



РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ И ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ ПОТОЧНОГО АНАЛИЗАТОРА ХЛОРООРГАНИЧЕСКИХ СОЕДИНЕНИЙ НА ОБЪЕКТАХ АО «ОРЕНБУРГНЕФТЬ»

КАСМЫНИН Дмитрий Викторович

Первый заместитель генерального директора по производству – главный инженер АО «Оренбургнефть»

Повышение актуальности определения хлорорганических соединений (ХОС) в потоке нефти связано с вступлением в действие в 2019 году регламента ТР ЕАЭС 045/20179 «О безопасности нефти, подготовленной к транспортировке и (или) использованию». В связи с этим в АО «Оренбургнефть» было принято решение о разработке и внедрении системы многоуровневого превентивного и основного контроля качества, позволяющей при обнаружении загрязнений блокировать загрязненные потоки на более ранних стадиях процессов подготовки и транспортировки нефти и устанавливать конкретные источники загрязнения.

До вступления в силу ТР ЕАЭС 045/20179 в соответствии с внутренними нормативами операторов нефтепроводов лабораторные анализы нефти на содержание ХОС проводились раз в десять дней, а анализаторы, позволяющие контролировать содержание ХОС в режиме онлайн, отсутствовали. После внедрения регламента лабораторные анализы проводятся ежедневно, однако потребность в потоковых анализаторах не потеряла актуальности, поскольку период от момента отбора и транспортировки пробы до получения результата анализа может превышать сутки. Именно это стало причиной поиска технологий для определения содержания ХОС в условиях потока.

В статье представлены результаты опытно-промышленных испытаний (ОПИ) поточного анализатора ХОС (ООО НТФ «БАКС») на объектах АО «Оренбургнефть».

В настоящее время качество товарной нефти регламентируется ГОСТ Р 51858-2002 «Нефть. Общие технические условия», согласно которым массовая доля ХОС во фракции, выкипающей до температуры 204°C, не должна превышать 6 ppm. Для подтвержде-

ния соответствия качества товарной нефти данному стандарту в аккредитованных испытательных химико-аналитических лабораториях по одному из методов, предусмотренных по ГОСТ Р 52247-2021 «Нефть. Методы определения хлорорганических соединений», проводят лабораторные исследования нефти.

Однако вступление в силу Технического регламента Евразийского экономического союза ТР ЕАЭС 045/2017 «О безопасности нефти, подготовленной к транспортировке и (или) использованию» требует от нефтяных компаний повышения оперативности и точности определения содержания ХОС.

СИСТЕМА МНОГОУРОВНЕВОГО ПРЕВЕНТИВНОГО И ОСНОВНОГО КОНТРОЛЯ КАЧЕСТВА

В 2019 году АО «Оренбургнефть» поставило перед собой ряд задач, решение которых направлено на усиление контроля качества нефти при проведении товарно-коммерческих операций по контролю содержания ХОС. В числе таких задач было внедрение на объектах дочерних обществ системы многоуровневого превентивного и основного контроля качества нефти по содержанию ХОС в соответствии с ГОСТ Р 51858-2002 и ТР ЕАЭС 045/2017.

Система многоуровневого превентивного и основного контроля качества нефти охватывает все этапы нефтегазодобычи от скважинных операций до сдачи нефти в магистральные трубопроводы. На внедрение схемы превентивного и основного контроля качества нефти в условиях АО «Оренбургнефть» ушло около трех лет. Система многоуровневого превентивного контроля подразумевает кратное увеличение числа точек отбора проб по маршруту следования скважинных флюидов до установок подготовки нефти (УПН) и пунктов сдачи.

Основная функция системы заключается в том, чтобы при обнаружении загрязнений была возможность блокировать загрязненные потоки на более ранних стадиях процессов подготовки и транспортировки нефти и устанавливать конкретные источники загрязнения. При этом в лаборатории используются методы ГОСТ 52247-2021, адаптированные под обводненную продукцию.

