

На правах рукописи

ОКРЕПИЛОВ МИХАИЛ ВЛАДИМИРОВИЧ

**РАЗРАБОТКА СИСТЕМЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ
ОЦЕНКИ СООТВЕТСТВИЯ КАЧЕСТВА УГЛЕВОДОРОДНОЙ ПРОДУКЦИИ
ГАЗОВОЙ ОТРАСЛИ СОВРЕМЕННЫМ ТРЕБОВАНИЯМ**

Специальность 05.11.15. "Метрология и метрологическое обеспечение"

Автореферат

диссертации на соискание ученой степени
доктора технических наук

Москва

2012

Работа выполнена в Федеральном Государственном унитарном предприятии "Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И.Менделеева"

Научный консультант

доктор технических наук, профессор

Кононогов С.А.

Официальные оппоненты:

доктор технических наук

Крутиков В.Н.

доктор технических наук, профессор,
заслуженный деятель науки и техники РФ

Колтик Е.Д.

доктор технических наук,
заслуженный метролог РФ

Козлов А.Д.

Ведущая организация: ФГУП «ВНИЦ СМВ», г. Москва, Нахимовский проспект,
д. 31, корп. 2

Защита диссертации состоится _____ 2012 года в _____ часов на заседании диссертационного совета Д 308.001.01 в ФГУП «ВНИИМС» по адресу: 119361, Москва, ул. Озерная, д. 46.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГУП «ВНИИМС».

Автореферат разослан «____» _____ 2012 г.

Ученый секретарь диссертационного совета

доктор технических наук, профессор

Лысенко В.Г.

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Необходимость обеспечения высокого качества отечественной углеводородной газовой продукции (УВГП) определяется следующим:

- реализуются рыночные отношения, основу которых составляет использование экономических стимулов и рычагов в прямой зависимости от повышения качества продукции и степени удовлетворения потребности населения в высококачественных видах продукции;

- значительно усиливаются взаимосвязи между экономической и технической сторонами качества;

- широко распространяется внедрение международных стандартов ИСО серии 9000 по системам менеджмента качества, как необходимое условие проведения сертификации отечественной продукции и повышения ее конкурентоспособности на мировом рынке;

- получают серьезное развитие новые подходы по оценке соответствия продукции и услуг в свете положений ИСО серии 17000.

В нашей стране, как и во всем мире, резко возрастает количество новых технологий, основанных на широком применении углеводородов (УВ), - как природного газа (ПГ) и нефтяного попутного газа (НПГ), газовых конденсатов (ГК) и УВ газов, вырабатываемых при переработке нефти, так и чистых углеводородов (метана, этана, пропана и бутана), а также разнообразных углеводородных газовых смесей. Это относится не только к сфере ТЭК России, но и к другим отраслям промышленности, в частности, - к металлургии, машиностроению, судостроению, медицине, пищевой, химической и нефтехимической промышленности. Появление новых технологий, а также рост объемов экспорта УВГП сопровождаются резким повышением внимания к ее качеству. Это проявляется как в заказах на производство УВ более высокой чистоты, углеводородных газовых смесей (УВГС) с более узкими допусками на содержание основных компонентов и примесей, так и в ужесточении ответственности поставщиков за соблюдение требований к соответствию выпускаемой УВГП действующей НД, а также к качеству самих нормативных документов. Необходимо, также, иметь в виду, что грядущее существенное истощение во всем мире природных запасов нефти, а также забота о чистоте среды обитания все больше привлекают внимание науки, производства и бизнеса к использованию УВ газов, ГК и газовых гидратов не только в качестве топлива в традиционных способах их сжигания, но и в качестве экологически чистого топлива в автомобильных двигателях внутреннего сгорания.

В мировом энергетическом балансе **углеводородные газы** в настоящее время занимают 3 место (после нефти и угля – рис. 1), однако их потребление растет наибольшими темпами по сравнению с другими энергоносителями и уже в ближайшее время, вероятно, именно УВ газы выйдут на 1 место в мире по своей энергетической значимости.

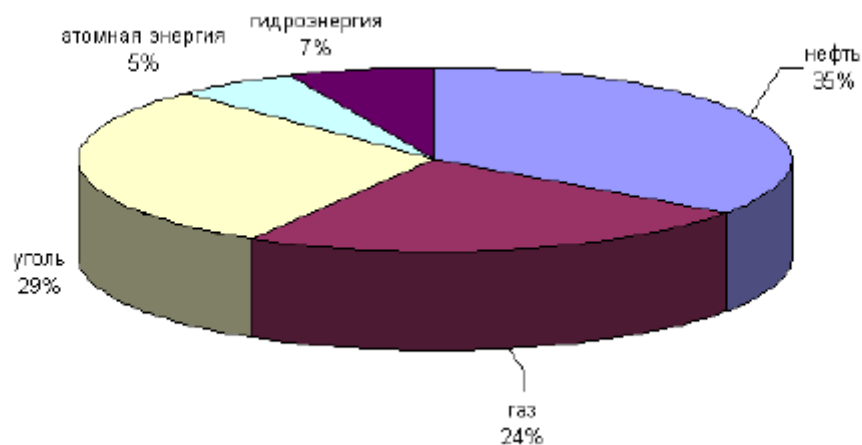


Рис. 1. Долевое распределение первичных энергоресурсов в мировом энергопотреблении, 2009 год (данные British Petroleum statistical review of world energy 2010)

При этом, по имеющимся прогнозам цены на углеводородные газы будут расти даже несколько более высокими темпами, чем цены на нефть (рис. 2), что говорит о высокой важности для нашей страны этого вида энергоносителей и обуславливает актуальность комплексного подхода к повышению качества углеводородной газовой продукции в России, включая важнейшие вопросы метрологического обеспечения (МО) испытаний УВГП.

Особое значение для нашей страны имеет ПГ, поскольку, располагая всего 12,8 % мировой территории и 2,8 % населения, Россия обладает 34 % доказанных и более 40 % потенциальных запасов этого ценнейшего УВ сырья. Именно это национальное богатство, в совокупности со значительными запасами нефтяных УВ Западной и Восточной Сибири, а также огромным потенциалом углеводородных месторождений шельфа арктических морей, делает Россию ведущей мировой энергетической державой в XXI веке, обуславливая **высокую актуальность** этой диссертационной работы. Следует отметить, что роль и значение ПГ для нашей страны в дальнейшем будут неуклонно возрастать, что обусловлено не только тем, что он является более экологически чистым видом топлива, чем мазут и другие нефтепродукты. Основой ПГ, как известно, является метан, который можно конвертировать в синтез-газ (смесь CO и H₂), а затем в метанол (мировое производство CH₃OH уже превысило 35 млн т/год). Далее метанол может быть конвертирован в бензин (технология MTG), в олефины (технология MTO), в диметиловый эфир – альтернативу дизельному топливу (технология DME).

Одним из важнейших путей решения проблемы повышения качества и конкурентоспособности УВГП оценка соответствия ее качества предъявляемым требованиям. Как известно, под сертификацией понимается процедура, посредством которой документально удостоверяется, что продукция, процесс или услуга соответствуют установленным требованиям. Сертификация является одной из главных форм оценки и подтверждения соответствия, а в более широком контексте

– одним из важнейших инструментов регулирования взаимоотношений между изготовителями продукции и её потребителями в условиях рыночной экономики. С 1999 г. в соответствии с ФЗ “О газоснабжении” были начаты работы по переходу на обязательную сертификацию ПГ. В марте 2003 г. постановлением Госстандарта № 20 утверждена система сертификации газа в Российской Федерации.



Рис. 2. Прогноз цен на нефть (левая шкала) и на газ (правая шкала)

В настоящее время в Системе сертификации ГОСТ Р функционирует более 70 органов и около 100 лабораторий, область аккредитации которых включает разнообразную УВГП. Однако, анализ деятельности органов по сертификации УВГП показывает, что сертификация пока еще не в полной мере достигает цели предотвращения выпуска продукции, не отвечающей существующим требованиям, и недостаточно эффективна в части выявления ресурсов и путей повышения ее качества. Причины этого заключаются в недостаточном использовании возможностей методов современной прикладной и теоретической метрологии и метрологического обеспечения (МО), в недостаточной методической проработке ряда метрологических вопросов, возникающих при отборе образцов продукции, их идентификации, испытаниях и подтверждении достоверности результатов, а также при анализе состояния производства. Акцентирование внимания на этих важных для качества УВГП вопросах, также, повышает **актуальность** этой работы.

В диссертации, также, нашли отражение актуальные работы, проведенные автором, по совершенствованию метрологического и методического обеспечения сертификационных испытаний УВГП с целью повышения ее качества, результаты исследования разницы в составах различных типов УВ газов и соответствующие обоснования необходимости расширения номенклатуры СО для контроля состава УВГП, а также результаты оценки состояния действующей НТД в этой области и аргументированные рекомендации по ее совершенствованию, вопросы изменения качества УВГП при транспортировке и предлагаемые автором меры по сохранению качества УВГП при ее транспортировке трубопроводным транспортом (ТРТ). Все вышеизложенное обуславливает высокую **актуальность** этой работы.

Цель диссертационной работы: разработка и обоснование новых научных, технических и нормативно-методических решений, направленных на совершенствование системы МО контроля качества УВГП (включая и ряд актуальных вопросов повышения качества жидкой УВ продукции газовой отрасли) с целью повышения качества этой продукции.

Объекты исследования диссертационной работы: УВГП, включающая в себя ПГ из чисто газовых и ГКМ, НПГ и газ, вырабатываемый нефтеперерабатывающими заводами (НПЗ).

Основные задачи, решавшиеся в диссертационном исследовании:

- анализ состояния системы МО контроля качества УВГП в РФ, выявление недостатков и нерешенных проблем;
- исследование связи между методическими особенностями сертификации УВГП, метрологическими аспектами сертификационных испытаний и достоверностью контроля соответствия продукции нормативным требованиям;
- анализ технических требований на качество УВ газовой продукции;
- разработка СО для градуировки и поверки приборов, применяемых при испытаниях ПГ и другой УВГП;
- исследование оценки достоверности контроля соответствия УВГП, включая оценку индивидуальных рисков потребителя и изготовителя;
- исследование возможности применения современных метрологических методов оценки и учета для повышения качества УВГП;
- разработка методологии обеспечения достоверности измерений показателей качества УВ газовой продукции, транспортируемой по трубопроводам;
- разработка и обоснование методологии оптимизации коммерческого учета углеводородов.

