанс поддерживается электронной схемой. Резонансная частота определяется плотностью среды, а степень демпфирования вибрации обратно пропорциональна добротности и пропорциональна вязкости, т. е. при повышении вязкости среды добротность уменьшается. Вискозиметр измеряет резонансную частоту и добротность, по которым рассчитывают плотность и вязкость жидкости.

В соответствии с программой испытаний были поставлены три основные задачи:

определить отклонение показаний вискозиметров от действительных значений вязкостей жидкостей при нормальных условиях;

исследовать влияние диаметра применяемого цилиндра с жидкостью на показания вискозиметров (граничные эффекты);

изучить реакцию вискозиметров на наличие пузырьков свободного газа в жидкости.

В качестве действительных значений вязкости жидкостей использовали результаты измерений, полученные с применением стеклянных капиллярных вискозиметров рабочих эталонов 1-го разряда (относительная погрешность $\delta = 0,2\%$) и лабораторного плотномера ВИП-2МР (абсолютная погрешность $\pm 0,1 \text{ кг/м}^3$ или относительная $\delta = 0,013\%$).

Так как преобразователи вязкости 7829 являлись рабочими СИ ($\delta = 1,0\%$), прибывшими во ВНИИМ на периодическую поверку и предварительно не калибровались, больший упор в испытаниях был сделан не на фактическое отклонение показаний от действительных значений, а на сравнение реакции преобразователей 7829 и XL7 на граничные эффекты и наличие свободного газа в жидкости. Испытаниям были подвергнуты три преобразователя вязкости 7829 (№ 1, 2, 3) и один — XL7. Результаты испытаний представлены в табл. 1, 2.

Испытания проводили с одной и той же жидкостью (минеральным маслом) при одинаковой температуре. Испытываемые преобразователи поочередно устанавливали на цилиндр с жидкостью диаметром 150 мм (см. рис. 1), после выдержки цилиндра для стабилизации температуры в ванне термостата не менее 6 ч фиксировали показания динамической вязкости. Затем операции повторяли для второго цилиндра диаметром 82 мм. Так как преобразователи вязкости 7829 внесены в государственный реестр СИ с относительной погрешностью 1,0 % от верхнего предела диапазона измерений 0—100 мПа·с, относительная погрешность XL7 также представлена в процентах от того же диапазона измерений. Из данных табл. 1 следует, что диаметр цилиндра практически не влияет на показания XL7 (0,09 и 0,05 %), но значительно сказывается на показаниях преобразователя 7829 (3,28 и 4,97 %). Даже если не принимать во внимание, что относительная погрешность преобразователя 7829 в этом испытании значительно превысила 1,0 %, разница в диаметрах цилиндра приводит к изменению показаний на 1,69 %.

При испытаниях преобразователей на наличие свободного газа в жидкости, при помощи компрессора по тонкой трубке с рассеивателем на конце, опущенным на дно цилиндра, подавали атмосферный воздух под давлением, немного превышающим давление жидкости на уровне конца трубки с рассеивателем. Рассеиватель располагали под чувствительным элементом преобразователей таким образом, чтобы поднимающиеся к поверхности жидкости пузырьки

воздуха проходили в активной зоне чувствительного элемента. Использовали три режима испытаний:

бомбардировку, когда воздух подавался непрерывно с одинаковым расходом;

ламинарный режим, при котором подачу воздуха отключали и пузырьки воздуха, насытившие жидкость в течение бомбардировки, постепенно самостоятельно выходили из жидкости, поднимаясь к поверхности;

осевшие на поверхностях чувствительных элементов пузырьки воздуха удаляли путем наклона и встряхивания преобразователей без извлечения сенсоров из жидкости.

На рис. 2 приведены результаты испытаний преобразователей 7829 № 1 и XL7.

