

На правах рукописи

СЕВНИЦКИЙ СЕРГЕЙ АНАТОЛЬЕВИЧ



**РАЗВИТИЕ МЕТОДОВ И СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЯ
КОЛИЧЕСТВА И КАЧЕСТВА
НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ**

5.6.6. История науки и техники

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Уфа–2023

Работа выполнена на кафедре «Транспорт и хранение нефти и газа» Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Уфимский государственный нефтяной технический университет».

Научный руководитель **Валеев Анвар Рашитович**
доктор технических наук, доцент

Официальные оппоненты: **Аралов Олег Васильевич**
доктор технических наук
ООО «НИИ Транснефть» / директор Центра
оценки соответствия продукции, метрологии
и автоматизации производственных процессов

Хасанов Ильнур Ильдарович
кандидат технических наук, доцент
ФГБОУ ВО «Финансовый университет
при Правительстве Российской Федерации» /
доцент Департамента анализа данных
и машинного обучения
Факультета информационных технологий
и анализа больших данных

Ведущая организация ФГБОУ ВО «Грозненский государственный
нефтяной технический университет имени
академика М.Д. Миллионщикова», г. Грозный

Защита диссертационной работы состоится «16» февраля 2024 г. в 14:30 на заседании диссертационного совета 24.2.428.01 при ФГБОУ ВО «Уфимский государственный нефтяной технический университет» по адресу: 450064, Республика Башкортостан, г. Уфа, ул. Космонавтов, 1.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГБОУ ВО «Уфимский государственный нефтяной технический университет» и на сайте www.rusoil.net.

Автореферат диссертации разослан «___» _____ 2023 года.

Ученый секретарь
диссертационного совета

Удалова Елена Александровна

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследований

В настоящее время для измерения количества и качества нефти и нефтепродуктов применяются методы, основанные на различных принципах действия, и для рационального проектирования и разработки новых средств необходимо понимание истории развития данных методов, знания об успехах их внедрения или о причинах отказа от их использования.

Стоит отметить, что методы и средства измерения количества и качества сред применительно к нефти и нефтепродуктам начали появляться в середине 19-го века, когда уже накопился определенный опыт использования нефти, но информации об ее составе и свойствах было мало. Интенсивное развитие использования нефти и нефтепродуктов началось только в первой половине 20-го века с появлением различных видов транспорта, для которых требовались различные виды топлива.

Однако рост объемов производства и потребления нефти и нефтепродуктов требовал развития инструментов их учета и анализа. Это способствовало стремительному развитию методов и средств измерений, эталонов и стандартов в данной области. Но объем этой информации требует структуризации и анализа для дальнейшего быстрого и гармонического анализа новых методов и средств.

В связи с этим исторический анализ развития технических средств и технологий измерения количества и качества нефти и нефтепродуктов является актуальной задачей и может способствовать дальнейшему интенсивному развитию технологий учетных операций в России и в мире.

Степень разработанности темы

За предыдущие годы накоплен большой опыт в области изучения исторических этапов развития методов и средств измерения расхода жидкости, и активная систематизация знаний в этом направлении велась с 1950-х годов. Вопросами развития отдельных методов и средств и изучением их исторических аспектов занимались такие ученые, как П.А. Абдулаев, Р.А., Акопян, Т.М. Алиев, М.С. Анохин, И.Р. Байков, Б.С. Брагин, Г.Н. Бобровников, А.И. Буланов, А. И. Владимирский, М.М. Гареев, Х.Н. Гилес, М.Я. Гинзбург, А.Г. Годнев, Ф.А. Давлетьяров, Н.В. Давыдов, Л.А. Зайцев, Е.А. Золотухин, Е.И. Зоря, Ф.М. Кантор, А.И. Ключников, В.Г. Коваленко, М. Краниц, В.А. Кратиров, В.Н. Кузнецов, М.А. Кузьменко, С.Г. Кюрегян, Ю.В. Ливанов, П.И. Лукманов, М.В. Лурье, М.С. Немиров, А.М. Несговоров, В.Ф. Новоселов, М.А. Слепян, Н.Н. Страмцов, А.А. Тер-Хачатуров, А.Ш. Фатхутдинов, Ю.А. Фролов, Д.В. Цагарели, Л.Г. Яковлев и др.

Однако последние несколько десятилетий развивались и внедрялись новые методы и средства измерения количества и качества нефти и нефтепродуктов, которые основывались на новых принципах и физических эффектах, что привело к накоплению большого объема несистематизированной исторической информации. В частности, получили широкое практическое внедрение в магистральном трубопроводном транспорте и начали активно

совершенствоваться узлы учета нефти и системы измерения количества и качества нефти, в которых используются современные динамические методы измерения. Но предпосылки их создания ранее не исследовались и не обобщались.

Поэтому результаты работы автора в области анализа становления и развития динамических методов и средств измерения количества и качества нефти и нефтепродуктов являются новыми.

Соответствие паспорту заявленной специальности

Тема диссертационной работы и содержание исследований соответствуют пункту 1 «Исторический анализ становления и развития науки и техники», пункту 6 «История исследований и открытий в конкретных областях научного знания» и пункту 8 «Обобщение историко-научного и историко-технического материала с целью воссоздания целостной картины становления и развития отдельных наук и отраслей научного знания, отдельных направлений развития техники и технологии» паспорта специальности 5.6.6. История науки и техники.

Цель диссертационной работы

На основании исторического анализа развития динамических методов и средств измерения количества и качества нефти и нефтепродуктов предложить новые методы реализации оперативного контроля показателей качества углеводородного топлива.

В соответствии с целью исследования были поставлены следующие **основные задачи исследований**:

- установить предпосылки создания и внедрения динамических методов и средств измерения количества нефти и нефтепродуктов начиная с древних времен и до наших дней;
- провести анализ исторических особенностей становления и развития методов и средств измерения качества нефти и нефтепродуктов;
- проанализировать становление и развитие методов контроля наличия воды в углеводородном топливе;
- разработать метод оперативного контроля предельной концентрации воды в потоке дизельного топлива.

Научная новизна

1. Впервые обобщены и систематизированы исторические материалы о становлении и развитии динамических методов и средств измерения количества нефти и нефтепродуктов, начиная с древних времен и до наших дней.
2. Представлена историко-техническая картина становления и развития методов и средств измерения качества нефти и нефтепродуктов.
3. Предложен метод сигнализации наличия предельно допустимой концентрации воды в дизельном топливе на основе измерения его прозрачности в режиме реального времени, а также алгоритм обработки данных с помощью риск-ориентированного подхода.

Теоретическая значимость

Теоретическая значимость диссертационной работы заключается в дополнении имеющихся теоретических представлений о становлении и развитии методов и средств измерения количества нефти и нефтепродуктов.

На основе собранного и исследованного материала воссоздана целостная историческая картина развития теории и средств измерения качества нефти и нефтепродуктов.

Практическая значимость работы

Материалы работы могут быть использованы при совершенствовании технологий, методов и средств измерения количества и качества нефти.

Предложен алгоритм определения пороговых значений срабатывания электроники при определении предельно допустимой концентрации воды в дизельном топливе на основе измерения его прозрачности в режиме реального времени.

Материалы диссертации внедрены в учебный процесс ФГБОУ ВО «Уфимский государственный нефтяной технический университет» в учебных пособиях «Анализ развития методов и средств измерения расхода нефти и нефтепродуктов» и «Анализ развития методов и средств измерения качества нефти и нефтепродуктов» и используются при преподавании дисциплины «История науки и техники» для аспирантов очной и заочной формы обучения.

Методология и методы научного исследования

Решение поставленных задач производилось в соответствии с общепринятой методикой выполнения научных исследований, включающей обобщение и анализ предшествующих исследований, разработку рабочих гипотез и концепций, аналитические исследования. Поставленные в данной работе цели и задачи достигались на основе изучения широкого спектра архивных, печатных и электронных источников. Теоретические исследования включали в себя научный анализ и обобщение современной теории и практики проектирования и использования методов и средств измерения количества и качества нефти и нефтепродуктов.

Положения, выносимые на защиту

- историко-технический анализ становления и развития динамических методов и средств измерения количества нефти и нефтепродуктов, начиная с древних времен и до наших дней;
- историко-технический анализ становления и развития методов и средств измерения качества нефти и нефтепродуктов;
- анализ становления и развития методов контроля наличия воды в углеводородном топливе;
- результаты экспериментальных исследований по определению предельно допустимой концентрации воды в дизельном топливе на основе измерения его прозрачности и алгоритм обработки данных с использованием риск-ориентированного подхода.

