

АППАРАТУРНО-МЕТОДИЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ СОДЕРЖАНИЯ ПРИМЕСЕЙ В МНОГОКОМПОНЕНТНЫХ УГЛЕВОДОРОДНЫХ РАСТВОРАХ ИКАР-3

П.А. Василенко
ИПНГ РАН, e-mail: pevasilenko@yandex.ru

Разработанный в ИПНГ РАН аппаратурно-методический комплекс для измерений содержания примесей в многокомпонентных углеводородных растворах включает сканирующий инфракрасный спектрометр (анализатор растворов) ИКАР-3 и 9 аттестованных методик измерений в многокомпонентных растворах. Прибор разработан на базе ИК-анализатора ИКАН-1, изготовлен и аттестован. Перечень методик указан в прилагаемом проспекте на ИКАР-3.

В настоящее время опытный образец прибора ИКАР-3 успешно проходит опытную эксплуатацию в ООО «Газпром добыча Уренгой». Предварительные маркетинговые исследования показывают, что прибор будет востребован в промышленности, особенно в нефтегазовой отрасли, т.к. в стране отсутствуют относительно недорогие сканирующие спектрометры диапазона 1800–3600 нм.

Разработанные методики, часть которых не имеет аналогов в России и за рубежом, могут быть использованы в нефтегазовой, химической и пищевой промышленности, в том числе при измерениях концентрации спирта на установках по производству биотоплива.

Результаты опытной эксплуатации прибора в аналитических лабораториях ООО «Газпром добыча Уренгой» подтвердили его эффективность и конкурентоспособность.

На разработку получен патент на полезную модель «Инфракрасный анализатор растворов» № 92190 от 10.03.2010 и патент на изобретение «Способ контроля содержания попутной нефти в продукции газоконденсатной скважины» № 2386951 от 20.04.2010.

Наиболее значимый экономический эффект получен при использовании методик измерения массовой концентрации:

- воды в диэтиленгликолевых растворах;
- диэтиленгликоля в диэтиленгликолевых растворах;
- нефти в стабильном газовом конденсате.

Основным недостатком существующих одноволновых или перестраиваемых вручную ИК-приборов является отсутствие возможности автоматического сканирования (измерения) спектра исследуемого образца (пробы) в спектральном диапазоне работы прибора.

Между тем в практической спектрометрии длина волны, на которой следует проводить измерение содержания определяемого вещества в растворе (характеристическая длина волны λ), в большинстве случаев может быть выбрана (уточнена) только после анализа спектра исследуемого раствора. Как правило, это связано с тем, что для одного и того же вещества длина волны λ может существенно изменяться в зависимости от его концентрации в растворе.

Сравнение спектров осуществляется в режиме обмена информацией с персональным компьютером с помощью имеющегося в приборе интерфейса RS-232. Возможно визуальное сравнение до 10 измеренных прибором спектров, которые выводятся на дисплей компьютера.

Визуальное сравнение спектров измеренного раствора и опорного сигнала позволяет определять длину волны, на которой целесообразно проводить дальнейшие измерения.

Характерный пример представлен на рис. 1, на котором показаны спектры растворов нефти в газовом конденсате, измеренные спектрометром ИКАР-3. Видно, что с увеличением содержания нефти в растворе длина волны максимума сигнала в спектре увеличивается. Это отражено на рис. 2, на котором представлена зависимость длины волны от содержания нефти в газоконденсате.

Происходит существенное изменение длины волны в зависимости от концентрации определяемого вещества в исследуемом растворе в водных растворах этанола, водно-диэтиленгликолевых растворах при определении содержания диэтиленгликоля и других.

Прибор обеспечивает автоматическое сканирование (измерение) спектров исследуемой пробы и отображение на графическом дисплее спектров уровня сигнала, оптической плотности или коэффициента пропускания.