Основные положения диссертации, выносимые на защиту:

1. Показатели достоверности и способы оценивания качества УВ газовой продукции.
2. Повышение эффективности УВ трубопроводного транспорта (ТРТ) путем совершенствования измерительных технологий и МО.
3. Статистические ошибки контроля 3-го рода при дублировании измерений поставщиком и получателем транспортируемой УВГП, заключающиеся в расхождении результатов контроля поставщика и получателя, то есть в признании поставщиком продукции соответствующей условиям контракта, а получателем – не соответствующей.
4. Основные направления повышения точности методик измерений, применяемых при контроле качества УВГП.
5. Концепция метрологического обеспечения испытаний УВГП.
6. Межгосударственный стандарт «Государственная система обеспечения единства измерений. Лабораторные и потоковые хроматографы для контроля углеводородного состава сжиженных углеводородных газов. Методика поверки» (1 редакция).
7. Новые стандартные образцы состава смесей: метанола в метане, имитатора состава бензина, имитаторов состава нестабильного газового конденсата (ГСО-КНГ), имитатора газа деэтаннизации.

Научная новизна работы заключается в следующем:

1. Впервые разработан международный стандарт (1 редакция) «Государственная система обеспечения единства измерений. Лабораторные и потоковые хроматографы для контроля углеводородного состава сжиженных углеводородных газов. Методика поверки».
2. Проанализирована проблема обеспечения достоверности измерений показателей качества УВГП, транспортируемой по газопроводам. Рассмотрены статистические ошибки контроля при дублировании измерений поставщиком и получателем УВГП. Впервые показано, что при коммерческих расчетах за УВ продукцию проблема статистических ошибок измерительного контроля часто усложняется, так как помимо ошибок 1-го рода, когда бракуется фактически годная продукция, и 2-го рода, - когда признается годной фактически негодная УВ продукция, возникают еще статистические ошибки 3-го рода, заключающиеся в расхождении результатов контроля поставщика и получателя, то есть в признании поставщиком продукции (которая может быть как годной, так и бракованной) соответствующей условиям контракта, а получателем – не соответствующей.

Показано, что при двойном контроле параметров УВ продукции поставщик и получатель находятся в неравном положении, так как практически только поставщик несет потери из-за ошибок измерительного контроля. Показано, что при статистических ошибках контроля 3-го рода разногласия между поставщиком и получателем УВГП целесообразно разрешать путем проведения дополнительной серии измерений и усреднения полученных результатов, а если этого недостаточно, - привлекать 3-ю сторону для выполнения анализа контрольной пробы с усреднением результатов измерений всех 3-х сторон.

3. Рассмотрены вероятностные показатели качества измерительного контроля. Показано, что снижение СКО случайной погрешности измерений является эффективным способом повышения их достоверности. Проведен анализ статистических ошибок поверки СИ, применяемых при контроле качества транспортируемой УВ продукции.

4. Проанализировано состояние с выпуском СО в РФ для контроля качества УВГП газовой отрасли. Показано, что выпускаемая в нашей стране номенклатура СО, в целом, обеспечивает высокий метрологический уровень контроля качества УВ природных газов. В то же время, продемонстрировано отсутствие СО состава, предназначенных для контроля состава УВ нефтепереработки и НПГ. Обоснована необходимость разработки и выпуска таких СО. Сформулированы требования к составу и диапазонам концентраций компонентов СО УВ газов нефтепереработки и НПГ.

5. Рассмотрены и обсуждены особенности производства и требования к СО жидких УВ, вырабатываемых в газовой отрасли. Показано, что в настоящее время отсутствует единая НД и почти нет СО для контроля качества широкого ассортимента товарной жидкой УВ продукции, вырабатываемой в газовой отрасли (ГК, ШФЛУ, СУГ, УВ фракции, чистые жидкие УВ и пр.).

Сформулированы предложения по созданию НД и СО по ряду конкретных видов жидкой УВ продукции газовой отрасли. Впервые разработаны новые СО состава смесей метанола в метане, имитатора состава бензина, имитаторов состава нестабильного газового конденсата (ГСО-КНГ1 и ГСО-КНГ2), имитатора газа деганизации.

6. Впервые доказана перспективность применения диаграмм причинно-следственных связей при проведении сертификации УВГП. Показано, что с их помощью можно существенно ускорить анализ состояния производства УВГП, повысить вероятность выявления отклонений качества УВ газовой продукции от нормативных требований, облегчить понимание требований и выводов эксперта.

7. Впервые на примерах чисто газовых, ГКМ и нефтегазовых месторождений УВ обоснован и проиллюстрирован процесс усложнения состава получаемой УВГП в зависимости от характеристик месторождений, содержащих УВ газы – ПГ и НПГ. Показано усложнение состава УВГП при

переходе от чисто газовых месторождений ($\text{CH}_4 \sim 94-99 \%$), к ГКМ (в газовой фазе : CH_4 75-94 %, C_2H_6 – до 9,0 %, C_3H_8 – до 3,1 %, C_4H_{10} – до 1,0 %, $\text{C}_5\text{H}_{12+\text{в}}$ ~ до 2,0 %) и далее – к нефтегазовым месторождениям, содержащим НПГ (CH_4 30-96 %, C_2H_6 - до 21 %, C_3H_8 - до 22 %, C_4H_{10} – до 12 %, $\text{C}_5\text{H}_{12+\text{в}}$ – до 6 %), что необходимо учитывать при повышении уровня МО при контроле качества УВГП.

8. На примере газов, вырабатываемых газо- и нефтеперерабатывающими организациями впервые показано влияние применяемых технологий на процессы усложнения состава УВГП. Показано, что если в сравнительно простых технологических процессах гидроочистки образуются только предельные УВ (CH_4 27-34 масс. %, C_2H_6 21-24,5 масс. %, C_3H_8 20,5-41 масс. %), то в современных технологических процессах глубокой переработки нефти, например, при каталитическом крекинге, кроме предельных УВ, образуются еще и непредельные УВ, являющиеся ценным химическим сырьем для газохимии, такие как этилен (C_2H_4 4,0-6,0 масс. %), пропилен (C_3H_6 22-24 масс. %), бутилен (н- C_4H_8 14-15 масс. %) и изобутилен (изо- C_4H_8 6,0-10,5 масс. %), что наглядно иллюстрирует кардинальное влияние применяемых технологий на процессы усложнения УВГП.

9. Впервые проведено системное обоснование перспективных направлений расширения номенклатуры УВГП за счет переработки НПГ. Проведен анализ новых технологических процессов предварительной подготовки НПГ, позволяющих существенно повысить эффективность его переработки с расширением номенклатуры УВ продукции. Представлены современные способы очистки НПГ от нежелательных примесей других газов, в особенности, от H_2S , с получением дополнительного товарного продукта – гранулированной серы.

10. Показано, что основной компонент ПГ – метан, являясь ценным УВ топливом, одновременно является и основой для новых газохимических процессов, обеспечивая, в перспективе, неуклонный рост номенклатуры УВ продукции газовой отрасли, к которой относят не только УВГП, но и метанол, уксусную кислоту, формальдегид, олефины, этилен и пропилен, метилтретбутиловый эфир, карбамид, аммиак, аммиачную селитру и многие другие продукты.

Практическое значение работы:

1. Впервые показано, что главными проблемами сертификации УВГП, чистых УВ газов и УВГС, НПГ на современном этапе является недоработанность нормативной базы УВ продукции газовой отрасли, что выражается в отсутствии единых требований к ее качеству, а также, в ряде случаев, - в недостаточной точности определений компонентного состава испытываемых проб. Обоснована необходимость разработки единых нормативных требований:

- к УВ газам, подаваемым во внутрипромысловые газопроводы, а также на УКПГ;
- на ограничение содержания капельных жидкостей и механических примесей в газах, подаваемых во внутрипромысловые газопроводы;

- на ограничение влажности сероводородсодержащих газов, подаваемых на переработку на ГПЗ;
- на режимы эксплуатации внутрипромысловых коллекторов сырого газа.

2. Проиллюстрирована важность учета такого показателя товарного УВ газа большого числа месторождений, как содержание паров метанола в газе. Обоснована актуальность и необходимость скорейшей разработки соответствующего НД. Впервые отмечено важное для практики отсутствие четкой взаимоувязки показателей качества товарного газа на УКПП и в МГ в зависимости от применяемой технологии промышленной обработки газа.

3. Обоснована необходимость пересмотра и существенной доработки до уровня современных требований положений ГОСТ 5542 «Газы горючие природные для промышленного и коммунально-бытового назначения. Технические условия». Показана обязательность введения в этот стандарт требований к точке росы по воде или норматива на содержание влаги в ПГ. Обоснована необходимость введения в стандарты ГОСТ 5542 и ГОСТ 27577 нормативного требования к точке росы по УВ. Показано, что отсутствие этого норматива приводит к созданию условий для выделения в газопроводах жидкого УВ конденсата, что снижает пропускную способность газопроводов и требует дополнительных мощностей оборудования для прокачки газа.

4. Показано, что особенности и недостатки существующей нормативной базы не позволяют обеспечить достаточную точность измерений количества НПП. В тех случаях, когда температура НПП меньше 250 К, а абсолютное давление ниже 0,1 МПа, отсутствует возможность выполнения расчетов его расхода, так как в этих условиях невозможно рассчитать коэффициенты сжимаемости газа. Отмечено наличие проблемы измерения количества НПП и в тех часто встречающихся на практике случаях, когда в смеси УВ попутных газов, кроме примесей, содержится еще и водяной пар, поскольку отсутствуют алгоритмы определения реального фазового состояния таких смесей.

5. Впервые на большом фактическом материале продемонстрировано, что при проведении сертификации продукции часто руководствуются только такими формальными критериями, как своевременность проведения поверки, наличие аттестатов испытательного оборудования и т.п. При этом, частота поверки и калибровки СИ не всегда увязывается с реальным уровнем точности измерений, а организационные мероприятия по МО часто проводятся безотносительно к состоянию технологического процесса, доли забракованной продукции в общем объеме выпуска и близости действительных значений показателей качества ГП к нормированным значениям. Обоснована необходимость устранения выявленных недостатков.

6. Разработана и внедрена в практику процедура аттестации методики измерений, предназначенной для контроля качества УВГП, с использованием стандартизированной методики, включающая экспериментальные и расчетные этапы с оценкой доверительных границ погрешности аттестуемых методик измерений.

7. Обоснована необходимость введения в основные стандарты на качество УВ газов нормативных требований на допустимое содержание в них паров метанола – ингибитора гидратов, а также на содержание гликолей, применяемых для осушки газов от влаги. Обоснована необходимость повышения, в целом, уровня МО сертификационных испытаний УВГП. Предложено ввести в состав выполняемых проверок при сертификации оценку состояния МО производства, в частности, в части МО испытаний.