Степень достоверности и апробация результатов

Достоверность результатов работы подтверждена результатами экспериментальных исследований, проведенных по общепринятым методикам.

Основные положения диссертационной работы докладывались и обсуждались на следующих конференциях: Международная учебно-научно-практическая конференция «Трубопроводный транспорт» (г. Уфа, 2021, 2022, 2023 гг.), 73-я, 74-я научно-техническая конференция студентов, аспирантов и молодых ученых УГНТУ (г. Уфа, 2022, 2023 гг.), IV Международная научно-техническая конференция молодых ученых «Транспорт и хранение углеводородов» (г. Омск, 2023 г.), II Всероссийская научная конференция «Транспорт и хранение углеводородов–2023» (г. Санкт-Петербург, 2023 г.).

Публикации

Основные результаты диссертационной работы опубликованы в 16 научных трудах, в том числе: 9 научных статей, из них 6 опубликованы в ведущих рецензируемых научных журналах, включенных в перечень ВАК при Министерстве науки и высшего образования РФ; 7 работ в материалах международных, всероссийских конференций и в сборниках научных трудов.

Структура и объем работы. Диссертационная работа состоит из введения, 4 глав, заключения, списка литературы из 224 наименований; изложена на 135 страницах машинописного текста и содержит 66 рисунков и 5 таблиц.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы цель и основные задачи исследования, отражена научная новизна и практическая ценность работы.

В первой главе проведен анализ развития методов и средств измерения расхода жидкости.

Знания о течении воды начали интенсивно развиваться с 16-го века благодаря выдающимся ученым. Так, Е. Торричелли (1608–1647) в 1641 г. сформулировал закон истечения воды из отверстия в открытом сосуде и получил формулу для определения скорости потока, названную впоследствии его именем. Это исследование послужило основой фундамента гидравлики, построение которого сто лет спустя завершил Даниил Бернулли.

Д. Гульельмини (1655–1710) изучал течение воды в реках и изобрел расходомер для измерения речных потоков на основе шара, подвешенного на нити и опущенного в реку.

Э. Мариотт (1620–1684) издал статью под названием «Работа о движении воды и других жидких тел», которая была опубликована в Париже в 1686 году.

Д. Бернулли (1700–1782) широко известен благодаря закону, опубликованному им в 1738 году, и получившему его имя.

До начала XVIII века прогресс в измерении расхода был в основном теоретическим, но в 1732 году А. Пито (1695-1771) предложил эскиз устройства для измерения скорости воды и скорости движения судов, а Г. Дарси (1803-1858), воплотил его в жизнь в 1848 году. Данное устройство сегодня известно как трубка Пито.

Другое устройство для измерения расхода изобрел Р. Вольтман (1757–1837) из Гамбурга в 1790 году. Оно представляло собой многолопастный вентилятор для измерения речных потоков. Это был родоначальник семейства измерительных приборов и турбинных счетчиков, некоторые из которых до сих пор носят его имя (Рисунки 1, 2).

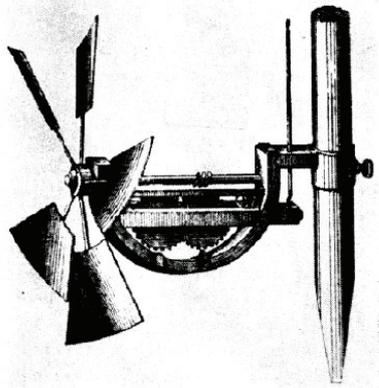


Рисунок 1 – Расходомер Вольмана (1790 г.)



Рисунок 2 – Современная интерпретация расходомера Вольмана – турбинного расходомера

Д. Б. Вентури (1746–1822) в 1797 году написал труд «Экспериментальные исследования принципа латеральной связи движения в жидкостях, применимые к объяснению различных гидравлических явлений», в котором был предложен закон, ныне известный под его именем. Эффект Вентури является следствием действия закона Бернулли и заключается в падении давления, когда поток жидкости или газа протекает через суженную часть трубы.

К. Навье (1785–1836) объединил существовавшие на тот момент теорию и практику гидродинамики. В 1823 году он разработал систему уравнений для несжимаемой жидкости, включающий оператор, связанный с вязкостью.

Ж. Пуазейль (1799–1869) в 1840–1841 гг. экспериментально установил закон истечения жидкости через тонкую цилиндрическую трубку, который впервые был сформулирован в 1839 году Г. Хагеном. Впоследствии данный тип ламинарного течения стал называться его именем. Именем Пуазейля в 1913 году названа единица динамической вязкости (пуаз).

Д. Г. Стокс изучал вязкость жидкости, и в честь его была названа единица кинематической вязкости. Исследования Стокса по движению жидкостей, выполненные в 1845 году, позволили дополнить работы Навье, что привело к созданию уравнения, названного именем этих ученых – уравнения Навье-Стокса.

В XIX веке темпы развития теории измерения расхода и средств измерений значительно ускорились.

В целом, коммерческие конструкции счетчиков воды можно проследить примерно с 1820 года. В период с 1820 по 1850 год было выдано около 13 патентов, описывающих конструкции счетчиков воды. С 1850 по 1855 год был зарегистрирован еще 61 патент.

Один из самых ранних объемных расходомеров объемного типа с использованием поршней был разработан Т. Кеннеди в 1824 году и имел один поршень (Рисунок 3).

Хорошо известный современный бытовой счетчик воды объемного типа использует принцип вращения диска. История этих расходомеров начинается с 1830 года, когда Э. и Дж. Дакейн получили патент на гидравлический насос-двигатель, работающий по тому же принципу (Рисунок 4).

Считается, что первый объемный счетчик для воды создал Г. Росситер Вортингтон (1817–1880) в 1850 году, их коммерческое производство началось в 1855 году на базе его компании Worthington Pump Co (Рисунок 5).



Рисунок 3 – Расходомер Томаса Кеннеди (1824)

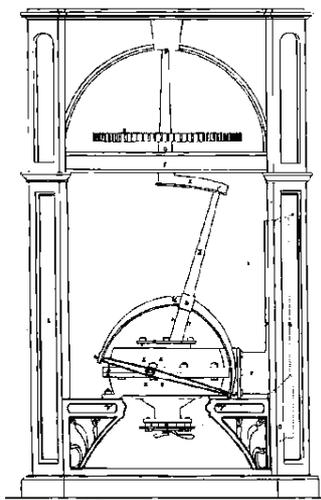


Рисунок 4 – Дискосовый расходомер (1830)

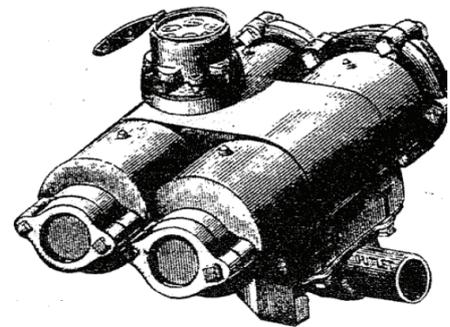


Рисунок 5 – Расходомер Вортингтон (1850)

В 1856 году первый патент на счетчик воды был выдан У. Сьюэллу. Серийное производство счетчиков воды началось одновременно в США и Европе в начале 1870-х годов.

Другая важная с исторической точки зрения разработка – это расходомер К. В. Сименса, представленный в 1850 году. Расходомер являлся двухроторным турбинным счетчиком, использующим принцип работы, идентичный современным конструкциям.

Примерно в 1850-х годах был период больших инноваций в конструкциях расходомеров, тогда было изобретено множество объемных и турбинных расходомеров. Примечательно, что в период 1850-1900 годов было выдано большое количество патентов на изобретения, касающиеся измерения расхода жидкости, чем на любую другую сопоставимую отдельную область техники.

О. Рейнольдс (1842–1912) оказал значительное влияние на развитие гидравлики и средств измерения расхода. Его именем названо безразмерное выражение, описывающее режимы течения. В 1883 году он опубликовал работу, описывающую параметры, ответственные за обтекание, переходный и турбулентный поток.

К. Гершель (1742–1830) продолжил исследования Вентури в практическом ключе. В 1888 г. он представил прибор, известный ныне как счетчик Вентури. Гершель назвал прибор именно в честь Вентури, чтобы подчеркнуть его вклад в развитие теории измерений.

К началу XX века наука о движении жидкости была уже достаточно хорошо развита, и в продаже имелось множество типов расходомеров: трубки Вентури, трубки Пито, расходомеры объемного типа, турбинные расходомеры и т.д. Но при этом эффективность расходомеров была невысока без точных средств измерения сигнала и/или интегрирующего механизма.