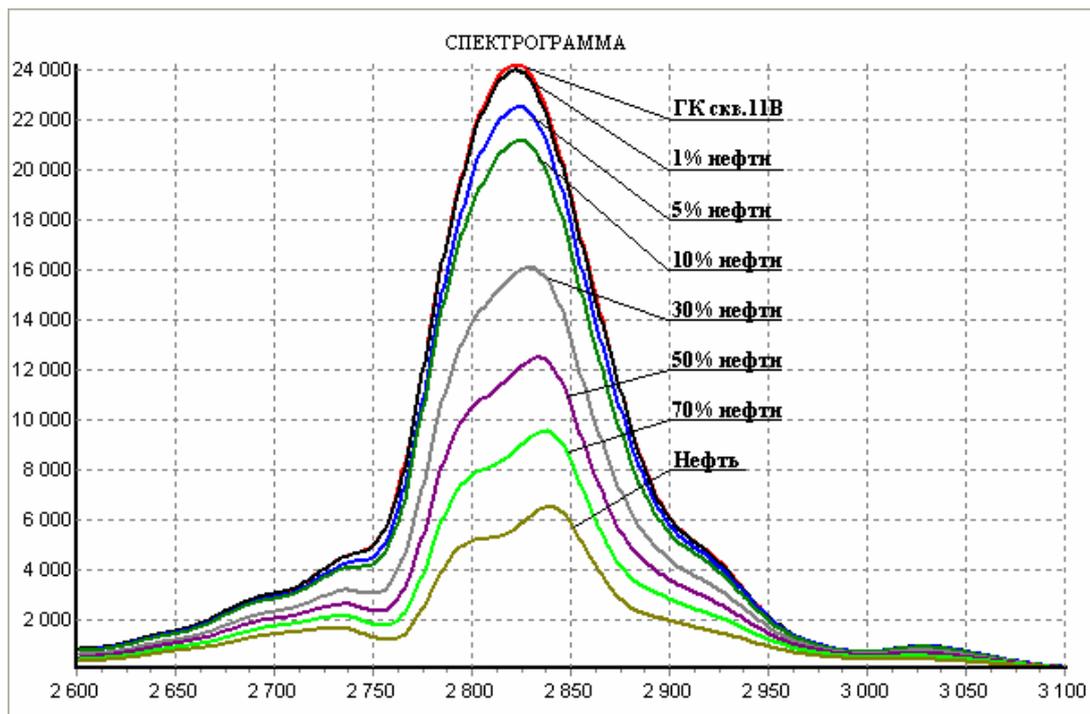


Рис. 1. Спектры газоконденсата (скв. 11В) с различным содержанием нефти

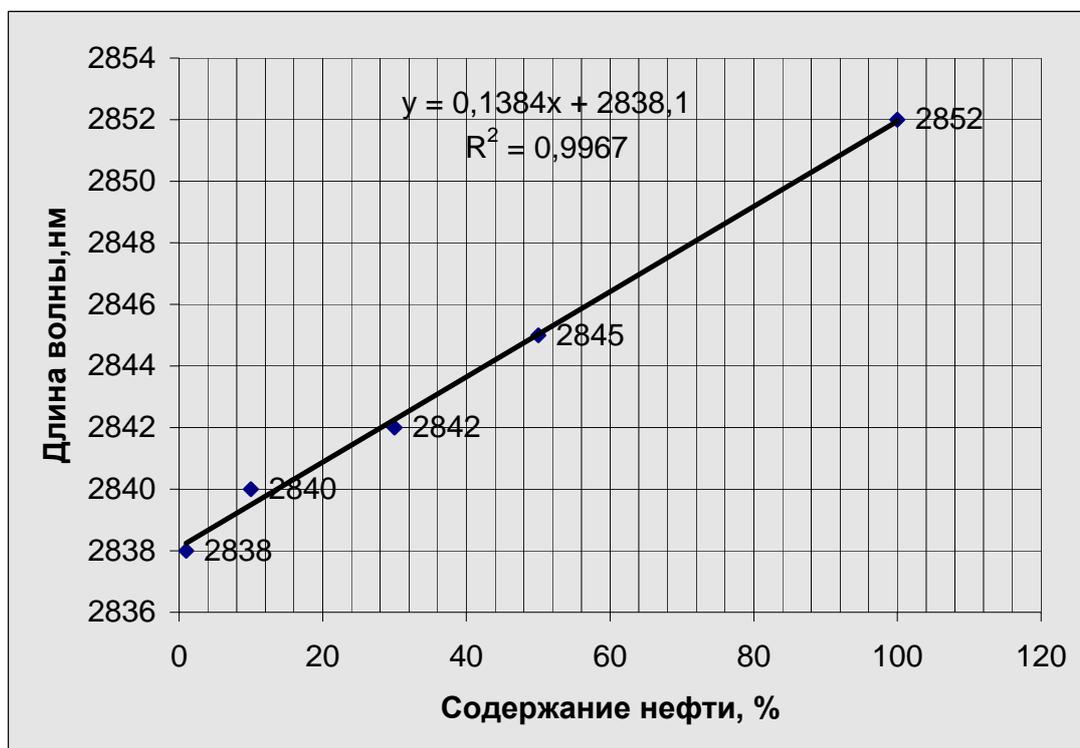


Рис. 2. Зависимость длины волны от содержания нефти в газоконденсате

В режиме «СКАНИРОВАНИЕ» можно проводить установку параметров шкалы длин волн прибора, не меняя юстировку оптической схемы прибора, а также измерение уровня сигнала на выбранной длине волны, что необходимо для юстировки оптической схемы прибора после ремонта.

В режиме КАЛИБРОВКА микрокомпьютерная система прибора измеряет оптическую плотность и рассчитывает коэффициент поглощения для каждого калибровочного раствора.

В режиме ИЗМЕРЕНИЕ выполняется измерение концентрации вещества в пробе по введённому оператором в окне редактирования параметрам:

- время интегрирования в диапазоне 5–60 с;
- толщина кюветы в мм;
- длина волны в нм;
- коэффициент поглощения, полученный при калибровке;
- оптическая плотность холостой пробы.