Наряду со временем, затрачиваемым на доставку пробы до лаборатории, на сроки получения результата исследования влияет количество стадий анализа: отгонка нефти, экстрагирование и инструментальное определение содержания ХОС. В среднем требуется 5–8 ч, а в некоторых случаях со сложной логистикой – до суток. В этом случае теряется смысл контроля, так как на некоторых участках время, затрачиваемое на продвижение жидкости до следующего объекта суще-

Рис. 1. Внешний вид установки на объекте





БАРСУКОВ
Евгений Владимирович
Начальник управления
подготовки и перекачки
нефти АО «Оренбургнефть»



ЛИПАТОВ
Максим Николаевич
Начальник отдела
подготовки нефти
АО «Оренбургнефть»



ШАХОВКИН
Олег Борисович
Руководитель
аналитического сектора
отдела новой техники
и разработок
ООО НТФ «БАКС»

ственно меньше, чем время, необходимое для получения результата исследования.

Для решения этой проблемы в АО «Оренбургнефть» был инициирован поиск технологий, направленных на быстрое получение данных о содержании ХОС в потоке жидкости.

ПОИСК НОВЫХ ТЕХНОЛОГИЙ

В 2019 году АО «Оренбургнефть» приняло решение о необходимости инициирования процедуры поиска готовых решений, направленных на обеспечение контроля качества нефти по содержанию ХОС в условиях потока. По результатам проведенного анализа рынка российского оборудования для сотрудничества было выбрано ООО НТФ «БАКС», разработавшее прототип поточного анализатора ХОС.

Принцип действия поточного анализатора ХОС основан на получении равновесной паровой фазы нефти при фиксированной температуре и атмосферном давлении с использованием специально разработанного парофазного пробоотборника и последующим измерением концентрации ХОС в полученной равновесной паровой фазе хроматографическим методом. Поточный анализатор позволяет обеспечивать контроль содержания ХОС с периодичностью раз в 20 минут.

ПРОВЕДЕНИЕ ОПИ

В 2021 году руководством АО «Оренбургнефть» и ООО НТФ «БАКС» принято решение о проведении испытаний поточного анализатора ХОС в лаборатории ООО НТФ «БАКС» в Самаре. Этот этап испытаний включал опробование, градуировку и оценку метрологических характеристик лабораторного образца поточного анализатора ХОС. В соответствии с программой испытаний сырьем для подачи на поточный анализатор ХОС были выбраны предварительно отобранные пробы нефти с УПН «Бобровская», в которые искусственно были привнесены компоненты ХОС в различных концентрациях из числа определяемых прибором.

Таблица 1. Критериев и принципов оценки эффективности работоспособности

| № | КРИТЕРИЙ | ЗНАЧЕНИЕ |
|---|---|--|
| 1 | Надежность оборудования | Безотказная работа комплекса в течение периода ОПИ в режиме 24/7 |
| 2 | Передача, хранение и обработка данных в системе верхнего уровня | Реализовано |
| 3 | Периодичность потокового измерения ХОС | Не реже 1 замера в 20 мин |
| 4 | Время выхода на режим | Не более 120 мин |
| 5 | Время отклика при изменении концентрации ХОС | Не более 40 мин (не более 2 циклов) |
| 6 | Показатель прецизионности (СКО) | Согласно Таблице 3 |
| 7 | Оценка предела детектирования | Согласно Таблице 3 |
| 8 | Определение компонентного состава ХОС | Идентификация ХОС, согласно Таблице 3 |

бранные пробы нефти с УПН «Бобровская», в которые искусственно были привнесены компоненты ХОС в различных концентрациях из числа определяемых прибором.

В результате соответствие данных, полученных анализатором ХОС, и результатов анализа пробы зараженной ХОС нефти по методу Б (ГОСТ Р 52247-2021) составило $\pm 35\%$. Итоги лабораторных испытаний признаны допустимыми для экспресс-метода анализа содержания ХОС в нефти. На основании результатов лабораторной стадии принято решение о переходе к промышленной стадии испытаний на УПН «Бобровская» АО «Оренбургнефть».