Реакция преобразователя XL7 (см. рис. 2, нижняя кривая) на наличие воздушных пузырьков в активной зоне чувствительного элемента дос-

Таблица 1

Испытание вискозиметров на влияние диаметра цилиндра с жидкостью

Модель вискозиметра	Температура среды t , °C	Диаметр цилиндра, мм	Действительное значение вязкости жидкости η , мПа·с	Показание вискозиметра η , мПа·с	Относительная погрешность δ , %
Hydramotion XL7	20,01	150	40,89	40,98	0,09
		82		40,94	0,05
Solartron 7829 № 1	20,01	150	40,89	37,61	3,28
		82		35,92	4,97

Таблица 2

Результаты исследования вискозиметров с одним цилиндром

Модель вискозиметра	Температура среды t , °C	Диаметр цилиндра, мм	Действительное значение вязкости жидкости η , мПа·с	Показание вискозиметра η , мПа·с	Относительная погрешность δ , %
Hydramotion XL7	20,03	150	56,52	56,50	0,02
Solartron 7829 № 2	20,03	150	56,52	61,00	4,48
Solartron 7829 № 3	20,03	150	56,52	58,33	1,81

таточно стабильна. Следовательно, в течение бомбардировки по мере насыщения пузырьками воздуха показания вязкости XL7 постепенно снижаются с начального значения 41,10 до 39,43 мПа·с. Можно сделать вывод, что действительное значение вязкости жидкости также снижается в этих пределах. Когда происходит насыщение (выравнивается количество подаваемого компрессором и выходящего на поверхность жидкости воздуха), показания вязкости стабилизируются и начинают колебаться на уровне $(39,9 \pm 0,2)$ мПа·с. Таким образом, показания вязкости в результате бомбардировки снизились не более чем на 1,1 %.

После прекращения подачи воздуха и перехода в ламинарный режим колеблющиеся до этого момента показания вязкости XL7 начали закономерно расти вследствие постепенного выхода пузырьков из активной зоны чувствительного элемента. Затем они стабилизировались на значении вязкости, приблизительно на 1 % меньшем, чем до начала испытаний, поскольку некоторые пузырьки все же осели на нижней поверхности диска чувствительного элемента. Для полного удаления пузырьков, осевших на поверхности чувствительного элемента, вискозиметр наклоняли и встряхивали без поднятия сенсора из жидкости. В итоге показания вискозиметра пришли к начальному значению вязкости жидкости 41,1 мПа·с.

Как следует из рис. 2 (верхняя кривая) реакция преобразователя 7829 на режим бомбардировки в аналогичных условиях испытаний обратна реакции XL7 и значительно ярче выражена. С момента начала эксперимента показания преобразователя с 38 мПа·с скачкообразно возрастали и к концу превысили начальное значение более чем в 8 раз (306,7 мПа·с). После прекращения подачи воздуха (ламинарный режим) показания вязкости резко снизились, но не опустились до начального значения, а стали колебаться около 150 мПа·с, что примерно в четыре раза выше начальной вязкости. Это связано с обильным оседанием пузырьков на поверхности камертона, после их удаления показания вязкости вернулись к начальному значению 38 мПа·с.

Для чистоты эксперимента и подтверждения полученных результатов на другой жидкости (минеральном масле) с действительным значением вязкости 56,52 мПа·с были исследованы три преобразователя, один из которых XL7 тот же, что и в предыдущем эксперименте, а два других преобразователя модели 7829 (№ 2 и 3). Как и в предыдущем опыте с