В первой половине XX века основными направлениями развития были следующие: разработка первичных преобразователей, усовершенствование конструкций, внедрение расходомеров для различных сфер применения, расширение теоретических знаний о динамике жидкости, стандартизация.

Перед разработчиками приборов в первые годы XX века стояли следующие проблемы: расход изменялся прямо пропорционально квадратному корню разности давлений, что усложняло преобразования; определение суммарного расхода; компенсация влияний давления и температуры; габаритные размеры и стоимость.

В период 1900–1950 годов происходило умеренное усовершенствование механической конструкции приемных приборов, однако к концу этого периода точность расходомера все еще находилась в районе 1-2%, несмотря на то, что приборы стали меньше, дешевле и могли решать более широкий спектр задач по измерению расхода.

Начиная с 1950-х годов начали появляться новые технологии и материалы, которые использовались, в том числе, и при измерении расхода. Также появились новые фундаментальные исследования в области динамики жидкости. Дополнительным импульсом стало внедрение микропроцессорной электроники. В совокупности это сильно стимулировало развитие новых методов и средств измерения расхода.

Для различных отраслей промышленности актуально определять массовый расход, в связи с чем было предпринято много попыток разработать массовый турбинный расходомер. Одна из первых попыток была предпринята компанией Potter Aeronautical Company в 1959 году, когда она запатентовала двухроторную турбину, в которой два ротора с лопастями были упруго соединены друг с другом, но сконструированную таким образом, что один ротор при вращении имел сдвиг относительно другого (Рисунок 6). Х. Е. Далл в 1951 году предложил конструктивную вариацию трубки Вентури из двух конических редукторов без горловины, получившую название Трубка Далла (Рисунок 7). Она была дешевле в изготовлении, легче и компактнее, и вскоре получила широкое распространение.

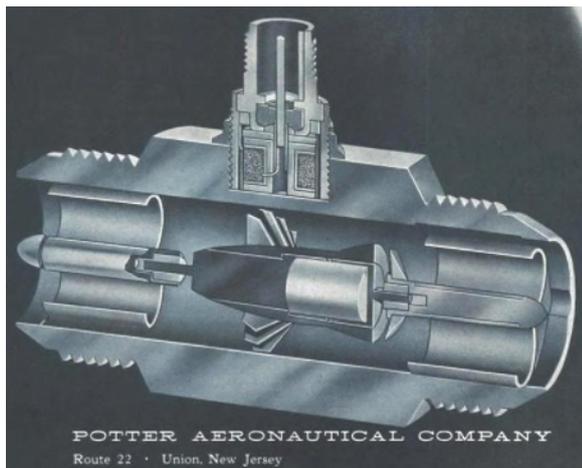


Рисунок 6 – Расходомер «Pottermeter» Д. Поттера (1959 г.)

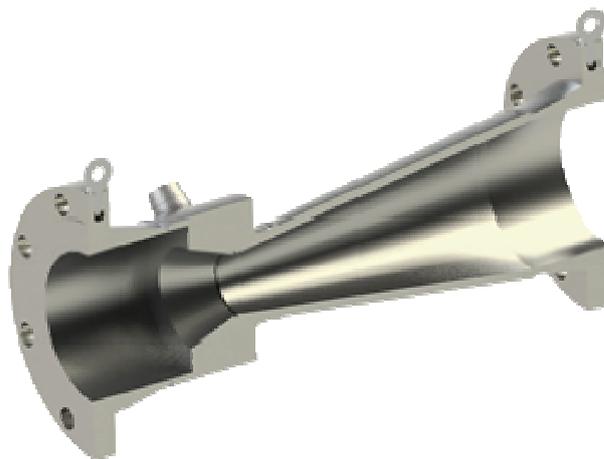


Рисунок 7 – Расходомер с трубкой Х.Е. Далла

Другие вариации трубки Вентури были разработаны в 1950–1960-е годы, например клиновой расходомер (Рисунок 8), предложенный фирмой Taylor Instrument Company в 1965 году, а также расходомер с V-образным конусом (Рисунок 9), представленный компанией Ametec в октябре 1985 года.



Рисунок 8 – Клиновой расходомер

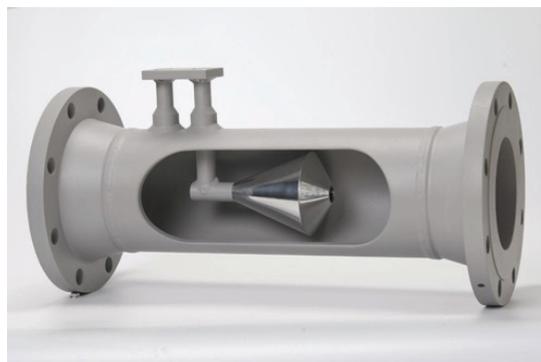


Рисунок 9 – Расходомер с V-образным конусом

В целом стоит отметить, что в течение XX века произошло значительное развитие как теории, так и практических средств для измерения расхода жидкости. Особенность развития измерения расхода жидкости по сравнению с другими техническими направлениями заключается в том, что теоретические достижения в этой области почти сразу же получали свое практическое воплощение.

Стоит отметить, что в системе магистрального трубопроводного транспорта нефти России до 1975 г. применялся учет нефти и нефтепродуктов статическим методом (измерением уровня взлива в резервуаре). Затем начался переход на учет количества нефти и нефтепродуктов динамическими методами. Стали устанавливаться узлы учета нефти, оснащенные измерительными

линиями с турбинными преобразователями расхода и блоками контроля качества нефти. Практически к 1982 г. переход на товарно-коммерческие операции при приеме и сдаче нефти с помощью узлов учета нефти был завершен.

В настоящее время на практике получили распространение турбинные и ультразвуковые расходомеры для измерения количества нефти в потоке, поскольку они сочетают между собой оптимальное соотношение между погрешностью измерений, компактностью и стоимостью.

Однако повышается актуальность усовершенствования и существующих методов и средств, поскольку в нефтегазовой отрасли встает задача повышения точности измерений учетных операций.

Во второй главе проведен анализ развития методов и средств измерения качества нефти и нефтепродуктов.

В 1840-х годах А. Геснер (1797–1864) начал экспериментировать с углеводородами. Он разработал метод извлечения нефти и газа из битуминозных веществ, однако из одной тонны битума смог получить только 190 л нефти, что делало процесс извлечения очень дорогим. Перенеся свои эксперименты с битума на альбертит, он обнаружил, что горящий жир, извлеченный из вещества, дает более яркое и чистое пламя по сравнению с лампами, использующими китовый или угольный жир. В 1846 г. он впервые публично продемонстрировал приготовление и использование нового лампового топлива - керосина.

В 1833 году Б. Силлиман-старший (1779–1864) провел исследование, которое можно считать одним из первых работ в области изучения свойств нефти и анализа результатов ее перегонки.

В 1854 году профессор Б. Силлиман-младший (1816–1885) представил анализ нефти, которой позволил убедить общественность в полезности каменного масла как источника сырья, превосходящего китовый и каменноугольный жир в качестве осветительного средства.

Стоит отметить, что на территории Российской Империи уровень исследований был сопоставим с зарубежным, и отечественные ученые имели хорошее представление о работах иностранных коллег. При этом терминология сформировалась не сразу, и использовались следующие термины: горное масло, нефтяное масло, нефть, горная смола.

На Западе в середине XIX началась «Нефтяная лихорадка», которая сильно стимулировала исследования состава и свойств нефти.

Начиная с середины 1860-х годов С. М. Уоррен первый выполнил ряд работ, связанных с выделением и определением характеристик соединений из нефти и каменноугольной смолы (Рисунок 10).

В 1885 г С. Ф. Пекхам (1839–1918) написал подробную монографию, которая стала самым полным трактатом по технологии добычи нефти, опубликованным в то время. Пекхам на анализе различных трудов смог установить, что нефть состоит из углерода и водорода, а также в некоторых случаях из незначительной доли азота, серы и кислорода. На то время это было значительным шагом в понимании химии нефти. Он также включил обширную

библиографию по битуму и смежным темам, охватывающую период с 450 г. до н.э. по 1882 г. Хотя она не была исчерпывающей, это была самая полная библиография, составленная к тому времени, которая даже в настоящее время является бесценным источником информации.