Таблица 2. Результаты эксплуатационных ОПИ (этап 1)

| Показатели | Концентрация, ppm (дата испытаний) | | | | | | | | | | |
|--|------------------------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|------------------------|------------------------|--------------------------|--------------------------|
| | 2 (15.12. 2021) | 2 (25.01. 2022) | 4 (04.12. 2021) | 4 (23.12. 2021) | 4 (24.01. 2022) | 6 (09.12. 2021) | 6 (27.01. 2022) | 17 (22.12. 2021) | 17 (26.01. 2022) | 17,7 (09.12. 2021) | 20,8 (02.12. 2021) |
| Максимальные показания анализатора ХОС | 6,4 | 8,9 | 7,9 | 7,9 | 7,0 | 6,5 | 15,0 | 14,0 | 12,3 | 11,0 | 31,4 |
| Минимальные показания анализатора ХОС | 0,8 | 4,6 | 2,8 | 2,0 | 4,6 | 4,3 | 5,4 | 6,6 | 5,4 | 7,0 | 23,9 |
| Отклонение зафиксированного максимального показания анализатора от результата по ГОСТ Р 52247-2021 | 4,4 | 6,9 | 3,9 | 3,9 | 3,0 | 0,5 | 9,0 | -3,0 | -4,7 | -6,7 | 10,6 |
| Отклонение зафиксированного минимального показания анализатора от результата по ГОСТ Р 52247-2021 | -1,2 | 2,6 | -1,2 | -2,0 | 0,6 | -1,7 | -0,6 | -10,4 | -11,6 | -10,7 | 3,1 |

Таблица 3. Перечень компонентов, определяемых модернизированным комплексом

| Определяемые компоненты | Формула | Диапазон определяемых концентраций в нефти, ppт | Относительное среднеквадратичное отклонение, % | Время отклика Т90, мин |
|-------------------------|---|---|--|------------------------|
| 1,1,1,2-Тетрахлорэтан | 1,1,1,2-C ₂ H ₂ Cl ₄ | 0,02–3,0 | 8 | 40 |
| 1,1,2,2-Тетрахлорэтан | 1,1,2,2-C ₂ H ₂ Cl ₄ | 0,1–20,0 | 8 | |
| Гексахлорэтан | C ₂ Cl ₆ | 0,1–20,0 | 15 | |
| Тетрахлорметан | CCl ₄ | 0,01–1,0 | 5 | |
| Дихлорметан | CH ₂ Cl ₂ | 0,1–100,0 | 5 | |
| Трихлорэтилен | C ₂ HCl ₃ | 0,02–3,0 | 5 | |
| Хлороформ | CHCl ₃ | 0,02–3,0 | 5 | |
| Перхлорэтилен | C ₂ Cl ₄ | 0,02–3,0 | 5 | |
| 1,2-Дихлорэтан | 1,2-C ₂ H ₄ Cl ₂ | 0,2–150,0 | 8 | |

ОПЫТНО-ПРОМЫШЛЕННЫЕ ИСПЫТАНИЯ НА УПН «БОБРОВСКАЯ»

Первый этап ОПИ проводился с ноября 2021 года по февраль 2022 года согласно разработанной программы ОПИ и включал оценку эксплуатационных характеристик, моделирование нештатных ситуаций, оценку функциональности и интеграционных возможностей программного обеспечения, проверку реагирования поточного анализатора на изменение концентрации ХОС в нефти, согласно критериям и принципам оценки эффективности работоспособности (табл. 1).