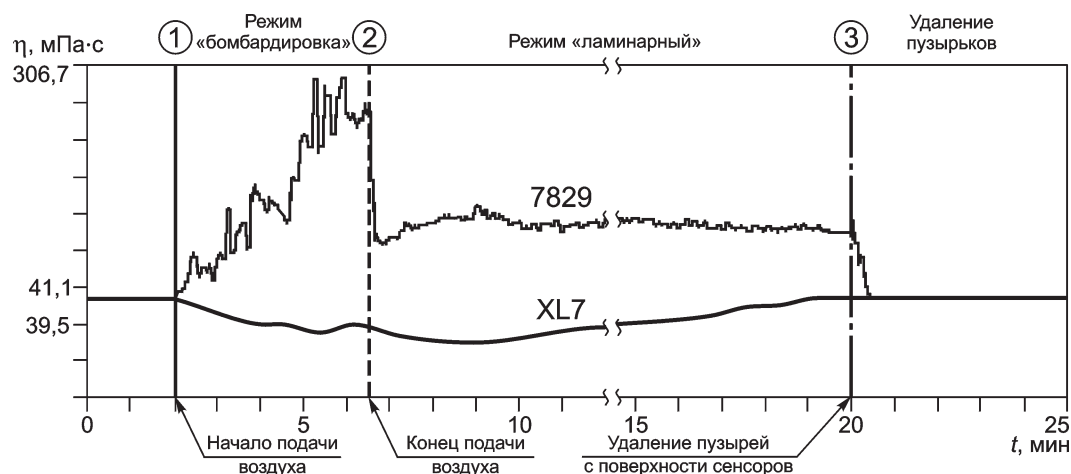


Рис. 2. Результаты испытаний преобразователей вязкости 7829 № 1 и XL7

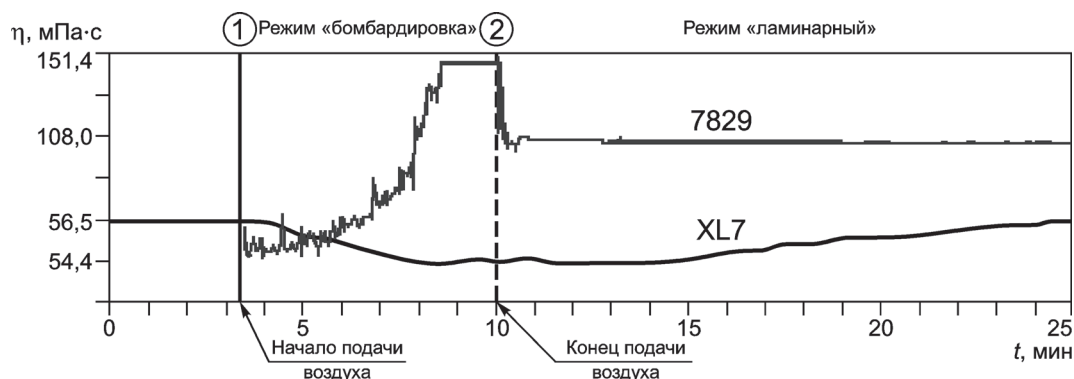


Рис. 3. Результаты испытаний преобразователей вязкости 7829 № 2 и XL7

первоначальной жидкостью, данный эксперимент был проведен по той же методике, но с одним цилиндром диаметром 150 мм. Бомбардировку пузырьками воздуха осуществляли для преобразователей XL7 и 7829 № 2. Результаты исследований приведены в табл. 2 и на рис. 3.

Из табл. 2 следует, что относительные погрешности преобразователей 7829 № 2 и 3 так же превышают 1 %.

Нижняя кривая на рис. 3 представляет реакцию XL7 на бомбардировку пузырьками воздуха и на ламинарный режим в жидкости с вязкостью 56,52 мПа·с. Его реакции в обоих экспериментах аналогичны (см. рис. 2). Верхняя кривая на рис. 3 иллюстрирует реакцию преобразователя 7829 № 2; в целом она повторяет результаты первого эксперимента с преобразователем 7829 № 1. При бомбардировке показания вязкости 7829 сначала резко падают, затем скачкообразно растут до момента насыщения жидкости пузырьками и устанавливаются на уровне 150 % от начального значения, после прекращения подачи воздуха (ламинарный режим) снова резко падают до значения 108 мПа·с и в дальнейшем стабилизируются на этом значении. Так как полное удаление пузырьков с поверхностей сенсоров вискозиметров в данном эксперименте не проводилось, показания вискозиметра 7829 № 2 так и не вышли на начальное значение вязкости и остались на уровне 108 мПа·с. В результате проведенного опыта можно сделать вывод, что данные первого опыта не были случайны, одна и та же динамика реакции

повторилась как для преобразователя XL7, так и другого экземпляра преобразователя 7829.