8. Показано, что традиционно в отечественной газохимии и нефтехимии в качестве основных сырьевых компонентов для производства УВ продукции всегда использовали продукты нефтепереработки. В перспективе же, как вытекает из данных представленных в этой диссертации, продукты нефтехимии будут успешно заменены продукцией газопереработки, цепочка технологических переделов которой во многих случаях обладает значительными экономическими преимуществами перед процессами переработки НП. Проиллюстрирована и обоснована складывающаяся новая структура Российского промышленного комплекса переработки УВ нефтегазовых ресурсов и нефтегазохимии.

9. Показано, что наиболее радикальным методом борьбы с H_2S -коррозией является удаление из УВ газа сероводорода и влаги. Обсуждены зарубежные подходы к проблеме борьбы с H_2S -коррозией КМ, применяемых для добычи и транспортировки ПГ и НПГ с высоким содержанием H_2S . Показано, что в США и Канаде основные усилия направлены на очистку ПГ и НПГ от сероводорода с получением элементной серы и другой полезной продукции, например, серных бетонов. Отмечено, что, например, во Франции и ряде других стран применяют трубы из специальных низколегированных сталей, стойких к сульфидному растрескиванию. Приведены примеры марок и химического состава таких сталей.

Представлена широкая номенклатура различных стальных и титановых труб, выпускаемых отечественной промышленностью для газовой, нефтеперерабатывающей и нефтехимической отраслей промышленности.

10. Проведен анализ 2-х возможных подходов к формированию шкал качества (ступенчатой и непрерывной) в условиях, когда значение показателей качества определяются в результате измерений, а в качестве критерия оптимальности решения этих задач принят минимум потерь при взаимных расчетах между поставщиками и получателями УВ. Показано, что при использовании ступенчатой шкалы качества необходимо стремиться к тому, чтобы действительные значения показателя качества находились на достаточном удалении от границ интервалов. Применение непрерывной шкалы качества требует согласования результатов измерений при сдаче-приемке УВ продукции, установления единых обоснованных требований к точности контрольных и арбитражных измерений, проведения межлабораторных сличений и пр.

11. Показано, что требования рынка к повышению качества продукции, как одному из ключевых инструментов улучшения конкурентной позиции предприятий газовой отрасли, предполагают дальнейшее проникновение специализированных программных продуктов в испытательные лаборатории, занятые контролем качества этой продукции. Рассмотрены вопросы компьютеризации ИЛ при построении систем обеспечения качества испытаний УВГП и жидкой УВ продукции газовой отрасли, а также компьютерные программы, предназначенные для решения общелабораторных задач в таких испытательных лабораториях.

Рассмотрены вопросы компьютеризации современных испытательных приборов и автоматизации измерений при испытаниях УВ продукции. Представлены схемы автоматизированного сбора данных в ИЛ, а также компьютерные интерфейсы, позволяющие осуществлять текущий контроль и управление. Рассмотрены различные варианты проведения измерений при испытаниях, осуществляемых в автоматическом режиме.

12. Рассмотрены требования к качеству выпускаемых газовой отраслью конденсатов, ШФЛУ, сжиженных газов и смесей легких жидких УВ. Показано, что для характеристики качества этой УВ продукции обычно используются такие физико-химические показатели, как: давление насыщенных паров, УВ (и/или) фракционный состав, содержание меркаптановой серы и сероводорода, воды, щелочей, метанола, цвет и запах, однако единых нормативных требований на эту продукцию в газовой отрасли (в отличие от нефтепереработки) до сих пор не разработано.

Личный вклад автора. Основные научные результаты, изложенные в диссертации, получены лично автором или при его непосредственном участии на всех этапах проведения исследований в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» и в производственных условиях – в командировках на предприятия газовой и нефтегазовой отраслей промышленности, а также при последующей обработке, интерпретации и теоретическом обобщении результатов экспериментов и формулировке выводов. Из 29 основных публикаций 12 работ (в том числе, монография) принадлежат автору лично. 13 работ опубликованы в перечне ведущих рецензируемых научных журналов, рекомендованных ВАК Минобрнауки России. В научных трудах, опубликованных в соавторстве, автор участвовал в равной доле с остальными.

Апробация работы. Основные положения и результаты диссертационной работы докладывались и обсуждались на Всероссийских и международных конференциях: на Международной специализированной конференции «Топливный комплекс XXI века: перспективы развития на северо-западе», на Всероссийской конференции «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли – 2011», Международной научно-практической конференции «XI неделя науки СПбГПУ» и др.

Публикации. Автором по теме диссертационной работы опубликованы 29 работ, в том числе 1 монография, 1 отчет по НИР, 17 статей в журналах, а также 10 докладов на конференциях.

Структура диссертации. Диссертация состоит из введения, 5 глав, основных выводов, списка использованных источников в количестве 201 наименования и приложения, текст диссертации изложен на 222 страницах машинописного текста, содержит 46 таблиц, 38 иллюстраций и 62 формулы.

КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ РАБОТЫ

Во введении формулируется комплекс рассматриваемых проблем, обосновывается актуальность диссертационной работы, излагается ее цель и основные задачи, приводятся научные положения и результаты, выносимые на защиту; отмечаются научная новизна и практическая значимость, представляется краткое содержание диссертации.

В первой главе проведен анализ состояния испытаний на качество углеводородной газовой продукции. Показано, что главными проблемами сертификации УВГП, чистых газов и газовых смесей, НПГ на современном этапе является недоработанность (несогласованность) нормативной базы УВ продукции, - отсутствие единых требований к ее качеству, а также, в ряде случаев, - недостаточная точность определений компонентного состава проб. Отмечена необходимость скорейшего совершенствования действующей в настоящее время НД.

Рассмотрены технические требования на качество УВ газов, нормируемые основными стандартами: ГОСТ 5542-87 «Газы горючие природные для промышленного и коммунально-бытового назначения. Технические условия» (табл. 1), ГОСТ 27577-2000 «Газ природный топливный компримированный для двигателей внутреннего сгорания. Технические условия» (табл. 2) и СТО Газпром 089-2010 «Газ горючий природный, поставляемый и транспортируемый по магистральным газопроводам. Технические условия». Установлено, что ни в одном из ГОСТов нет каких-либо требований по таким параметрам, как допустимое содержание в УВ газах метанола и гликолей, а также отсутствует четкая взаимоувязка показателей качества товарного газа на УКПГ и в магистральных газопроводах в зависимости от применяемой технологии промышленной обработки газа. В ГОСТ 5542-87 и ГОСТ 27577-2000 отсутствуют требования к такому важному показателю УВ газов, как точка росы по углеводородам (нормативы по точкам росы для УВ и воды есть только в СТО Газпром 089-2010. Имеются расхождения в требованиях к УВ газам по содержанию в них влаги (точка росы по воде).

Показано, что важным показателем товарного УВ газа большого числа месторождений является содержание паров метанола в газе. Этому вопросу все еще уделяется недостаточное внимание. Отмечено, что особенности и недостатки существующей нормативной базы не позволяют обеспечить достаточную точность измерений количества нефтяного попутного газа. В тех случаях (северные месторождения), когда температура НПГ меньше 250 К, а абсолютное давление ниже

0,1 МПа, отсутствует возможность выполнения расчетов его расхода, так как в этих условиях невозможно рассчитать коэффициенты сжимаемости газа.

Таблица 1. Физико-химические показатели природных горючих газов промышленного и коммунально-бытового назначения (по ГОСТ 5542-87)

№ п/п	Показатель	Норма
1	Теплота сгорания низшая, кДж/м ³ , не менее (при 20 °С и 0,1 МПа)	31,8
2	Область значений числа Воббе, высшего, МДж/м ³	41,2 – 54,5
3	Допускаемое отклонение числа Воббе от номинального значения, %, не более	± 5
4	Концентрация сероводорода, г/м ³ , не более	0,02
5	Концентрация меркаптановой серы, г/м ³ , не более	0,036
6	Доля кислорода в газе, об. %, не более	1
7	Масса механических примесей в 1 м ³ , г, не более	0,001
8	Интенсивность запаха газа при объемной доле 1 %, балл, не менее	3

Обосновано наличие проблемы измерения количества НПГ и в тех часто встречающихся на практике случаях, когда в смеси УВ попутных газов кроме примесей содержится еще и водяной пар, поскольку отсутствуют алгоритмы определения реального фазового состояния таких смесей. На примере особенностей измерений и СИ количества извлекаемого на нефтяных месторождениях НПГ показано, что недостатки существующих методов оценки качества УВГП часто связаны с несовершенством применяемых СИ и испытаний. Продемонстрировано, что проблемы с точностью определений компонентного состава, влияющие на результаты испытаний УВГП возникают уже на стадии отбора проб. Показано, что требуются дальнейшие исследования в плане решения проблемы неизменности состава отобранных проб УВ газов во времени в тех случаях, когда они содержат примеси коррозионноактивных компонентов, таких как сероводород, меркаптаны, диоксид азота и пр.

Представлены материалы по разработке (впервые) 1 редакции межгосударственного стандарта «Государственная система обеспечения единства измерений. Лабораторные и потоковые хроматографы для контроля углеводородного состава сжиженных углеводородных газов. Методика поверки».

Впервые на большом фактическом материале показано, что при проведении сертификации продукции, как правило, руководствуются только формальными критериями: своевременно или несвоевременно проведена поверка, аттестовано или не аттестовано испытательное оборудование и т.п. При этом, частота поверки и калибровки СИ не увязывается с реальным уровнем точности

измерений, а организационные мероприятия по МО часто проводятся безотносительно к состоянию технологического процесса, доли забракованной продукции в общем объеме выпуска и близости действительных значений характеристик газовой продукции к нормированным значениям.

Таблица 2. Требования и нормы на сжатый ПГ, используемый как топливо для двигателей внутреннего сгорания по ГОСТ 27577-2000 (значения показателей установлены при температуре 293 К (20 °С) и давлении 0,1013 МПа)

Наименование показателя	Значение	Метод испытания
1. Объемная теплота сгорания низшая, кДж/м ³ , не менее	31800	По ГОСТ 22667
2. Относительная плотность к воздуху	0,55-0,70	По ГОСТ 22667
3. Расчетное октановое число газа (по моторному методу), не менее	105	По п. 6.4
4. Концентрация сероводорода, г/м ³ , не более	0,02	По ГОСТ 22387.2
5. Концентрация меркаптановой серы, г/м ³ , не более	0,036	По ГОСТ 22387.2
6. Масса механических примесей в 1 м ³ , не более	1,0	По ГОСТ 22387.4
7. Суммарная объемная доля негорючих компонентов, %, не более	7,0	По ГОСТ 23781
8. Объемная доля кислорода, %, не более	1,0	По ГОСТ 23781
9. Концентрация паров воды, мг/м ³ , не более	9,0	По ГОСТ 200060, раздел 2

Кроме того, не формулируются требования к мониторингу качества продукции, регистрации предупреждающих и корректирующих мероприятий. Обсуждены недостатки в оформлении сертификатов соответствия, выдаваемых органами по сертификации продукции в Системе сертификации ГОСТ Р, включающие выдачу сертификатов на продукцию, не подлежащую сертификации, некорректную идентификацию продукции и отсутствие кода ОКП в сертификате, а также ошибки в указании НД, определяющих требования к продукции и др. Продемонстрировано, что повышение уровня МО испытаний стало в настоящее время одной из ключевых задач современной метрологии. Проанализированы направления повышения точности методик измерений, применяемых при контроле качества УВГП. Показано, что основными показателями точности этих методик до последнего времени являлись показатели сходимости (r) и воспроизводимости (R) получаемых с их помощью результатов. При этом, характеристики систематических погрешностей при контроле качества УВГП, как правило, не оценивались, что не в полной мере соответствует современным требованиям к методикам измерений, предполагающим представление характеристик суммарной погрешности измерений.