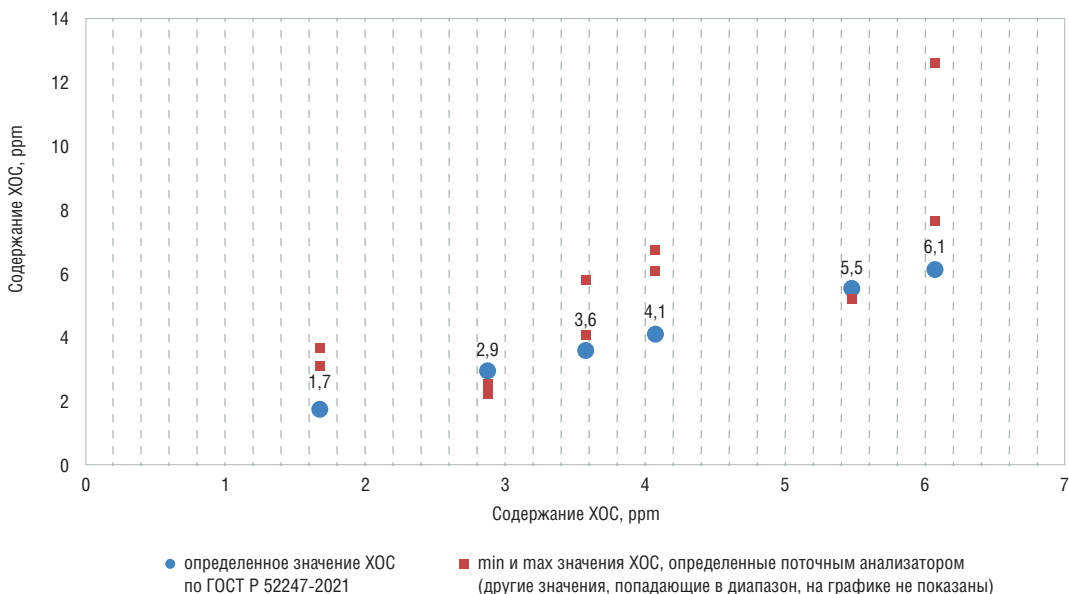
Поточный анализатор хлорорганических соединений был размещен в обогреваемом шкафу на площад-

ке блока измерительно-вычислительного комплекса системы измерения количества и показателей качества нефти (рис. 1).

Проба нефти отбиралась из потока из трубопровода, проходила через поточный анализатор и возвращалась в трубопровод с меньшим давлением. Эксперимент моделировал реальное подключение к трубопроводу, в котором отсутствует искусственное загрязнение. С периодичностью три раза в час из циркуляционной системы поточного анализатора, по которой протекала нефть, отбиралось около 0,3 л нефти, которая через понижающий редуктор направлялась в парофазный пробоотборник. В парофазном пробоотборнике осуществлялся нагрев нефти до 50°C с последующей выдержкой при атмосферном давлении в течение 10 мин для достижения равновесия с паровой фазой. После завершения процедуры выдержки нефти включался барботаж азота, и проба поступала в обогреваемый кран-дозатор. После проведения испытаний нефть направлялась в дренажную линию. На данном этапе при автоматическом отборе нефти из реального трубопровода не наблюдалось всплесковых значений, что коррелировало с результатами исследований по ГОСТ Р 52247-2021.

Далее был проведен эксперимент, в котором была задействована загрязненная жидкость. При этом в период проведения первого этапа ОПИ поточного анализатора осуществлялась подача нефти как без ХОС, так и с содержанием ХОС от 2 до 20,8 ppт и воды до

Рис. 2. Результаты второй стадии испытаний на УПН «Бобровская»



0,5%. Результаты, полученные на первом этапе эксплуатационных ОПИ, представлены в таблице 2.

Полученные результаты работы поточного анализатора были признаны удовлетворительными для поточного метода анализа ХОС в нефти. Критерии эффективности работоспособности поточного анализатора согласно программе ОПИ были достигнуты. На основе полученного опыта специалистами АО «Оренбургнефть» и ООО НТФ «БАКС» были определены основные направления модернизации поточного анализатора ХОС, направленные на улучшение метрологических характеристик и повышение надежности работы комплекса.

ЭКСПЛУАТАЦИОННЫЕ ИСПЫТАНИЯ НА УПН «БОБРОВСКАЯ». ВТОРОЙ ЭТАП

В 2023 году после модернизации поточного анализатора ХОС АО «Оренбургнефть» и ООО НТФ «БАКС» приступили ко второму этапу ОПИ на УПН «Бобровская». Для модернизированного аналитического комплекса был изготовлен новый блок подготовки пробы. В конструкцию новой версии блока были внесены изменения, направленные на повышение надежности работы оборудования, а также на расширение перечня определяемых хлорорганических соединений с пяти до девяти компонентов (табл. 3).