Разработаны и аттестованы следующие методики выполнения измерений:

- методика выполнения измерений массовой концентрации нефти в стабильном газовом конденсате;
- методика выполнения измерений массовой концентрации воды в водометанольных растворах;
- методика выполнения измерений массовой концентрации воды в диэтиленгликолевых растворах;
- методика выполнения измерений массовой концентрации диэтиленгликоля в диэтиленгликолевых растворах;
- методика выполнения измерений массовой концентрации метанола в диэтиленгликолевых растворах;
- методика выполнения измерений массовой концентрации метанола в газовом конденсате;
- методика выполнения измерений массовой концентрации метанола в водометанольных растворах;
- методика выполнения измерений массовой концентрации этанола в водозтанольных растворах;
- методика выполнения измерений массовой концентрации воды в этаноле.

В табл. 1–3 приведены характеристики ИК-спектрометра, показаны аналитические возможности прибора и пределы измерения по аттестованным методикам.

Таблица 1

Технические характеристики ИК-спектрометра

№ п/п	Наименование параметра	Значение параметра
1	Спектральный диапазон	1800–3600 нм
2	Дискретность перестройки по длине волны во всём диапазоне	1 нм
3	Абсолютная погрешность установки длины волны	не более 3 нм
4	Диапазон измерений коэффициента пропускания	0–100%
5	Пределы допускаемого значения погрешности при измерении коэффициента пропускания	±2% (абс.)
6	Пределы допускаемого значения случайной составляющей погрешности при измерении коэффициента пропускания	0,5%
7	Диапазон измерений оптической плотности	0–3
8	Время установления рабочего режима	20 мин
9	Время анализа одной пробы: без пробоподготовки с пробоподготовкой	5 мин 15–30 мин
10	Электропитание от сети переменного тока: частота напряжение	50±1 Гц 220±22 В
11	Потребляемая мощность, не более	50 В·А
12	Масса, не более	10 кг
13	Габаритные размеры	500×360×165 мм

Таблица 2

Аналитические возможности прибора

Определяемые вещества	Минимально измеряемая концентрация
Нефтепродукты в воде	от 0,05 мг/л
Метанол в воде (без пробоподготовки)	от 0,01%
Диэтиленгликоль в воде (без пробоподготовки)	от 0,03%
Вода в жидких углеводородах (без пробоподготовки)	от 0,01%
Вода в спиртах (без пробоподготовки)	от 0,001%
Вода в гликолях (без пробоподготовки)	от 0,001%
Попутная нефть в газоконденсате (без пробоподготовки)	0,1–100%
Метанол в газоконденсате (без пробоподготовки)	0,005–3,0%
Объем анализируемой пробы	5,0 см ³ – 0,5 дм ³

Таблица 3

Пределы измерения по аттестованным методикам

№ п/п	Определяемое вещество	Пределы, %, масс.
1	Вода в диэтиленгликоле (ДЭГ)	0,1–10
2	Диэтиленгликоль в нДЭГе (насыщенном) и рДЭГе (регенерированном) диэтиленгликоле	80–99,9
3	Метанол в газовом конденсате	0,01–3
4	Метанол в водометанольных растворах	0,5–90
5	Метанол в технологических жидкостях	0,1–30
6	Нефть в стабильном газовом конденсате	0,1–100
7	Вода в водометанольных растворах	0,1–30
8	Этанол в воде	0,1–96
9	Вода в этаноле	0,1–25
10	Нефтепродукты в воде (в соответствии с ГОСТ Р 51797 – 2001)	от 0,05 мг/дм ³

Анализатор растворов ИКАР-3 – это инфракрасный спектрометр для определения содержания различных веществ в многокомпонентных растворах, в том числе для оперативного количественного анализа многокомпонентных углеводородных систем при решении технологических и экологических задач на производственных объектах нефтегазового комплекса.



Рис.1 Общий вид прибора

Области применения:

- на предприятиях нефтегазовой отрасли;
- на химических и нефтехимических производствах;
- при разведочном бурении на нефть и газ;
- в лабораториях экологического контроля.

Основные технические характеристики прибора:

- обеспечивает плавную линейную перестройку длины волны в диапазоне 1800–3600 нм;
- длина волны задается оператором с клавиатуры прибора и устанавливается автоматически;
- после установки пробы и выбора режима работы прибор работает в автоматическом режиме;
- прибор обеспечивает построение и отображение на своем дисплее измеренных спектров интенсивностей сигнала, коэффициента пропускания и оптической плотности исследуемой и холостой пробы, а также отображение параметров спектра на указанной оператором с помощью курсора длине волны;
- возможность сопоставления измеренных спектров пробы во внешней ПЭВМ при работе прибора по стандартному интерфейсу RS-232;
- прибор не требует постоянного использования холостой пробы или эталонного образца;
- установка параметров шкалы длин волн прибора проводится без вмешательства в его оптическую схему.

Прибор сертифицирован (сертификат № 25342 от 10.10.2006 г.), зарегистрирован в Государственном реестре средств измерений РФ под № 32757-06.