Показано, что для оценки систематических составляющих погрешности методик измерений, применяемых при контроле качества УВГП, оптимальным является применение стандартизированной методики измерений. Предложена процедура аттестации методики измерений, предназна-

ченной для контроля качества УВГП, с использованием стандартизированной методики, включающая экспериментальные и расчетные этапы с оценкой доверительных границ погрешности аттестуемых методик измерений.

Известно, что при арбитражных измерениях и при измерениях показателей качества УВГП поставщиками и получателями сопоставляются результаты измерений разных лабораторий. Показано, что различия в результатах измерений обусловлены только погрешностями измерений, если выполняется следующее условие:

$$|\bar{x}_2 - \bar{x}_1| \leq \sqrt{R^2 - r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2} \right)}, \quad (1)$$

$$\text{где } \bar{x}_1 = \frac{1}{n_1} \sum_{i=1}^{n_1} x_{1,i}, \quad \bar{x}_2 = \frac{1}{n_2} \sum_{i=1}^{n_2} x_{2,i}.$$

Если выполняются однократные измерения, то тогда проверяют условие:

$$|x_2 - x_1| \leq R. \quad (2)$$

Рассмотрены пути повышения уровня МО сертификационных испытаний УВГП. Исходя из результатов анализа существующей НД и рекомендаций по проведению сертификации продукции, а также на основе накопленного специалистами практического опыта по сертификации УВГП, показано, что состав выполняемых проверок при сертификации должен быть дополнен, как минимум, оценкой состояния МО производства, в частности, в части МО испытаний.

Впервые подробно исследован и обоснован выбор показателей достоверности способов оценивания качества УВГП. Проведена теоретическая оценка рисков изготовителя и потребителя. Показано, что ограниченная точность измерений при испытаниях УВГП оказывает влияние на достоверность результатов контроля соответствия в тех случаях, когда интервал возможных значений погрешности измерений превышает норму, установленную для значений определяемой (контролируемой) характеристики. Рассмотрены возможные ошибки 1-го рода, когда годную продукцию признают негодной, и ошибки второго 2-го рода, когда негодную продукцию признают годной. Показано, что если определяемой характеристикой при испытаниях продукции является содержание примесного компонента, то результат контроля считают положительным (продукция признаётся годной), если:

$$X_{\text{и}} \leq X^{\text{н}}, \quad (3)$$

где $X_{\text{и}}$ – результат измерений; $X^{\text{н}}$ – норма на содержание примесного компонента.

В том случае, когда содержание компонента выражено в % (по объёму или массе), индивидуальный и средний риски изготовителя в этом случае могут быть описаны выражениями (4) и (5), индивидуальный и средний риск потребителя – выражениями (6) и (7):

$$P_u = \int_0^{x''} f(x) f_{\text{и}}(x_{\text{и}} - x) dx / \int_0^{100} f(x) f_{\text{и}}(x_{\text{и}} - x) dx \quad (4)$$

$$\bar{P}_u = 1 - \int_0^{x''} \int_{-\infty}^{x''} f(x) f_{\text{и}}(x_{\text{и}} - x) dx_{\text{и}} dx / \int_0^{x''} f(x) dx \quad (5)$$

$$P_n = 1 - \int_0^{x''} f(x) f_{\text{и}}(x_{\text{и}} - x) dx / \int_0^{100} f(x) f_{\text{и}}(x_{\text{и}} - x) dx \quad (6)$$

$$\bar{P}_n = 1 - \int_0^{x''} \int_{-\infty}^{x''} f(x) f_{\text{и}}(x_{\text{и}} - x) dx_{\text{и}} dx / \int_0^{100} \int_{-\infty}^{x''} f(x) f_{\text{и}}(x_{\text{и}} - x) dx_{\text{и}} dx \quad (7)$$

где $f(x)$ - плотность вероятности содержания примесного компонента,
 $f_{\text{и}}(x_{\text{и}}-x)$ - плотность вероятности погрешности измерений.

Продемонстрирована перспективность применения диаграмм ПДС при проведении сертификации УВГП (рис. 3, 4). Показано, что с их помощью можно существенно ускорить анализ состояния производства УВГП, повысить вероятность выявления отклонений качества УВГП от нормативных требований, облегчить понимание требований и выводов эксперта.

Во второй главе на примерах чисто газовых, ГКМ и нефтегазовых месторождений УВ обоснован и проиллюстрирован процесс усложнения состава получаемой УВГП в зависимости от характеристик месторождений, содержащих УВ – ПГ и НПГ. Показано и проиллюстрировано усложнение состава УВГП при переходе от чисто газовых месторождений ($\text{CH}_4 \sim 94-99\%$), к ГКМ (в газовой фазе : CH_4 75-94 %, C_2H_6 – до 9,0 %, C_3H_8 – до 3,1 %, C_4H_{10} – до 1,0 %, $\text{C}_5\text{H}_{12+\text{в}}$ ~ до 2,0 %) и далее – к нефтегазовым месторождениям, содержащим НПГ (CH_4 30-96 %, C_2H_6 - до 21 %, C_3H_8 - до 22 %, C_4H_{10} – до 12 %, $\text{C}_5\text{H}_{12+\text{в}}$ – до 6 %).

Показано, что состав НПГ зависит от давления, под которым газ находится в скважине, а также от соотношения концентраций свободного газа из залежи и газа, выделяющегося из нефти при ее подъеме по скважине. Кроме того, состав НПГ нефтегазовых месторождений зависит от природы нефти, в которой они находятся, а также от принятой технологической схемы отделения УВ газов от нефти при выходе из скважины. Рассмотрено влияние температуры залежей нефтегазовых месторождений на химический состав НПГ.

На примере газов, вырабатываемых газо- и нефтеперерабатывающими организациями впервые показано влияние применяемых технологий на количество вырабатываемых газов и процессы усложнения состава УВГП.

Проиллюстрировано (табл. 3), что если в сравнительно простых технологических процессах гидроочистки образуются только предельные УВ (C_2H_6 27-34 масс. %, C_3H_8 21-24,5 масс.%, C_4H_{10} 20,5-41 масс. %), то, например, при каталитическом крекинге, кроме предельных, образуются еще и непредельные УВ, являющиеся ценным химическим сырьем для газохимии, такие как этилен (C_2H_4 4,0-6,0 масс. %), пропилен (C_3H_6 22-24 масс. %), бутилен (н- C_4H_8 14-15 масс. %) и изобутилен (изо- C_4H_8 6,0-10,5 масс. %), что наглядно иллюстрирует кардинальное влияние применяемых технологий на процессы усложнения УВГП.

На примере ГКМ проиллюстрировано совместное влияние характеристик ГКМ месторождений и применяемых технологий на процессы усложнения состава УВГП. Показано, что при переработке ГК с высоким содержанием нефтяных УВ в технологический процесс платформинга конденсата целесообразно включать процесс экстракции, что позволяет получать в составе УВ продукции дизельное топливо, жидкие парафины, этилен, пропилен, бутилены, бутадиен, бензол, толуол, ксилолы и этилбензол. В случае же переработки ГК с незначительным содержанием нефтяных УВ в ГКМ, рационально применять другой технологический процесс – пиролиз, в результате которого получают несколько иную номенклатуру УВ, в которой, например, отсутствуют жидкие парафины.

Показано, что основной компонент ПГ – метан, являясь ценным УВ топливом, одновременно является и основой для новых газохимических процессов, обеспечивая, в перспективе, неуклонный рост номенклатуры УВ продукции газовой отрасли, к которой относят не только УВГП, но и метанол, уксусную кислоту, формальдегид, олефины, этилен и пропилен, метилтретбутиловый эфир, карбамид, аммиак, аммиачную селитру и многие другие продукты (рис. 5). Представлена схема возможного газо-химического комбината, воплощающего современные технологии переработки метана.

Рассмотрены и обсуждены перспективы расширения номенклатуры УВГП за счет переработки НПГ. Показано, что в настоящее время за рубежом разработаны и внедрены в практику новые технологические процессы получения ценной УВГП из НПГ – ароматических углеводородов: бензола, толуола, ксилолов, этилбензола, ароматики $\text{C}_9+\text{в}$ и пр.

Отмечены новейшие отечественные разработки институтов РАН, которыми разработаны научно-методические основы новых технологий переработки НПГ в химические продукты и моторные топлива. Внедрение этих технологий в практику переработки НПГ позволит существенно расширить номенклатуру УВ продукции отечественной газовой отрасли

.Обсуждены новые технологические процессы предварительной подготовки НПГ, позволяющие существенно повысить эффективность его переработки с расширением номенклатуры УВ продукции, как, например, высокоэкономичная мембранная газоразделительная технология Российской компании ООО «Технологии Разделения», позволяющая выделять метан из состава НПГ.

Изложены современные способы очистки НПГ от нежелательных примесей других газов, в особенности, от H_2S , с получением дополнительного товарного продукта – гранулированной серы.

Представлен комплекс технологических схем, позволяющих решить проблему одновременной подготовки и утилизации НПГ в зависимости от целей и выбора заказчика. Показано, что в настоящее время отечественная газоперерабатывающая отрасль, в целом, пока еще основывается на первичных этапах переработки и получения продуктов прямой перегонки, включая прямогонный бензин, частичную переработку НПГ и очистку ПГ и НПГ от вредных примесей.

Показано, что традиционно в отечественной газохимии и нефтехимии в качестве основных сырьевых компонентов для производства УВ продукции всегда использовали продукты нефтепереработки. Однако, в последние годы и в перспективе продукты нефтехимии будут успешно заменены продукцией газопереработки, цепочка технологических переделов которой во многих случаях обладает значительными экономическими преимуществами перед процессами переработки нефтяных углеводородов.

Обоснована перспектива расширения производства отечественной газовой отрасли в самое ближайшее время, что приведет к кардинальному расширению номенклатуры УВ продукции этой отрасли. Проиллюстрирована складывающаяся новая структура мощного Российского комплекса переработки углеводородных нефтегазовых ресурсов и нефтегазохимии.