С июня по август 2023 года были проведены испытания работы поточного анализатора ХОС на товарной нефти УПН «Бобровская». В эксперименте использо-

вали реально загрязненную нефть с неизвестным составом ХОС без искусственно добавленных ХОС. Установка подключалась к емкости с загрязненной нефтью по закрытому замкнутому циклу для исключения ее попадания в действующий трубопровод. Для оценки поведения установки при средних и малых концентрациях изначально загрязненную нефть разбавляли нефтью, в которой ХОС отсутствовали, далее эксперимент проводили повторно. Результаты проведенных испытаний приведены на рис. 2.

Важно отметить, что при экспериментах на нефти в отсутствие ХОС (подтверждается экспериментами на более ранних этапах испытаний) прибор не выдает ложно высоких значений, превышающих предел определения каждого индивидуального компонента ХОС. При малых концентрациях ХОС в качестве загрязнений установкой идентифицируется низкий разброс значений относительно определяемых по ГОСТ Р 52247-2021.

Аналогичные результаты получены при проведении эксперимента на обводненных жидкостях в октябре 2023 года. В данных испытаниях поточный анализатор определял содержание ХОС в сырой нефти УПН «Бобровская» с обводненностью 56 и 84%. Результаты проведенных испытаний приведены на рис 3, 4.

ВЫВОДЫ

Поточный анализатор хлорорганических соединений зарекомендовал себя как индикатор, сигнализирующий о превышении концентрации ХОС в нефти.

Рис. 3. Результаты испытаний при обводненности 56% без ХОС (а) и с ХОС в концентрации 4,3 ppm (б)

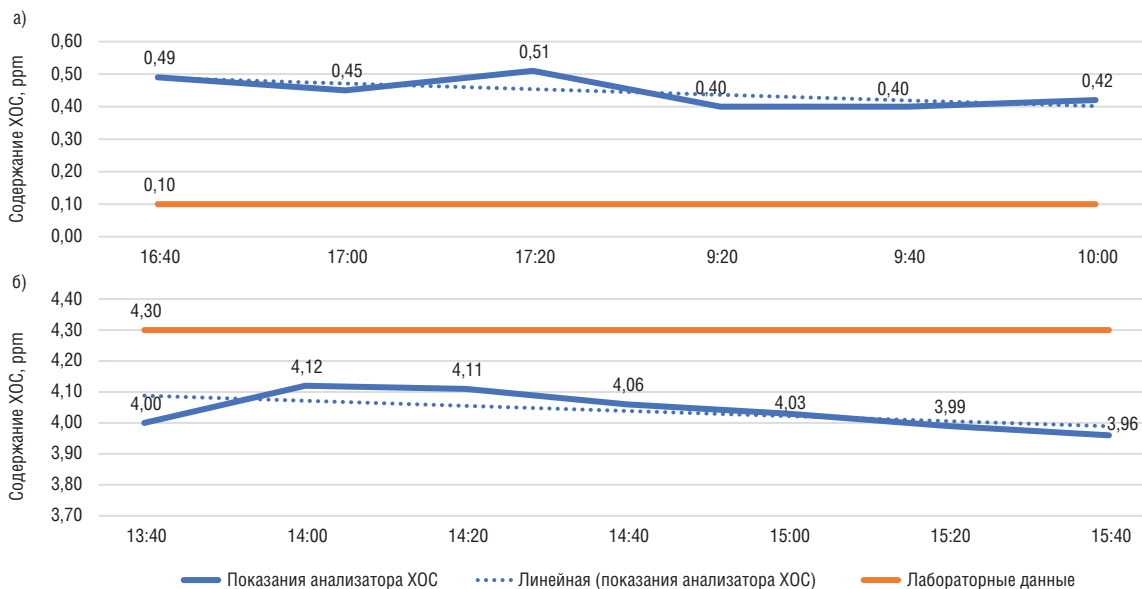
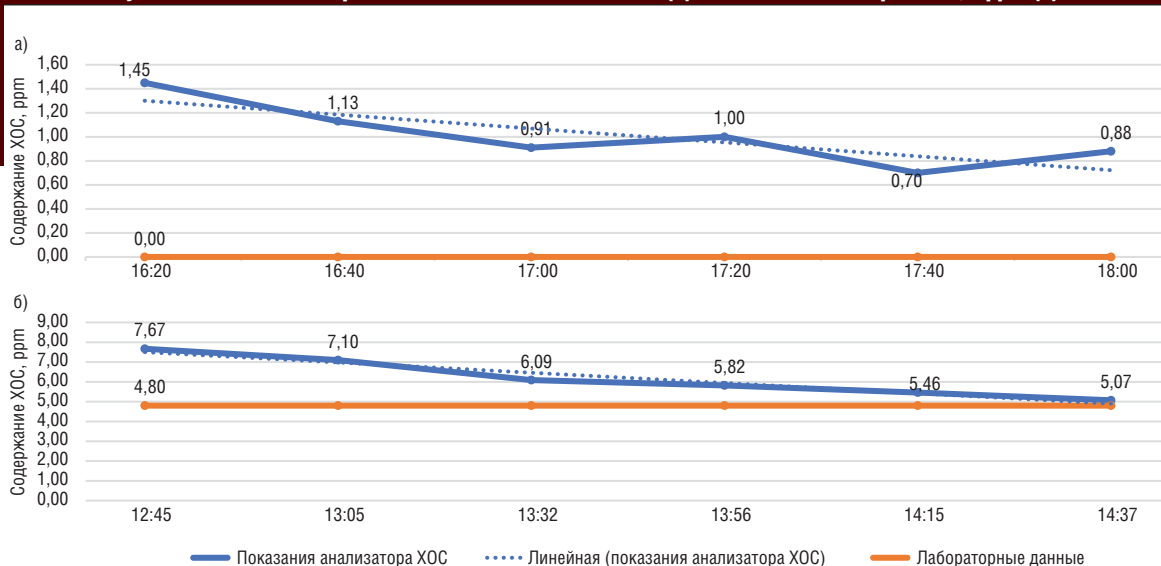