В период с 1883 по 1911 годы Ч. Ф. Мейбери и его коллеги опубликовали более 60 работ по разделению и выявлению соединений, присутствующих в нефти, и определению ее состава. Мейбери впервые предложил проведение фракционного разделения нефти при пониженном давлении. Таким образом, с помощью вакуумной дистилляции он смог получить более высококипящие фракции без крекинга.

В 1867 году К.М. Уоррен опубликовал первую из нескольких статей, в которой описал использование «змеевика» (конденсатора) для повышения эффективности разделения (Рисунок 11). Недостатками «змеевика» была его длина, которая могла достигать 10 футов, и то, что температуру бани, в которую он был погружен, необходимо было повышать по мере увеличения температуры кипения перегоняемой жидкости.

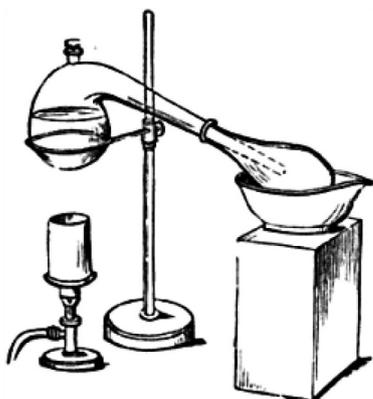


Рисунок 10 – Реторта с трубкой и приемником, применяемая Бенджамином Силлиманом-младшим

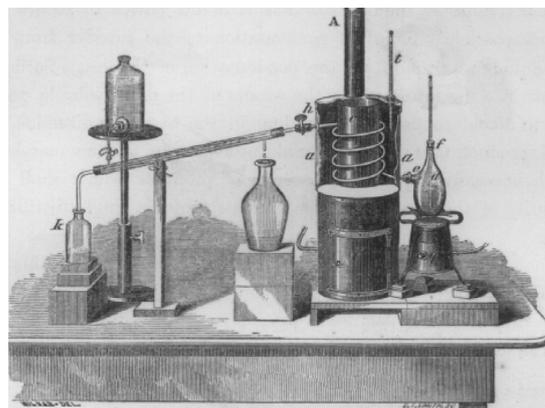


Рисунок 11 – Перегонный аппарат Уоррена

В 1881 году К. Энглер разработал метод перегонки с использованием формы аппарата, изображенного на Рисунке 12, для быстрого определения выходного объема нефти. Данный способ требовал большой объем пробы – 29,5 л. Дж. М. Сандерс разработал новый аппарат с меньшим объемом пробы (Рисунок 13). Впоследствии немецкий химик Л. Уббекохле, также известный как изобретатель капиллярного вискозиметра, модифицировал метод Энглера. В его модификации перегоняется 100 мл, но нагревание ведется непрерывно.

Метод перегонки Энглера имеет низкую эффективность разделения, и к началу XX-го века начали использовать различные конфигурации насадок и дефлегматоров. В 1899 году С. Янг представил подробный анализ некоторых из них и установил, что из всех возможных форм обычная вертикальная насадка, как в аппарате Энглера, является наименее эффективной.

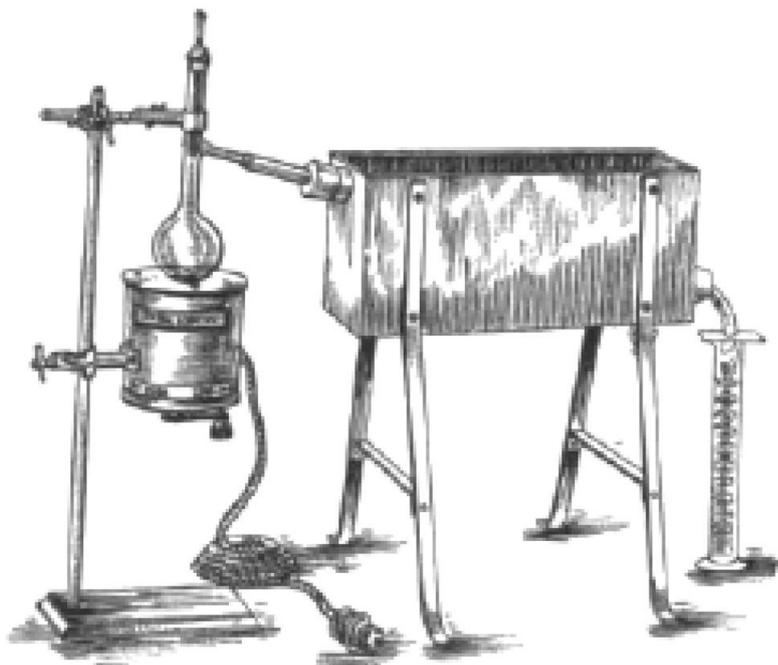


Рисунок 12 – Перегонный аппарат Энглера (приблизительно 1914 г.).

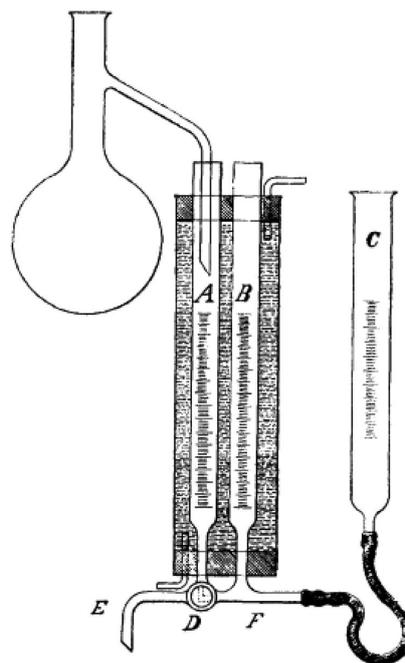


Рисунок 13 – Перегонный аппарат Сандерса

В 1914 г. произошло снижение цен на нефть, добываемую на нефтяном месторождении Ардмор в штате Оклахома, компанией Магнолия Пайп Лайн, что спровоцировало за собой расследование, инициированное Сенатом США. Во время расследования было задействовано семнадцать различных конфигураций, от простой реторты до сложных стержневых, дисковых и многоколбовых форм (Рисунок 14). Было установлено, что отсутствует единый признанный метод для определения фракционного состава нефти, и каждый метод использовался в зависимости от удобства в каждом конкретном случае.

В 1927 году был выпущен стандарт ASTM D285-27T о дистилляции нефти, основанный на процедуре атмосферной перегонки Горного бюро США. Стандарт представлял собой быстрый и удобный метод определения приблизительного содержания нефти в нефти и характеристик ее перегонки. Метод был выведен из употребления без замены в 1985 году.

Метод вакуумной перегонки был впервые одобрен Американским обществом по испытанию материалов в 1951 году. Соответствующий стандарт ASTM D1160-51T был непосредственно разработан для перегонки высококипящих нефтепродуктов без термического разложения. Метод применим к продуктам, которые могут быть частично или полностью испарены при максимальной температуре жидкости 400°C при абсолютном давлении до 1 мм рт. ст. и которые могут быть сконденсированы в виде жидкости при испытательном давлении.

В 1970 году был утверждён стандарт ASTM D2892-70T, представлявший собой значительно усовершенствованный метод по сравнению с другими методами перегонки, применявшимися в то время. Этот метод описывает

процедуры перегонки нефти (давление паров по Рейду менее 82,7 кПа), и рассчитан на объем от 0,5 до 30 л. Метод позволяет получать фракции до температуры 400°C.