В третьей главе проведен анализ существующих методов оценки качества УВГП. Отмечено, что контроль качества УВГП производится для определения товарных и технологических характеристик, определяющих условия наиболее эффективного транспорта и подачи потребителям УВ, в частности, - ПГ. При этом, контроль осуществляется на соответствие нормам, установленным действующими стандартами. Для ПГ осуществляется контроль товарного газа, поступающего в МГ с промыслов и с ГПЗ, а также ПГ, транспортируемого по МГ.

Показано, что в настоящее время контроль качества ПГ включает, в целом (на разных объектах), определение таких показателей, как компонентный состав, плотность, теплота сгорания, число Воббе, точки росы по влаге и по УВ, содержание кислорода, сероводорода, меркаптановой и общей серы, механических примесей, интенсивности запаха. Кроме того, при контроле основных показателей технологических процессов обработки газа на УКПГ дополнительно определяется еще ряд показателей: концентрации насыщенного и регенированного ДЭГ, метанола, примесей в промстоках и пр.

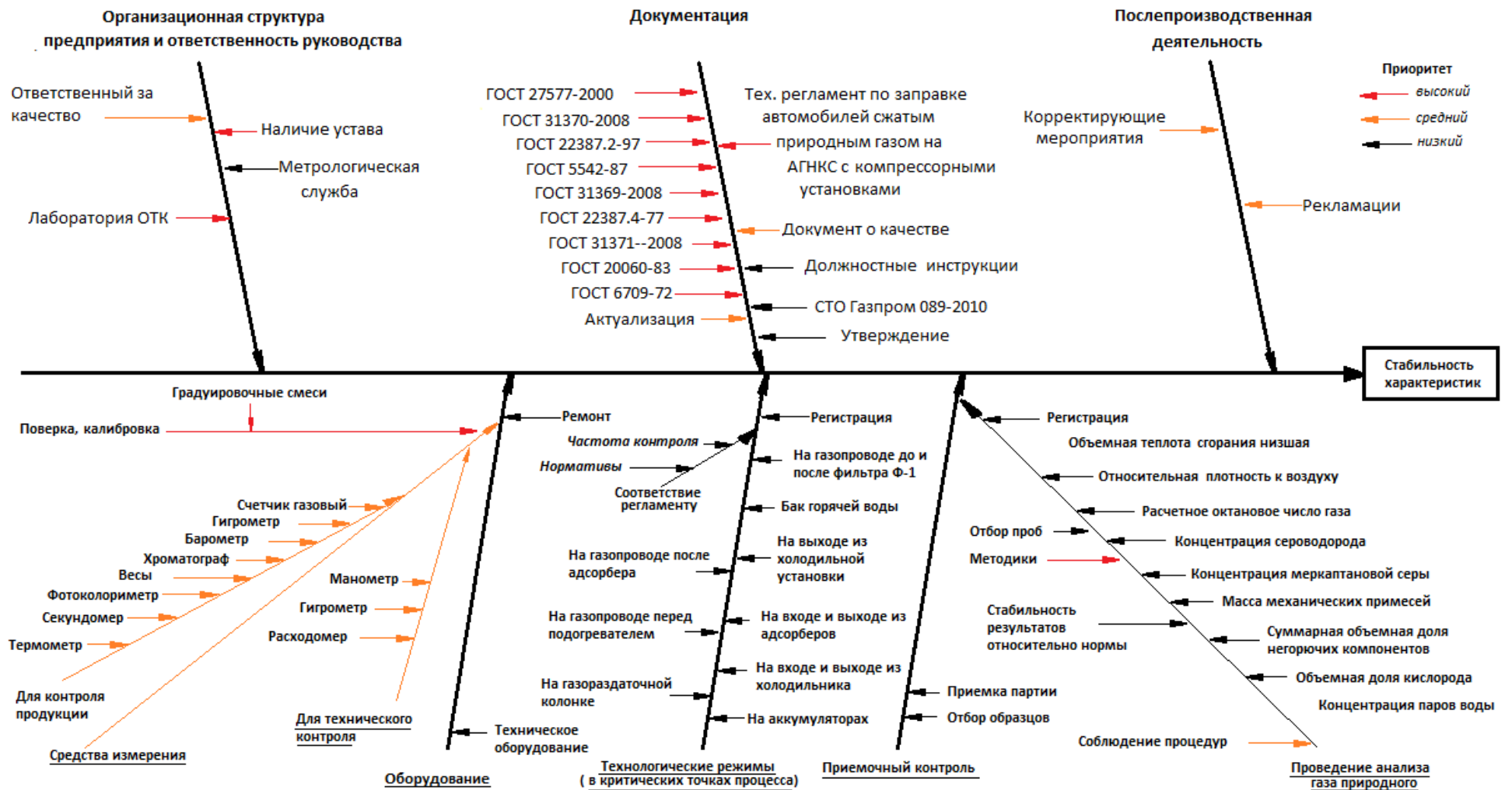


Рис. 4. ПСД при сертификации газа природного топливного компримированного для двигателей внутреннего сгорания по схеме 3а

Рассмотрены методы контроля всех этих показателей качества ПГ. Отмечена роль пробоотбора в контроле качества ПГ. Показано, что в отличие от ГОСТ 18917-82 (действовавшего до 1.01. 2010 г.) и предусматривавшего отбор проб от газовых систем, которые могли быть как гомогенными, так и гетерогенными, действующий в настоящее время ГОСТ 31370-2008 не распространяется на отбор проб жидких или многофазных потоков УВ газов. Отмечено, также, что действующий в настоящее время ГОСТ 5542-87 в части пробоотбора ссылается на отмененный ГОСТ 18917-82, а не на ГОСТ 31370-2008, что требует внесения соответствующих корректив в ГОСТ 5542-87. Изложены особенности выполнения пробоотбора ПГ при определении содержания H_2S , меркаптановой серы, метанола, гликолей, а также точек росы по влаге и углеводородам. Отмечено, что в настоящее время на газодобывающих предприятиях, наряду с применением ГОСТ 31370-2008, разрабатывают и широко используют собственные методики отбора проб (адаптированные к конкретным условиям технологических процессов), в основе которых лежат основные положения ГОСТ 18917-82.

Показано, что в настоящее время метод ГХ является основным методом анализа природных УВ газов и широко используется в газопромысловой практике. Отмечено, что в практику работы газовой отрасли успешно внедрена серия новых межгосударственных стандартов по определению состава ПГ методом ГХ с оценкой неопределенности – ГОСТ 31371.1-7-2008. Рассмотрены методы приготовления калибровочных газовых смесей, необходимых для определения компонентного состава УВ газов хроматографическим методом.

Показано, что при промышленной и заводской переработке ПГ и НПГ в газовой отрасли, помимо товарной УВГП, получают еще целый ряд жидких УВ продуктов: конденсаты, ШФЛУ, сжиженные газы, УВ фракции и чистые жидкие УВ, топлива для зажигалок, пропелленты, газовые бензины и дизельное топливо. Отмечено, что специальной НД, детально регламентирующей показатели качества этих УВ продуктов, в газовой отрасли еще не разработано, тогда как в нефтяной отрасли такой стандарт имеется.

Рассмотрены требования к качеству выпускаемых газовой отраслью конденсатов, ШФЛУ, сжиженных газов и смесей легких жидких УВ. Показано, что для характеристики качества этой УВ продукции обычно используются такие физико-химические показатели, как: давление насыщенных паров, УВ (и/или) фракционный состав, содержание меркаптановой серы и сероводорода, воды, щелочей, метанола, цвет и запах.

Проведен анализ 10 перспективных для газовой отрасли инструментальных методов оценки качества УВ продукции газовой отрасли: масс-спектрометрии, ХМС, ВЭЖХ, ИКС,

ААС, ЯМР, ЭПР, РФА, флуоресценции (люминесценции), а также методов, основанных на применении индуктивно-связанной плазмы с масс-спектрометрической или атомно-эмиссионной регистрацией. Проиллюстрированы возможности этих методов оценки качества на примерах нефтяных УВ. Показано, что все эти методы, безусловно, являются перспективными для опробования, разработки адаптированных методик и их внедрения в практику работы газовой отрасли.

Показано, что требования рынка к повышению качества продукции, как одному из ключевых инструментов улучшения конкурентной позиции предприятия, предполагают дальнейшее проникновение специализированных программных продуктов в испытательные лаборатории, занятые контролем качества этой продукции. Рассмотрены вопросы компьютеризации испытательных лабораторий при построении систем обеспечения качества испытаний УВГП и жидкой УВ продукции газовой отрасли, а также компьютерные программы, предназначенные для решения общелабораторных задач в таких испытательных лабораториях. Отмечено, что в лабораториях, занятых испытанием УВ продукции, компьютеризации подлежат такие виды лабораторной деятельности, как управление испытательными приборами, занятыми измерением параметров УВ продукции, градуировка методик и расчет результатов измерений, оценка метрологических характеристик методик при их постановке в лаборатории («валидация» методик), проверка приемлемости и контроль стабильности результатов, регистрация поступающих в лабораторию проб УВ продукции и отслеживание их движения внутри лаборатории, учет и хранение документов, учет реактивов, материалов и СО, контроль состояния СИ, испытательного и вспомогательного оборудования и многое другое.

Представлена классификация программ для компьютеризации лабораторий. Проиллюстрировано, что «офисные» и простые кустарные программы постепенно вымываются из обихода испытательных лабораторий, а использование основных программ пакета Microsoft Office (Word, Excel и др.) носит все более ограниченный характер. Показано, что LIMS в обозримом будущем, как и сейчас, будут иметь весьма ограниченное применение, а основным путем компьютеризации аналитических испытательных лабораторий останется использование специализированных программ (компьютеризация «блоками»), позволяющих полностью удовлетворять современным требованиям к системе обеспечения качества лабораторий при минимальных затратах финансовых и трудовых ресурсов. Рассмотрены вопросы компьютеризации современных испытательных приборов и автоматизации измерений при испытаниях УВ продукции.