Выводы. Сравнительные испытания показали, что поточный вибрационный преобразователь вязкости крутильного принципа действия ввиду меньшего радиуса активной зоны значительно слабее подвержен влиянию как расстояния до стенок трубопровода (цилиндра), так и наличия пузырьков свободного газа в жидкости в отличие от вибрационного преобразователя вязкости с чувствительным элементом в виде камертона. Относительная погрешность крутильного преобразователя в рамках испытаний в статическом режиме не превысила заявленного производителем значения сходимости результатов измерений 0,1 %. Чтобы сделать вывод о возможности применения крутильного вискозиметра в качестве эталонного СИ в составе мобильных и стационарных поверочных установок, необходимы дополнительные исследования на реальной нефти в динамических режимах, аналогичных режимам ее перекачки через блоки измерения качества нефти на рабочих объектах.

Л и т е р а т у р а

1. **ГОСТ 8.025—96.** ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерений вязкости жидкостей.

2. **Кремлевский В. П., Степичев А. А.** Новые автоматические вибрационные вискозиметры. Л.: Знание, 1969.

3. **Соловьев А. Н., Каплун А. Б.** Вибрационный метод измерения вязкости жидкостей. Новосибирск: Наука, СО, 1970.

4. **Крутин В. Н.** Колебательные вискозиметры и пути их совершенствования // Сб. науч. трудов / Под ред. С. С. Кутателадзе. Новосибирск: Наука, 1976. С. 8—28.

5. **Колешко В. М. и др.** Проектирование интеллектуальных сенсорных систем измерения вязкости материалов. СПб, 2010.

6. **Кремлевский В. П., Степичев А. А.** Вибрационный вискозиметр // Сб. науч. трудов / Под ред. С. С. Кутателадзе. Новосибирск, 1976. С. 98—103.

7. **Обзор** методов измерения вязкости. Публ. компании Rheotek / Пер. с англ.

8. **Крутин В. Н., Смирницкий И. Б.** К методике расчета колебательных крутильных вискозиметров с сосредоточенными параметрами // Заводская лаборатория. 1975. № 4. С. 461—466.

9. **BS 188:1977.** Methods for Determination of the viscosity of liquids.

10. **Viswanath D. S.** Viscosity of Liquids: Theory, Estimation, Experiment, and Data. N.Y.: Springer, 2007.

Дата принятия 20.11.2012 г.

665.622.4:681.2.089

Обеспечение точности определения содержания воды при помощи лабораторных и поточных влагомеров нефти: состояние вопроса, проблемы, достижения

Б. П. ТАРАСОВ, А. Б. КОПЫЛЬЦОВА, Е. Н. ГЛАЗАЧЕВА

Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д. И. Менделеева, С.-Петербург, Россия, e-mail: kab@b10.vniim.ru

Рассмотрены проблемы метрологического обеспечения лабораторных и поточных влагомеров нефти и средства их поверки: государственные стандартные образцы, динамические стенды и эталонные влагомеры. Обсуждена возможность использования поверочных установок на основе лабораторных влагомеров по методу Фишера.

Ключевые слова: нефть, влагомеры нефти, метод Фишера.

The problems of metrological assurance of laboratory and on-line moisture meters are considered. The means of verification of their intrinsic error are presented: the certified reference materials, dynamic stands, and the standard moisture meters. The possibility of the use of verification installations based on laboratory moisture meters (Fisher method) is discussed.

Key words: oil, oil moisture meters, Fisher method.

В связи с действующими стандартами на нефть [1, 2] измерения количества воды как балластного компонента являются обязательными при определении массы и качества товарной и добытой нефти. Полученные результаты непосредственно учитывают при расчете массы нетто нефти и, следовательно, они тесно связаны с финансовыми расчетами. В зависимости от назначения и способа применения для измерений используют влагомеры нефти: лаборатор-

ные (ЛВ), работающие в соответствии со стандартами на методики измерений (МИ), или поточные (ПВ) [3]¹. На российском рынке сравнительно недавно появились ЛВ после-

¹ Термины не соответствуют принятым в зарубежной технической литературе, где СИ влажности газа именуют «moisture meters», а СИ содержания воды в нефти — «water in crude analyzers». Далее в статье используются термины, рекомендованные в [3].