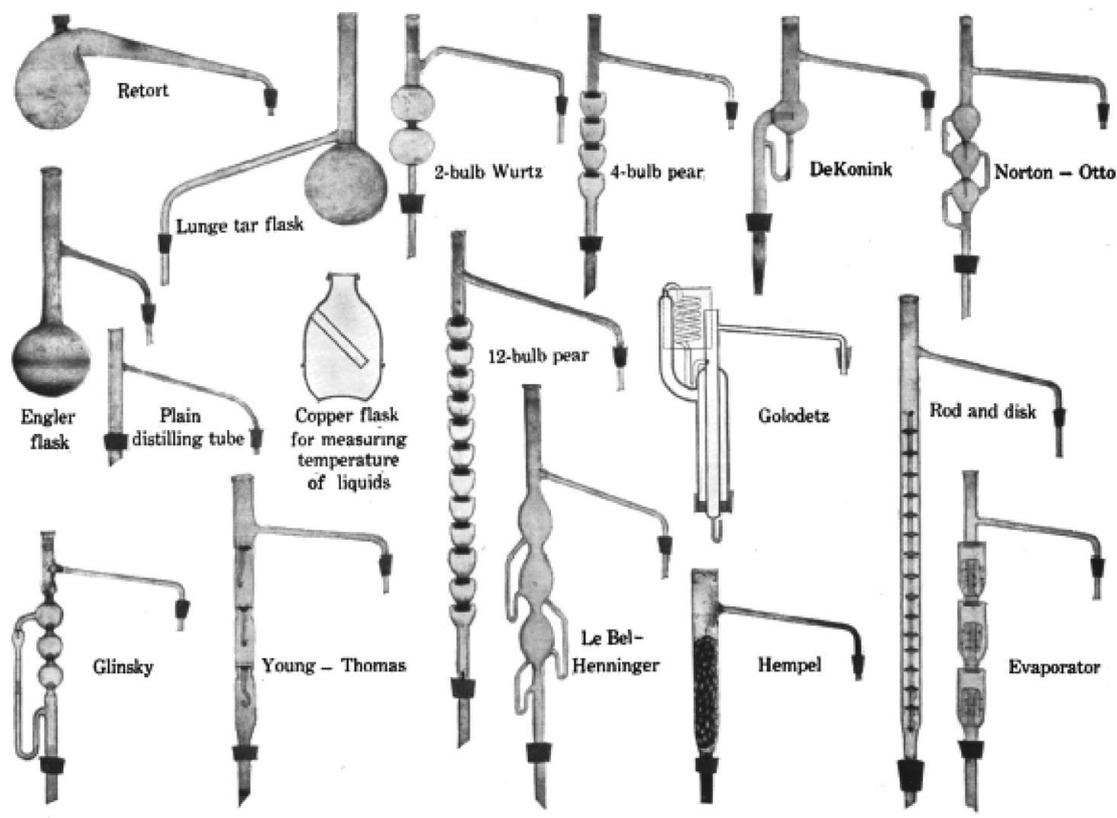


Рисунок 14 – Дефлегматоры начала XX века

Еще один значительный прорыв в методологии определения компонентного состава нефти произошел в 1992 году, когда вышел стандарт ASTM D5236-92 о дистилляции тяжелых углеводородных смесей, имеющих начальные точки кипения выше 150 °С, вакуумным методом.

В настоящее время практика учетных операций в трубопроводном транспорте нефти пришла к использованию единых Систем измерений количества и качества нефти. При этом их задачей является определение массового расхода нефти, а также определение показателей качества нефти, таких как плотность, вязкость, влагосодержание, давление и температура.

В качестве их недостатка можно отметить, что определение показателей качества нефти хоть и происходит в автоматизированном режиме, но точность заметно меньше по сравнению с лабораторными методами анализа. Соответственно, одним из направлений развития динамических методов измерений качества нефти и нефтепродуктов в трубопроводном транспорте является снижение их погрешности.

В третьей главе проведен анализ методов контроля наличия воды в углеводородном топливе.

По состоянию на 1873 год на Нью-Йоркской товарной бирже уже были установлены требования по содержанию воды в нефти, согласно которым

нефть не должна содержать ни воды, ни осадочных отложений, ни каких-либо примесей, но метод проведения испытаний указан не был. Однако, Транспортная компания Западной Вирджинии (трубопроводная компания, действовавшая в Западной Вирджинии и части штата Огайо) разработала собственные инструкции по определению содержания воды и отложений в нефти, которую она перерабатывала.

В 1906 году Дж. А. Хикс предложил два способа оценки содержания воды. Один из методов следующий: нефть, теряющую незначительную долю летучих компонентов при нагревании до 110 °С, можно оценить по содержанию воды, взвесив 25 граммов в стеклянной посуде, доведя до указанной температуры на песчаной бане и непрерывно помешивая термометром, до прекращения образования пузырьков пара. Затем образцу дают остыть и снова взвешивают, а потеря веса в граммах, умноженная на четыре, представляет собой процентное содержание воды. Согласно Дж. А. Хиксу, для нефтей с более летучими компонентами вода лучше всего определяется по оседанию в колбе Сазерленда (Рисунок 15).

В публикации И.С. Аллена 1912 года были описаны и оценены десять методов определения воды в нефти и ее продуктах. Из них наиболее надежными и применимыми к нефти он счел: разведение растворителем и разделение под действием силы тяжести или с помощью центрифуги; перегонку с несмешивающейся жидкостью; прямую перегонку воды.

В.А. Хеймор и Ф.В. Паджетт предложили процедуру дистилляции, аналогичную описанной И.К. Алленом и У.А. Джейкобсом. В качестве приемника они использовали масляный цилиндр Грейфа, градуированный в кубических сантиметрах (Рисунок 16). Они отмечали, что некоторые плохо эмульгированные тяжелые сорта нефти перегоняются с большим трудом, и в таких случаях рекомендуется разбавлять нефть растворителем – бензином, бензолом, толуолом или их смесью – до начала перегонки.

В 1920 году Э.В. Дин и Д.Д. Старк представили свой метод (Рисунок 17), который в модифицированном виде в настоящее время широко используется для определения воды в нефти путем дистилляции. Данный метод имел значительное преимущество перед большинством других методов, использовавшихся в то время, по причине чего он получил широкое распространение. Тем не менее, как отмечали И.К. Аллен и У.А. Джейкобс, его результаты могут быть ошибочно низкими из-за того, что капли воды задерживаются в конденсаторе. Кроме того, при очень низком содержании воды метод может выдавать ощутимые процентные ошибки. Как правило, результаты получаются заниженными и могут быть обусловлены незначительными потерями водяного пара через конденсатор.

В монографии 1926 года Д.Б. Доу изложил новейшие на тот момент представления о наличии воды и донных отложений в нефти. Помимо методов центрифугирования и дистилляции, Д.Б. Доу описал качественный «тест со стеклом», согласно которому кусок стекла погружается в тестируемый нефтепродукт, далее одну сторону протирают ватой и подставляют стекло к свету, чтобы масло стекало по поверхности тонкой пленкой. Свободная вода

свету, чтобы масло стекало по поверхности тонкой пленкой. Свободная вода будет выглядеть в виде относительно крупных капель, в то время как эмульгированная вода настолько мелко разделена, что придает нефти мутный вид. Не содержащая воды нефть прозрачна и не имеет следов помутнения. Метод был лучшим решением для своего времени при необходимости проведения измерений в кратчайшие сроки.



Рисунок 15– Колба Сазерленда для определения содержания воды

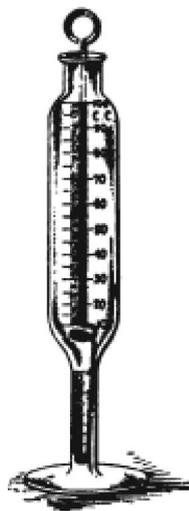


Рисунок 16– Масляный цилиндр Грейфа

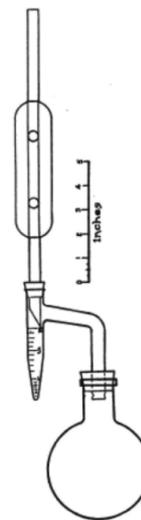


Рисунок 17 – Аппарат Дина-Старка для определения содержания воды

К 1928 году Американское общество по испытанию материалов (ASTM) утвердило два метода определения воды в нефти. Первым из них, первоначально представленный в 1921 году, был ASTM D95-13e1 «Метод определения воды в нефтепродуктах и других битумных материалах» аналогичный методу Дина и Старка. В этом методе образец дистиллируется при нагревании с обратным холодильником с несмешивающимся с водой растворителем, который дистиллируется вместе с водой в образце. Конденсированный растворитель и вода непрерывно разделяются в приемнике-ловушке, вода оседает в градуированной части ловушки, а растворитель возвращается в холодильник. Метод подходил для различных материалов, но был наиболее применим для нефти, мазута, дорожных битумов, каменноугольной смолы, водогазовой смолы, коксовой смолы и других нефтепродуктов или битумных материалов. Второй метод ASTM D96 «Метод определения воды и осадочных отложений в нефтепродуктах с помощью центрифуги», также первоначально представленный в 1921 году, предназначался для минеральных масел и мазута. Он обладал низкой точностью, поскольку полученное содержание воды почти всегда было ниже фактического. Также показания центрифужной трубки включали как осадок, так и осажденную воду.

За годы, прошедшие с момента их первого утверждения, эти два метода претерпели многочисленные переработки и несколько изменений в названиях, но в основном они остались неизменными в своих областях применения, аппаратуре и технологических этапах.