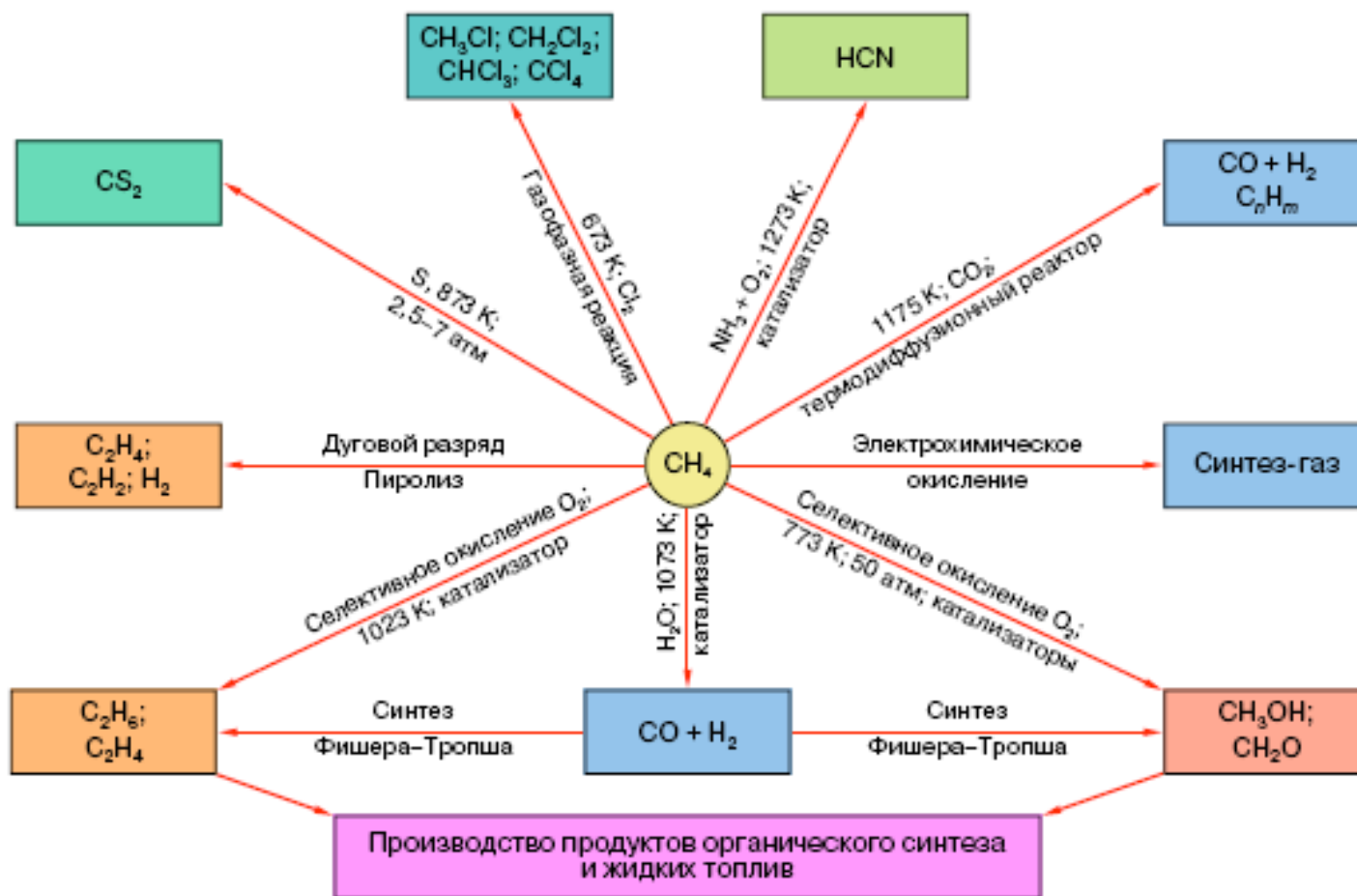


Рис. 5. Принципиальная схема производства широкой номенклатуры химических продуктов из метана

Таблица 3. Типовой состав газов (масс. %), вырабатываемый НПЗ по различным технологиям

Компоненты газа	Термический крекинг мазута под давлением	Коксование		Каталитический крекинг		Пиролиз бензина при 750 °С	Каталитический риформинг		Гидрокрекинг тяжелого газойля	Гидроочистка дизельных фракций
		замедленное	в кипящем слое	бензиновый (обычный) режим	газовый (жесткий) режим		обычный режим	жесткий режим		
H ₂ + CO ₂	0,2	0,4	1,5	2,5	1,0	16,0	8,5	5,5	—	—
CH ₄	16,0	32,5	26,5	11,0	9,5	34,4	5,0	12,5	27,0	34,0
C ₂ H ₄	2,5	4,5	12,5	6,0	4,0	29,3	—	—	—	—
C ₂ H ₆	17,0	21,5	20,0	8,0	5,0	5,0	9,5	24,5	21,0	24,5
C ₃ H ₆	9,0	4,0	12,5	22,0	24,0	10,5	—	—	—	—
C ₃ H ₈	21,5	15,0	11,0	12,5	9,5	0,2	38,0	32,0	41,0	20,5
<i>изо</i> -C ₄ H ₁₀	4,5	2,2	5,0	6,0	10,5	1,3	—	—	—	—
<i>н</i> -C ₄ H ₁₀	9,8	4,4	5,0	14,0	15,0	1,2	—	—	—	—
<i>изо</i> -C ₅ H ₁₂	5,0	7,0	0,7	14,0	16,5	—	19,0	11,0	} 11,0	} 21,0
<i>н</i> -C ₅ H ₁₂	14,5	8,5	4,6	4,0	4,0	0,5	20,0	14,5		
C ₆ H ₆	—	—	0,7	—	1,0	1,5	—	—	—	—
Сумма непредельных	25,8	15,1	35,7	48,0	53,5	43,8	—	—	—	—
Выход газа, масс. % на сырье	7	7	12	17	30	77	12	23	1,8	0,8

В четвертой главе рассмотрено состояние с выпуском СО для контроля качества углеводородных газов и УВГП в РФ. Показано, что выпускаемая в нашей стране номенклатура СО, в целом, обеспечивает высокий метрологический уровень контроля качества УВ газов. В то же время, отмечено, что отсутствуют СО состава, специально предназначенные для контроля состава УВ газов нефтепереработки и НПГ.

Проиллюстрировано, что состав газов нефтепереработки и НПГ значительно отличается от состава ПГ чисто газовых месторождений и ГКМ, прежде всего, меньшим содержанием CH_4 и, соответственно, большим содержанием других, более тяжелых углеводородов. Показано, что газы, вырабатываемые на НПЗ (рассмотрены современные технологии каталитического крекинга и риформинга, гидрокрекинга, гидроочистки, термического крекинга и др.), кардинально отличаются по составу от других УВ газов наличием непредельных углеводородов, таких как этилен, пропилен, бутилены и пр. Таким образом, существующие СО для ПГ не являются адекватными по составу газам нефтепереработки, для которых целесообразно разработать и создать адекватные стандартные образцы. Показано, что необходимость в создании новых, адекватных по составу СО существует и для НПГ (особенно, с относительно малым содержанием CH_4), которые являются стратегически важным сырьевым ресурсом для развития отечественной нефтехимии. Сформулированы требования к составу и диапазонам концентраций компонентов СО УВ газов НПГ и нефтепереработки (табл. 4, 5).

Рассмотрены и обсуждены особенности производства и требования к СО жидких УВ, вырабатываемых в газовой отрасли. Показано, что в настоящее время отсутствует единая НД и почти нет СО для контроля качества широкого ассортимента товарной жидкой УВ продукции, вырабатываемой в газовой отрасли. Отмечено, что на практике в газовой отрасли для характеристики качества жидких УВ продуктов газопереработки обычно используют такие физико-химические показатели, как давление насыщенных паров, углеводородный (или фракционный) состав, содержание меркаптановой серы и сероводорода, воды, щелочей, метанола, а также такие показатели, как цвет, запах и другие, однако, при этом отсутствует единая НД и отдельные предприятия газовой отрасли вынуждены разрабатывать свои ТУ на эту продукцию.

Сформулированы предложения по созданию НД и СО по ряду конкретных видов жидкой УВ продукции газовой отрасли. Так, показано, что за основу при разработке СО и единой НД на требования к качеству стабильного конденсата целесообразно принять за основу требования ОСТ 51.65-80 (с изменениями) с учетом требований ГОСТ 1756-2000 (ИСО 3007-99), ГОСТ 2477-65, ГОСТ 19121-73, ГОСТ 17323-71, ГОСТ 21534-76, ГОСТ 6370-83 и ГОСТ 3900-85, а также СТО Газпром 089-2010. Для ШФЛУ обоснована необходимость доработки ТУ 38.101524-93 с обязательным введением в них требований на допустимое содержание *метанола* и *гликолей*. Соответ-

ственно, создаваемые СО для контроля качества ШФЛУ, также, должны содержать в своем составе эти компоненты.

Таблица 4. Требования к составу и диапазонам концентраций компонентов СО НПГ

Компонент СО для НПГ	Диапазон концентраций, об. %
CH ₄	28,0 – 97
C ₂ H ₆	0,5 – 21,0
C ₃ H ₈	0,2 – 22,0
C ₄ H ₁₀	0,1 – 13,0
C ₅ H ₁₂	0,6 – 6,0
N ₂	0,1 – 30,0
CO ₂	0,1 – 5,0
H ₂ S	0,1 – 3,0

Рассмотрены актуальные вопросы разработки и создания СО состава углеводородной продукции, требующие немедленного решения. Отмечено, что состояние современной нормативной базы в области разработки, создания и практического использования СО состава в последние годы отличается достаточной сложностью, а также некоторой неопределенностью и непоследовательностью. Рассмотрены причины этой сложной ситуации и даны рекомендации для пользователей СО состава УВГП, включающие применение:

- ГСО только серийного производства;
- ГСО, для которых доступна информация о методе аттестации СО, используемых для этого первичных (образцовых, эталонных) СИ и СО, а также о прослеживаемости этих ГСО;
- «первичных» ГСО, аттестуемых «первичными методами», либо «вторичных» ГСО, для аттестации которых используются «первичные» ГСО;
- ГСО состава только тех производителей, которые имеют действующую на сегодняшний день лицензию Росстандарта на право производства этих ГСО.

Представлены материалы по разработке (впервые) стандартных образцов состава смесей : метанола в метане, имитатора состава бензина и имитатора состава нестабильного газового конденсата (ГСО-КНГ-1 и ГСО-КНГ-2), имитатора газа деэтанзации.

В пятой главе рассмотрены вопросы качества услуг и особенности трубопроводного транспорта, применяемого для транспортировки УВГП. Показано, что качество услуг ТРТ обусловлено такими свойствами как сохранность груза, срок доставки и стоимость этой услуги. Проиллюстрировано, что блок измерений является основным звеном системы управления качеством ТРТ УВ, так как не только качество услуг, но и экономика ТРТ тесно связаны с уровнем измере-

ний его основных производственных процессов. Обосновано, что одним из важнейших резервов повышения эффективности углеводородного ТРТ является совершенствование измерительных технологий и метрологического обеспечения.