Рис. 4. Результаты испытаний при обводненности 84% без ХОС (а) и с ХОС в концентрации 4,8 ррт (б)



Используемый метод парофазного анализа нельзя считать заменой лабораторного анализа по ГОСТ Р 52247-2021 для определения массовой доли органических хлоридов во фракции, выкипающей до температуры 204°С.

Обводненность нефти (до 84%) не привела к отказам или иным сбоям в работе поточного анализатора. Влияние обводненности нефти на результаты анализа тестовой смеси из девяти компонентов не вышло за рамки погрешности определения органического хлора.

Определяемая концентрация отдельных компонентов ХОС в обводненной нефти отличается от приготовленной смеси как в большую, так и в меньшую сторону. Отклонение связано с распределением ХОС между водной и углеводородной фазами, а также трудностью отбора представительной пробы из двухфазной системы, что приводит к увеличению погрешности анализа.

Данный прибор рассматривается в качестве индикатора концентрации ХОС в поточной среде. ♦



**ЛОВИЛЬНЫЙ
СЕРВИС**

ТРЕНИНГ-КУРС ПО ПРОГРАММЕ «НАСТАВНИК 2024»

**ИНЖЕНЕРНАЯ
ПРАКТИКА**

ЛОВИЛЬНЫЙ СЕРВИС НА НЕФТЯНЫХ И ГАЗОВЫХ СКВАЖИНАХ '2024

12-14 ноября 2024 г., Пермь

Тематика: освоение принципов эффективного применения современного ловильного оборудования и технологий ликвидации сложных аварийных ситуаций, подбора инструмента и моделирования технологического процесса ликвидации осложнений. Курс проводит высококвалифицированный специалист с большим опытом изготовления, испытания и использования современного ловильного оборудования на сложных аварийных скважинах.

РЕГИСТРАЦИЯ ОТКРЫТА

По вопросам участия обращайтесь к Елене Беляевой, исполнительному директору ООО «Инженерная практика»

Горячая линия: +7 (903) 580-85-63

Тел./факс: +7 (495) 371-01-74, 371-05-74. E-mail: info@glavteh.ru