Началом государственной метрологической службы в России можно считать 13(1) января 1845 г., когда было введено «Положение о весах и мерах». В нем были определены пути обеспечения единства мер, узаконена единая русская система единиц, введен государственный надзор за употреблением достоверностью мер и весов. Важным этапом в развитии русской метрологии являлось присоединение России к Метрической конвенции в 1875 г. и получение от Международного бюро мер и весов в качестве национальных эталонов двух платино-иридиевых метров и килограмма, поверенных по международным прототипам. В 1892 г. хранителем Депо образцовых мер и весов был назначен Д.И. Менделеев, который в 1893 г. преобразовал Депо в Главную палату меры весов. Палата стала первым в России научно-исследовательским метрологическим учреждением. С приходом Д.И. Менделеева в метрологию началось ее формирование как научной дисциплины.

История развития эталонов для средств измерений влагосодержания нефти и нефтепродуктов в России началась с создания научно-исследовательской лаборатории мер и весов в 1917 году. В 1925 году была создана лаборатория измерения влажности нефти, в которой проводилась калибровка влагомеров и создание эталонов. В период с 1930 по 1950 годы были созданы эталоны влагосодержания нефти, смесей нефти с водой и нефтепродуктов на основе методов дистилляции, фракционирования, газовой хроматографии. В 1951 году был создан Государственный эталон единицы объемного содержания воды в нефтепродуктах на основе метода вытеснения газа.

В 1958 году была создана лаборатория мер и весов, в которой проводилась калибровка измерительных приборов и создание эталонов. В 1964 году был создан эталон объемного содержания воды в нефти на основе метода гравиметрического анализа.

С 1976 года в России был действующим ГОСТ 8.190-76, который описывал государственный специальный эталон и общесоюзную поверочную схему для измерения объемного влагосодержания нефти и нефтепродуктов. Государственный специальный эталон (Рисунок 18) включал в себя несколько средств измерения, таких как систему глубокой осушки нефти, измерительную систему для контроля осушки и оценки остаточной влажности, систему и средства дозирования воды и осушенной нефти, а также устройство для диспергирования воды в нефти.

Для удостоверения точности измерений и подтверждения их метрологических характеристик согласно Федеральному закону №102-ФЗ необходимо гарантировать прослеживаемость единицы объемного влагосодержания от рабочего средства измерения до вышестоящего эталона. Обладая высокой точностью, диапазон измерений поточных влагомеров, установок и стендов калибровки и поверки составляет от 0 до 100%. Текущий государственный специальный эталон ГЭТ 87-75 не обеспечивает передачу

единицы объемного влагосодержания в полном диапазоне и точности воспроизведения. Утвержденная поверочная схема для средств измерений объемного влагосодержания нефти оказалась непригодной, единство измерений не гарантировалось. В связи с этим возникла потребность в обновлении поверочной схемы и совершенствовании Государственного специального эталона ГЭТ 87-75. Поэтому в 2012 г. был утвержден Приказ Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии №252 «Об утверждении Государственного первичного специального эталона единицы объемного влагосодержания нефти и нефтепродуктов» об использовании ГЭТ 87-2011 взамен ГЭТ 87-75.

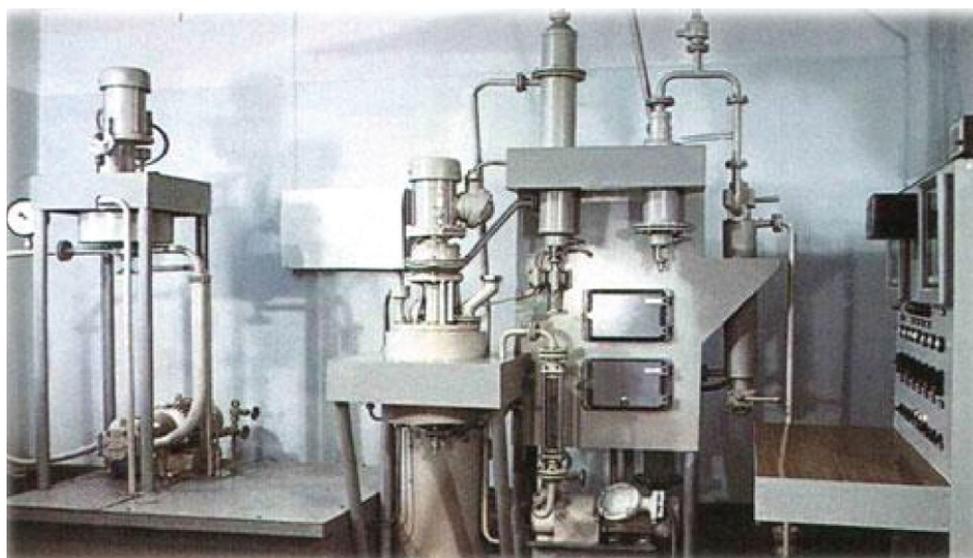


Рисунок 18 – Государственный специальный эталон единицы объемного влагосодержания нефти и нефтепродуктов ГЭТ 87-75

В настоящее время для контроля наличия воды в нефти и нефтепродуктах в лабораторных условиях получили распространения метод Карла Фишера, а также метод Дина и Старка. Для измерения влагосодержания в потоке используются поточные влагомеры, в частности СВЧ-типа.

Данные методы контроля или занимают некоторое время, или же отличаются высокой стоимостью. При отпуске нефтепродуктов потребителям, в частности дизельного топлива, крайне важно обеспечивать заданное качество, в том числе и по влагосодержанию. При этом вода может попасть в топливо случайным образом, например, из конденсата в баке или в резервуаре. Согласно ГОСТ 32511-2013 при отпуске нефтепродуктов необходимо, чтобы массовая доля воды не превышала 200 мг/кг. Так как при попадании воды в двигатель автомобиля происходит его быстрый износ и нарушение работы.

Таким образом, актуально оперативное определение наличия воды в дизельном топливе, причем осуществлять это необходимо на АЗС или в самом автомобиле. При появлении повышения содержания воды заправка автомобиля топливом должна мгновенно прекратиться с помощью отсечного клапана.

Причем точность определения в данном случае будет на втором плане, на первом – факт наличия повышенного содержания воды.

В таких условиях метод контроля должен иметь низкую стоимость реализации, и использование упомянутых ранее методов контроля влагосодержания уже нерационально.

В соответствии с этим в четвертой главе проведено развитие и разработка метода контроля наличия воды в потоке дизельного топлива, который отличается оперативностью и низкой себестоимостью. В основе метода используется изменение прозрачности жидкости. Предлагается установить источник света и фоторезистор внутри трубопровода, перекачивающего дизельное топливо, на диаметрально противоположенных точках (Рисунок 19). Наличие воды в дизельном топливе повышает его мутность, уменьшает прозрачность, что вызывает снижение сигнала на фоторезисторе. Снижение сигнала ниже определенного уровня будет говорить о недопустимой концентрации воды, и в этом случае происходит закрытие отсечного клапана. Калибровка должна выполняться для различных температур эксплуатации, и метод может работать при температурах выше температуры помутнения дизельного топлива.

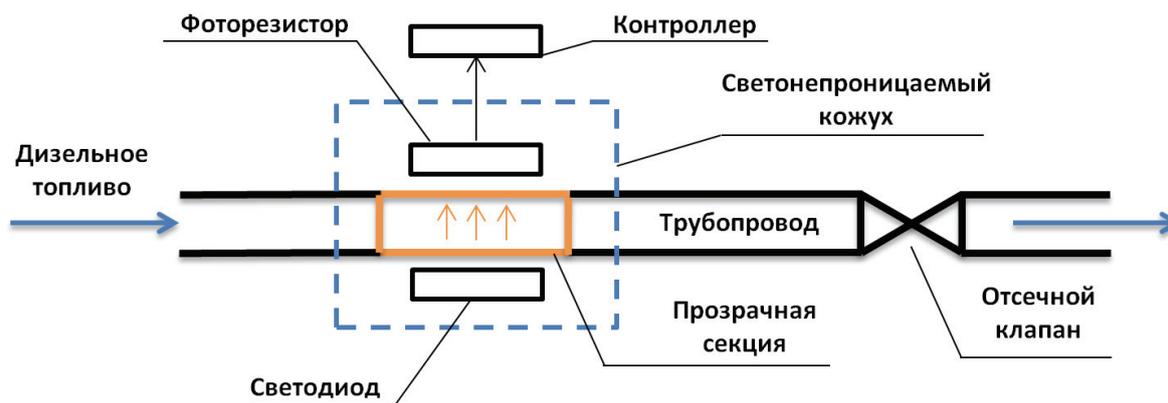


Рисунок 19 – Схема реализации предлагаемого метода контроля наличия воды в потоке дизельного топлива

Для апробации метода изготовлена экспериментальная установка, состоящая из контроллера, светодиода, фоторезистора. Концентрация воды изменялась в опыте в интервале 0,020–0,065 % с шагом 0,005%.