Таблица 5. Требования к составу и диапазонам концентраций компонентов СО газов нефтепереработки

Компонент СО для контроля газов нефтепереработки	Диапазон концентраций, масс. %
$H_2 + CO_2$	0,2 - 16
CH_4	5,0 - 35
C_2H_4	2,5 - 30
C_2H_6	5,0 - 25
C_3H_6	4,0 - 25
C_3H_8	0,1 - 42
<i>изо</i> - C_4H_8	1,0 - 11
<i>н</i> - C_4H_8	1,0 - 15
<i>изо</i> - C_4H_{10}	0,5 - 20
<i>н</i> - C_4H_{10}	0,5 - 20
C_4H_6	0,5 - 2,0

Показано, что ТРТ УВ (включая магистральные трубопроводы) имеет отличную от других видов транспорта иерархию свойств, обуславливающих качество услуг, поскольку в ТРТ сложнее, чем в других видах транспорта, решить проблему обеспечения качества и количества транспортируемых грузов. Обосновано, что при транспортировании УВГП может происходить изменение качества газа по ряду причин: из-за коррозии внутренней поверхности трубопроводов, испарения легколетучих фракций в резервуарах, нарушений технологических требований, смешения различных партий газов (из разных месторождений), отличающихся по химическому составу и т.п. Показана особая значимость коррозионного эффекта не только из-за разрушения конструкционных материалов газопроводов, но и из-за изменения химического состава УВГП в тех случаях, когда в транспортируемой продукции содержится сероводород.

Показано, что основным признаком, отличающим ТРТ от других видов транспорта, является его технология, предусматривающая пространственную и временную непрерывность УВ продукции. Отмечено, что система Российского ТРТ углеводородов (включая магистральные, местные и внутренние промысловые трубопроводы) в своей совокупности представляет собой разме-

щенный на территории нашей страны огромный интегрированный измерительно-технологический комплекс, в котором определяющим звеном применяемых технологий является непрерывный измерительный мониторинг параметров транспортируемых УВ, а также состояния оборудования ТРТ. Предложены методы защиты конструкционных материалов промышленных сооружений и газопроводов от сероводородной коррозии. Показано, что наиболее радикальным методом борьбы с H_2S -коррозией является удаление из УВ газа сероводорода и влаги. Обсуждены зарубежные подходы к проблеме борьбы с H_2S -коррозией материалов, применяемых для добычи и транспортировки ПГ и НПГ с высоким содержанием H_2S . Показано, что в США и Канаде основные усилия направлены на очистку ПГ и НПГ от сероводорода с получением элементарной серы и другой полезной продукции, например, серных бетонов. Во Франции и ряде других стран применяют трубы из специальных низколегированных сталей, стойких к сульфидному растрескиванию. Приведены примеры марок и химического состава таких сталей. Рассмотрена широкая номенклатура различных стальных и титановых труб, выпускаемых отечественной промышленностью для газовой, нефтеперерабатывающей и нефтехимической отраслей промышленности.

Подробно рассмотрены принципы построения системы измерений ТРТ углеводородов. Показано, что измерения необходимы для определения количества и качества УВ, поступающих от каждого поставщика из мест их добычи, а также - количества и качества углеводородов, поставляемых заказчиком. Проиллюстрировано, что при коммерческом учете УВ осуществляется измерительный контроль большого количества различных параметров, определяющих качество продукции, результаты которого являются основанием для заключения о соответствии поставляемой партии углеводородов установленным требованиям.

Проанализирована проблема обеспечения достоверности измерений показателей качества УВГП, транспортируемой по газопроводам. Рассмотрены статистические ошибки измерительного контроля 1-го рода, когда бракуется фактически годная продукция, и 2-го рода, - когда признается годной фактически негодная УВ продукция. Показано, что, если контролируемый параметр продукции имеет значение x , а погрешность его измерения - $x_{и}$, то возможны ошибки контроля, обусловленные случайным характером этих значений. Как указывалось выше, ошибка 1-го рода заключается в том, что будет забракована фактически годная продукция. Пусть $[\Delta_1, \Delta_2]$ - область допускаемых значений контролируемого параметра. Тогда для возникновения этой ошибки необходимо выполнение следующих условий: $\Delta_1 \leq x \leq \Delta_2$ (это означает, что параметр продукции соответствует установленным требованиям) и $x + x_{и} > \Delta_2$ или $x + x_{и} < \Delta_1$ (по результатам измерений параметр признан не соответствующим этим требованиям).

Ошибка 2-го рода заключается в признании годной фактически негодной продукции. Для этого необходимо выполнение следующих условий: $x > \Delta_2$ или $x < \Delta_1$ (параметр не соответствует установленным требованиям) и $\Delta_1 \leq x + x_u \leq \Delta_2$ (по результатам измерений параметр признан соответствующим этим требованиям). Поскольку эти ошибки носят случайный характер, их оценивают вероятностным способом. Полная группа событий, характеризующих результат контроля, определяется выражением:

$$\Omega = \mathcal{G}_{11} \cup \mathcal{G}_{22} \cup \mathcal{G}_{12} \cup \mathcal{G}_{21}, \quad (8)$$

в котором события \mathcal{G}_{ij} характеризуются следующими 4 неравенствами:

$\mathcal{G}_{11} = \{ \Delta_1 \leq x \leq \Delta_2 \text{ и } \Delta_1 \leq x + x_u \leq \Delta_2 \}$ - фактически годная продукция по результатам контроля признана годной,

$\mathcal{G}_{22} = \{ [x < \Delta_1 \text{ и } x + x_u < \Delta_1] \text{ или } [x > \Delta_2 \text{ и } x + x_u > \Delta_2] \}$ - фактически негодная продукция по результатам контроля забракована,

$\mathcal{G}_{12} = \{ \Delta_1 \leq x \leq \Delta_2 \text{ и } [x + x_u < \Delta_1 \text{ или } x + x_u > \Delta_2] \}$ - фактически годная продукция по результатам контроля забракована (ошибка 1-го рода),

$\mathcal{G}_{21} = \{ [x < \Delta_1 \text{ или } x > \Delta_2] \text{ и } \Delta_1 \leq x + x_u \leq \Delta_2 \}$ - фактически негодная продукция по результатам контроля признана годной (ошибка 2-го рода).

Найдем выражения для вычисления вероятностей этих ошибок $P_1 = P(\mathcal{G}_{12})$ и $P_2 = P(\mathcal{G}_{21})$. Для этого введем обозначения: $f(x)$ - плотность распределения значений x , $f_u(x_u/x)$ - условная плотность распределения погрешности измерений x_u при условии, что контролируемое значение равно x . Как отмечено выше, для ошибки 1-го рода нужно, чтобы $\Delta_1 \leq x \leq \Delta_2$, и, кроме того, $x_u > \Delta_2 - x$ или $x_u < \Delta_1 - x$. Следовательно, в соответствии с формулой полной вероятности вероятность этого события равна:

$$P_1 = \int_{\Delta_1}^{\Delta_2} \int_{-\infty}^{\Delta_1 - x} f(x) f_u(x_u/x) dx_u dx + \int_{\Delta_1}^{\Delta_2} \int_{\Delta_2 - x}^{\infty} f(x) f_u(x_u/x) dx_u dx. \quad (9)$$

Для ошибки 2-го рода нужно, чтобы выполнялись условия $x > \Delta_2$ или $x < \Delta_1$, и, кроме того, $\Delta_1 - x \leq x_u \leq \Delta_2 - x$. Поэтому вероятность ошибки 2-го рода равна :

$$P_2 = \int_{-\infty}^{\Delta_1 - x} \int_{\Delta_1 - x}^{\Delta_2 - x} f(x) f_u(x_u/x) dx_u dx + \int_{\Delta_2}^{\infty} \int_{\Delta_2 - x}^{\Delta_1 - x} f(x) f_u(x_u/x) dx_u dx. \quad (10)$$

Иногда эти события оценивают условными вероятностями. Условная вероятность того, что продукция будет забракована, хотя она фактически является годной, по формуле условной вероятности равняется:

$$P_{Б/Г} = \frac{P_1}{P_Г}, \text{ где } P_Г = \int_{A_1}^{A_2} f(x) dx \quad (11)$$

Аналогично условная вероятность того, что продукция будет признана годной при условии, что она фактически негодная, равняется:

$$P_{Г/Б} = \frac{P_2}{P_Б}, \text{ где } P_Б = \int_{-\infty}^{A_1} f(x) dx + \int_{A_2}^{\infty} f(x) dx = 1 - P_Г \quad (12)$$

Вероятности P_1 и P_2 , равно как и $P_{Г/Б}$ и $P_{Б/Г}$, называют **показателями качества измерительного контроля**. С точки зрения теории вероятностей, P_1 и P_2 являются априорными вероятностями, а $P_{Г/Б}$ и $P_{Б/Г}$ – апостериорными. Поэтому разница между этими парами показателей заключается в том, что первые оценивают долю неверно аттестованных объектов в партии, поступающей на контроль, а вторые – в партиях, признанных по результатам контроля годной и бракованной. При стабильном ходе любого технологического процесса разброс параметров изготавливаемой продукции подчинен нормальному распределению с математическим ожиданием m и средним квадратическим отклонением (СКО) σ :

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-m)^2}{2\sigma^2}} \quad (13)$$

Поэтому:

$$P_Г = \Phi\left(\frac{A_2 - m}{\sigma}\right) - \Phi\left(\frac{A_1 - m}{\sigma}\right), \quad (14)$$

где $\Phi(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^x e^{-0.5t^2} dt$ - интегральная функция нормального распределения со средним, равным нулю, и СКО, равным 1 (табулированная функция), и :

$$P_Б = 1 - \Phi\left(\frac{A_2 - m}{\sigma}\right) + \Phi\left(\frac{A_1 - m}{\sigma}\right). \quad (15)$$

В общем случае погрешность измерений x_n зависит от измеряемого значения x . Обычно абсолютную погрешность СИ представляют в виде двучленной формулы $x_{СИ} = a + bx$, где первое слагаемое – аддитивная составляющая погрешности, второе – мультипликативная. Однако, в одной партии, поступившей на контроль, колебания контролируемого параметра, и, следовательно, погрешности его измерений будут незначительны. Поэтому примем следующее допущение:

$$f(x_n / x) = f(x_n) \quad (16)$$

Примем также, что плотность распределения погрешности измерений $f(x_n)$ распределена по нормальному закону с математическим ожиданием m_n и СКО σ_n . Тогда :

$$P_1 = \int_{\Delta_1}^{\Delta_2(\Delta_1-x)} \int_{-\infty}^{\Delta_2} f(x)f_n(x_n)dx_n dx + \int_{\Delta_1(\Delta_2-x)}^{\Delta_2} \int_{\Delta_1}^{\infty} f(x)f_n(x_n)dx_n dx = \int_{\Delta_1}^{\Delta_2} f(x)\Phi\left(\frac{\Delta_1-x-m_n}{\sigma_n}\right)dx + \int_{\Delta_1}^{\Delta_2} f(x)[1-\Phi\left(\frac{\Delta_2-x-m_n}{\sigma_n}\right)]dx \quad (17)$$