Для аппроксимации зависимости рассматривались линейные регрессии с 1-го по 8-й порядок и экспоненциальная зависимость. При определении оптимальной функции аппроксимации будем использовать в качестве функции потерь сумму среднеквадратичных отклонений, которая здесь будет минимизироваться, а также кросс-валидацию. Разобьем все имеющиеся измерения на 140 различных пар, состоящих из обучающей выборки размером 139 и одного тестирующего значения. Для каждой из пар подберем коэффициенты функции аппроксимации, определим функцию потерь. Далее выберем ту зависимость, для которой сумма потерь будет наименьшей. На

основе обработки экспериментальных данных определено, что оптимальным методом является использование экспоненциальной зависимости согласно следующему уравнению (Рисунок 20):

$$Y = e^{6,837-5,021x}, \quad (1)$$

где Y – показания микроконтроллера;
 x – концентрация воды в дизельном топливе, %.

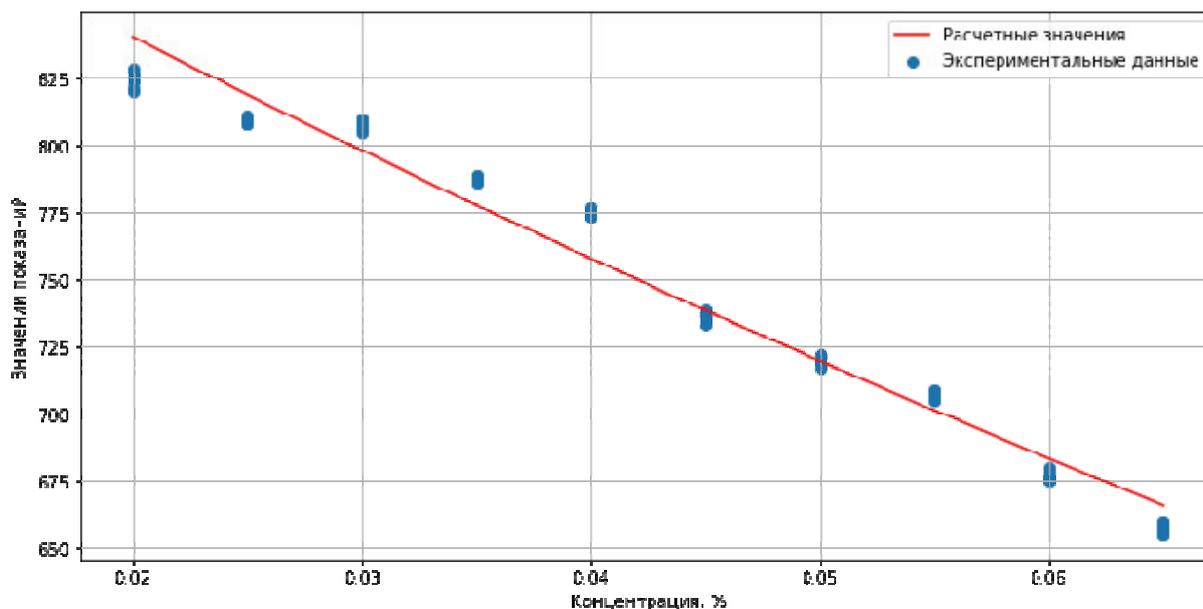


Рисунок 20 – Результаты обработки экспериментальных данных с дизельным топливом экспоненциальной зависимостью

Предлагается применение риск-ориентированного подхода. Согласно данному подходу неправильное предсказание нештатной ситуации потенциально несет за собой расходы, при этом стоит разделять цену ложной тревоги (ошибка 1-го рода) C_1 и цену пропуска нештатной ситуации (ошибка 2-го рода) C_2 . Очевидно, что цена пропуска нештатной ситуации в условии производства крайне высока, но при этом и ложная тревога приводит к определенным затратам, хоть и меньшим. Каждое предсказание верно с некоторой вероятностью α и β соответственно, и суммарно цена ошибки в общем виде определяется следующим выражением:

$$R = C_1\alpha + C_2\beta \rightarrow \min. \quad (2)$$

Очевидно, что работу прибора и метода необходимо оптимизировать таким образом, чтобы цена ошибки была минимальной. Считая, что показания прибора соответствуют нормальному закону распределения, получаем:

$$R = C_1 \int_{x_0}^{\infty} \frac{1}{\sigma_{uu} \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(x - \bar{x}_{uu})^2}{2\sigma_{uu}^2}\right) dx + C_2 \int_{-\infty}^{x_0} \frac{1}{\sigma_n \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(x - \bar{x}_n)^2}{2\sigma_n^2}\right) dx, \quad (3)$$

где \bar{x}_{uu} , \bar{x}_n , σ_{uu} , σ_n – среднее значение концентрации и среднее квадратичное отклонение концентрации воды при штатной и нештатной ситуации соответственно;

x_0 – концентрация, определенная разработанным прибором, при которой происходит сигнализация аварийной ситуации;

x – значение концентрации.

Определяя минимум функции, получаем:

$$x = \frac{(\sigma_{uu}^2 \bar{x}_n - \sigma_n^2 \bar{x}_{uu}) \pm \sqrt{(\sigma_{uu}^2 \bar{x}_n - \sigma_n^2 \bar{x}_{uu})^2 - (\sigma_{uu}^2 - \sigma_n^2) \left(\sigma_{uu}^2 \bar{x}_n^2 - \sigma_n^2 \bar{x}_{uu}^2 - 2\sigma_n^2 \sigma_{uu}^2 \ln\left(\frac{C_2 \sigma_{uu}}{C_1 \sigma_n}\right) \right)}}{(\sigma_{uu}^2 - \sigma_n^2)} \quad (4)$$

В совокупности с параметрами $\bar{x}_{uu}=0,01$; $\sigma_{uu}=0,003$; $C_2/C_1 = 100$; $\bar{x}_n=0,02$; $\sigma_n=0,000369$ получена зависимость риска от порога сигнализации (Рисунок 21).

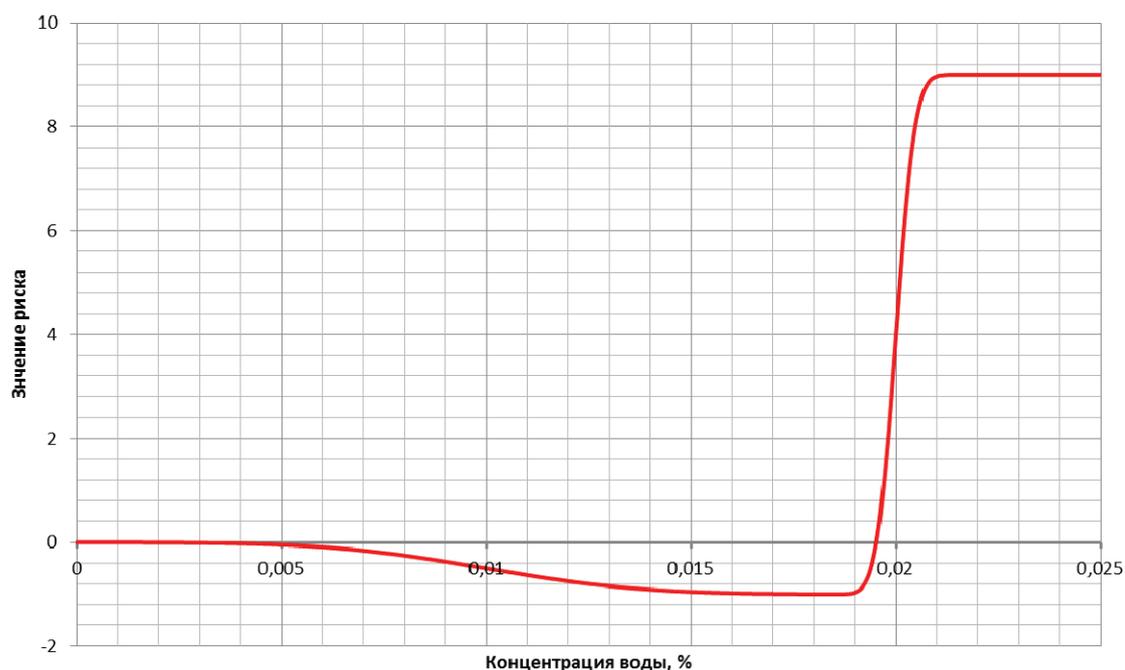


Рисунок 21 – Зависимость риска от порога сигнализации

Минимальное значение риска $R = -0,9975$ достигается при $x_0 = 0,01849\%$. Таким образом, прибор должен срабатывать при значении $Y(0,01849\%) = 849,10$ согласно формуле (1).

В этом случае вероятность ложной тревоги (ошибка 1-го рода) равна:

$$\alpha = \int_{x^0}^{\infty} \frac{1}{\sigma_{uu} \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(x - \bar{x}_{uu})^2}{2\sigma_{uu}^2}\right) dx, \quad (5)$$

Вероятность пропуска нештатной ситуации (ошибка 2-го рода) равна:

$$\beta = \int_{-\infty}^{x^0} \frac{1}{\sigma_n \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(x - \bar{x}_n)^2}{2\sigma_n^2}\right) dx, \quad (6)$$

Применяя принятые ранее значения, получаем вероятности ошибки 1-го и 2-го рода: $\alpha=0,23\%$; $\beta=0,00208\%$.

Таким образом, представлен прототип устройства для измерения прозрачности дизельного топлива, что позволит оперативно контролировать наличие воды в дизельном топливе. Например, такое устройство в силу его технической простоты можно устанавливать на топливных колонках или в автомобиле. Также предложена методическая база для интерпретации результатов экспериментальных данных и выбора порогового значения срабатывания сигнализации о наличии предельной концентрации воды в топливе.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. На основе собранного и исследованного материала воссоздана целостная историческая картина развития теории и средств измерения расхода жидкости с конца XVIII века и показано, что особенность развития средств измерения расхода жидкости по сравнению с другими техническими направлениями заключается в том, что теоретические достижения в этой области почти сразу же получали свое практическое воплощение.
2. Установлено, что в XIX веке нефтяная отрасль прошла большой путь по изучению нефти. В начале века не существовало единого понимания, что такое нефть, из чего она состоит, и, более того, не было единой терминологии. Однако к концу века уже сложилось понимание о компонентном составе, что сформировало достаточную научно-техническую базу для интенсивного изучения и распространения нефти как важнейшего энергоресурса в XX веке, и далее привело к появлению быстрых и эффективных методов определения компонентного состава нефти с высокой достоверностью.
3. Анализ развития методов и средств контроля наличия воды в нефти и нефтепродуктах показал, что с XIX века происходило непрерывное развитие средств и технологий, что вело к постоянному увеличению их точности и чувствительности. Диапазон анализируемого влагосодержания с годами расширился практически с 0 до 100 %. Но при этом сохраняется востребованность в оперативных методах определения содержания воды в топливе.

4. В развитие оперативных методов определения содержания воды в топливе предложен метод на основе риск-ориентированного подхода и алгоритм обработки данных по определению предельно допустимой концентрации воды в дизельном топливе на основе измерения его прозрачности в режиме реального времени.

Полнота изложения материалов диссертации в работах, опубликованных соискателем

Основные результаты диссертационной работы опубликованы в 16 научных трудах, в том числе:

6 статей в ведущих рецензируемых научных журналах, включенных в перечень ВАК при Министерстве науки и высшего образования РФ:

1. Севницкий, С.А. Развитие методов и средств измерения расхода жидкости с древнейших времен до XIX века / С.А. Севницкий, Ф.С. Уметбаев, Б.Н. Мастобаев, А.Р. Валеев, Г.Р. Габдинуров // История и педагогика естествознания.– 2022.– №2-3.– С.37-43.
2. Севницкий, С.А. Развитие инженерных решений при разработке средств измерения расхода в XX веке / С.А. Севницкий, Ф.С. Уметбаев, Б.Н. Мастобаев, А.Р. Валеев // История и педагогика естествознания.– 2022.– №4.– С.9-15.
3. Севницкий, С.А. Развитие исследований по изучению свойств сырой нефти в США в XIX веке / С.А. Севницкий, Ф.С. Уметбаев, Б.Н. Мастобаев, А.Р. Валеев // История и педагогика естествознания.– 2023.– №1.– С.24-29.
4. Мастобаев, Б. Н. Развитие методов определения фракционного состава нефти: исторический опыт исследований / Б.Н. Мастобаев, А.Р. Валеев, С.А. Севницкий // Наука и технологии трубопроводного транспорта нефти и нефтепродуктов.– 2023.– Т.13. №1.– С.90-96.
5. Валеев, А.Р. Разработка метода контроля наличия воды в потоке дизельного топлива на основе определения прозрачности / А.Р. Валеев, О.А. Мукминова, С.А. Севницкий, Б.Н. Мастобаев // Транспорт и хранение нефтепродуктов и углеводородного сырья.– 2023.– №1.– С.5-10.
6. Севницкий, С.А. Развитие методов оперативного контроля наличия воды в углеводородном топливе / С.А. Севницкий, А.Р. Валеев, Б.Н. Мастобаев, Р.А. Хурамшина // История и педагогика естествознания.– 2023.– №2.– С.36-40.

3 статьи в других журналах:

7. Уметбаев, Ф. С. Метрологическое обеспечение измерительных систем и измерительно-вычислительных комплексов, участвующих в коммерческом учете нефтепродуктов / Ф.С. Уметбаев, Ю.А. Фролов, С.А. Севницкий // Автоматизация, телемеханизация и связь в нефтяной промышленности.– 2011.– №4.– С.48-52.
8. Повышение метрологических характеристик автоматизированных систем налива нефтепродуктов / Ф.С. Уметбаев, Ю.А. Фролов, С.А. Севницкий, Р.Г. Шарафиев // Управление качеством в нефтегазовом комплексе.– 2011.– №2.– С.30-33.

9. Уметбаев, Ф. С. Повышение точности измерения массы нефтепродукта в магистральном нефтепродуктопроводе / Ф.С. Уметбаев, Ю.А. Фролов, С.А. Севницкий // Вестник Башкирского университета.– 2012.– Т.17, №1.– С.13-20.
7 работ в материалах международных и всероссийских конференций и в сборниках научных трудов:
10. Севницкий, С.А. История развития средств измерения расхода жидкости с древнейших времен по 19-й век / С.А. Севницкий, Ф.С. Уметбаев // Трубопроводный транспорт-2022: тез. докл. XVII Междунар. учебно-научно-практической конф.– Уфа: Изд-во УГНТУ, 2021.– С.159-160.
11. Уметбаев, Ф.С. История развития расходомеров в 20-м веке / Ф.С. Уметбаев, С.А. Севницкий // Трубопроводный транспорт-2022: тез. докл. XVII Междунар. учебно-научно-практ. конф.– Уфа: Изд-во УГНТУ, 2021.– С.172-173.
12. Севницкий, С.А. История развития средств измерения расхода жидкости в XX веке / С.А. Севницкий, Ф.С. Уметбаев // Матер. 73-й научно-техн. конф. студентов, аспирантов и молодых ученых УГНТУ.– Уфа: Изд-во УГНТУ, 2022.– Т.1.– С.281-282.
13. Севницкий, С.А. Исторический обзор первых исследований по изучению фракционного состава нефти / С.А. Севницкий, А.Р. Валеев // Трубопроводный транспорт-2022: тез. докл. XVII Междунар. учебно-научно-практической конф.– Уфа: Изд-во УГНТУ, 2022.– С. 153-155.
14. Севницкий, С.А.. Определение предельного содержания воды в потоке дизельного топлива/ С.А. Севницкий, А.Р. Валеев // Транспорт и хранение углеводородов: Тез. докл. IV Междунар. науч.-техн. конф. молодых ученых.– Омск: Изд-во ОмГТУ, 2023.– С.75-77.
15. Севницкий, С.А. Об оперативном определении предельного содержания воды в потоке дизельного топлива // Матер. 74-й научно-техн. конф. студентов, аспирантов и молодых ученых УГНТУ.– Уфа: Изд-во УГНТУ, 2023.– Т.1.– С.353.
16. Севницкий, С.А. Экспериментальные исследования по контролю наличия воды в потоке дизельного топлива на основе определения прозрачности / С.А. Севницкий, Ф.С. Уметбаев, А.Р. Валеев // Транспорт и хранение углеводородов-2023: тезисы докладов II Всерос. науч. конф.– Санкт-Петербург: Изд-во Санкт-Петербургского горного ун-та, 2023.– С.73-74.