Подставим в эту формулу приведенное выше выражение $f(x)$ и сделаем подстановку $y = \frac{x-m}{\sigma}$. Тогда :

$$P_1 = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{\frac{\Delta_1-m}{\sigma}}^{\frac{\Delta_2-m}{\sigma}} e^{-0,5y^2} [1-F(y)]dy, \quad (18)$$

где

$$F(y) = \Phi\left(\frac{\Delta_2-m-m_n-y\sigma}{\sigma_n}\right) - \Phi\left(\frac{\Delta_1-m-m_n-y\sigma}{\sigma_n}\right). \quad (19)$$

Аналогично:

$$P_2 = \int_{-\infty(\Delta_1-x)}^{\Delta_1(\Delta_2-x)} \int_{\Delta_2}^{\infty} f(x)f_n(x_n)dx_n dx + \int_{\Delta_2(\Delta_1-x)}^{\infty(\Delta_2-x)} \int_{\Delta_1}^{\infty} f(x)f_n(x_n)dx_n dx = \int_{-\infty}^{\Delta_1} f(x)[\Phi\left(\frac{\Delta_2-x-m_n}{\sigma_n}\right) - \Phi\left(\frac{\Delta_1-x-m_n}{\sigma_n}\right)]dx + \int_{\Delta_2}^{\infty} f(x)[\Phi\left(\frac{\Delta_2-x-m_n}{\sigma_n}\right) - \Phi\left(\frac{\Delta_1-x-m_n}{\sigma_n}\right)]dx = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \left[\int_{-\infty}^{\frac{\Delta_1-m}{\sigma}} e^{-0,5y^2} F(y)dy + \int_{\frac{\Delta_2-m}{\sigma}}^{\infty} e^{-0,5y^2} F(y)dy \right], \quad (20)$$

Формулы (18, 20) являются наиболее общими выражениями для оценки статистических ошибок измерительного контроля. Однако в таком виде для оценки достоверности измерительного контроля качества УВ их использовать неудобно, так как для их параметров, как правило, устанавливается только одна граница годности – нижняя или верхняя. Поэтому преобразуем эти выражения применительно к поставленной задаче.

НУ, - для ОЧ бензинов и ЦЧ дизельного топлива, фракционного состава и вязкости топочных мазутов, температур фазовых переходов (помутнение, застывание и пр.) нормируются нижние границы допускаемых значений (не менее). Поэтому, для того, чтобы рассчитать P_1 и P_2 для измерительного контроля этих показателей, необходимо положить в формулах $\Delta_1 = \Delta$, $\Delta_2 = \infty$. Учитывая, что при этом $F(y) = 1 - \Phi\left(\frac{\Delta-m-m_n-y\sigma}{\sigma_n}\right)$, получим более простые выражения:

$$P_1 = R_1(\Delta), \quad P_2 = R_2(\Delta), \quad (21)$$

$$\text{где } R_1(\Delta) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \cdot \int_{\frac{\Delta-m}{\sigma}}^{\infty} e^{-0,5y^2} \Phi\left(\frac{\Delta-m-m_u-y\sigma}{\sigma_u}\right) dy,$$

$$R_2(\Delta) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \cdot \int_{\frac{m-\Delta}{\sigma}}^{\infty} e^{-0,5y^2} \Phi\left(\frac{m-\Delta+m_u-y\sigma}{\sigma_u}\right) dy.$$

Для многих других показателей (содержания воды, серы, и механических примесей, давления насыщенных паров, температуры вспышки и пр.) нормируются верхние границы допускаемых значений (не более Δ). Поэтому, для того, чтобы рассчитать $P_{Б/Г}$ и $P_{Г/Б}$ контроля этих показателей, необходимо положить в формулах (18, 20) $\Delta_1 = -\infty$, $\Delta_2 = \Delta$. Учитывая, что при этом $F(y) = \Phi\left(\frac{\Delta-y\sigma-m-m_n}{\sigma_n}\right)$, получим:

$$P_1 = R_2(\Delta), \quad P_2 = R_1(\Delta). \quad (22)$$

Теперь упростим полученные выражения. Выше указывалось, что в условиях стабильного производства параметр продукта, поступающего на контроль, распределен по нормальному закону со средним значением m и СКО σ . Следовательно, $k = \frac{\Delta-m}{\sigma}$ является квантилью нормального распределения. У параметров, имеющих нижний предел допускаемых значений, при нормальном ходе технологического процесса $m > \Delta$. Поэтому для них $k = \frac{m-\Delta}{\sigma}$. У параметров, имеющих верхний предел допускаемых значений, наоборот, $m < \Delta$. Поэтому для них $k = \frac{\Delta-m}{\sigma}$. Далее, m_n является систематической погрешностью измерений, σ_n – СКО случайной погрешности измерений.

Примем за положительное направление систематической погрешности измерений направление от любой точки области допускаемых значений контролируемого параметра к границе этой области. Обозначим через $u = \frac{m_n}{\sigma_n}$ коэффициент, характеризующий соотношение систематической и случайной составляющих распределения (в некоторых изданиях он называется коэффициентом вариации распределения), через $\alpha = \frac{\sigma_n}{\sigma}$ – соотношение СКО погрешности измерений и СКО разброса значений параметра продукции. Тогда вероятности измерительных ошибок в обоих случаях рассчитываются по одинаковым формулам:

$$P_1 = \int_{-k}^{\infty} f(y) \Phi\left(-\frac{k+y}{\alpha} + u\right) dy, \quad (23)$$

$$P_2 = \int_k^{\infty} f(y) \Phi\left(\frac{k-y}{\alpha} - u\right) dy, \quad (24)$$

где $f(y) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-0.5y^2}$ - плотность нормального распределения, имеющего математическое ожидание $m = 0$ и СКО $\sigma = 1$ (табулированная функция).

Параметры u и α характеризуют систематическую и случайную погрешности измерений, соответственно.

В работе показано, также, что снижение СКО случайной погрешности измерений является эффективным способом повышения их достоверности. Проведен анализ статистических ошибок поверки СИ, применяемых при контроле качества транспортируемой УВ продукции. Рассмотрены статистические ошибки контроля при дублировании измерений поставщиком и получателем транспортируемой УВПП. Проиллюстрировано, что при коммерческих расчетах за УВ продукцию проблема статистических ошибок измерительного контроля часто усложняется, так как помимо ошибок 1-го рода и 2-го рода возникают еще статистические ошибки 3-го рода, заключающиеся в расхождении результатов контроля поставщика и получателя, то есть в признании поставщиком продукции (которая может быть как годной, так и бракованной) соответствующей условиям контракта, а получателем – не соответствующей.

Показано, что при двойном контроле параметров УВ продукции поставщик и получатель находятся в неравном положении, так как практически только поставщик несет потери из-за ошибок измерительного контроля. Показано, что при статистических ошибках контроля 3-го рода разногласия между поставщиком и получателем УВПП целесообразно разрешать путем проведения дополнительной серии измерений и усреднения полученных результатов, а если этого недостаточно, - привлечь 3-ю сторону для выполнения анализа контрольной пробы с усреднением результатов измерений всех 3-х сторон.

Проведен анализ 2-х возможных подходов к формированию шкал качества (ступенчатой и непрерывной) в условиях, когда значение показателей качества определяются в результате измерений, а в качестве критерия оптимальности решения этих задач принят минимум потерь при взаимных расчетах между поставщиками и получателями углеводородов. Показано, что при использовании ступенчатой шкалы качества необходимо стремиться к тому, чтобы действительные значения показателя качества находились на достаточном удалении от границ интервалов. Применение непрерывной шкалы качества требует согласования результатов измерений при сдаче-приемке УВ продукции, установления единых обоснованных требований к точности контрольных и арбитражных измерений, проведения межлабораторных сличений и пр.

Основные результаты диссертации

Обобщен отечественный опыт и дан анализ недостатков существующей национальной системы МО испытаний УВГП с учетом международного опыта в данной области, тенденций развития методов и МО испытаний аналогичной продукции в развитых странах и выявленных текущих и перспективных потребностей национального социально-экономического комплекса с учетом ряда нерешенных актуальных измерительных проблем в этой области. Показано, что главными проблемами сертификации УВГП, чистых углеводородных газов и газовых смесей, НПГ на современном этапе является недоработанность (несогласованность) нормативной базы УВ продукции газовой отрасли, что выражается в отсутствии единых требований к ее качеству, а также, в ряде случаев, - в недостаточной точности определений компонентного состава испытываемых проб.

Показано, что особенности и недостатки существующей нормативной базы не позволяют обеспечить достаточную точность измерений количества нефтяного попутного газа. Продемонстрировано, что проблемы с точностью определений компонентного состава, влияющие на результаты испытаний УВГП возникают уже на стадии отбора проб. Обоснована необходимость повышения, в целом, уровня метрологического обеспечения сертификационных испытаний УВГП.

Представлены материалы по впервые разработанному межгосударственному стандарту «Государственная система обеспечения единства измерений. Лабораторные и потоковые хроматографы для контроля углеводородного состава сжиженных углеводородных газов. Методика поверки» (1 редакция).

На примерах чисто газовых, ГКМ и нефтегазовых месторождений углеводородов обоснован и проиллюстрирован процесс усложнения состава получаемой УВ газовой продукции в зависимости от характеристик месторождений и применяемых технологий подготовки и переработки. Обоснована необходимость введения в основные стандарты на качество УВ газов нормативных требований на допустимое содержание в них паров метанола – ингибитора гидратов, а также на содержание гликолей, применяемых для осушки газов от влаги.

Представлены материалы по впервые разработанным 5 СО состава смесей: метанола в метане, имитатора бензина, имитаторов нестабильного газового конденсата (СО-КНГ-1 и СО-КНГ-2), имитатора газа дезанизации (СО-ВНИИМ-ГНП-1).

Проанализированы основные направления повышения точности методик измерений, применяемых при контроле качества УВ газовой продукции. Предложена процедура аттестации методики измерений, предназначенной для контроля качества УВГП, с использованием стандартизированной методики, включающая экспериментальные и расчетные этапы с оценкой доверительных границ погрешности аттестуемых методик.

Исследован и обоснован выбор показателей достоверности способов оценивания качества УВГП. Проведена теоретическая оценка рисков изготовителя и потребителя УВГП. Показано, что ограниченная точность измерений при испытаниях УВГП оказывает влияние на достоверность результатов контроля соответствия в тех случаях, когда интервал возможных значений погрешности измерений превышает норму, установленную для значений определяемой (контролируемой) характеристики. Рассмотрены возможные ошибки 1-го рода, когда годную продукцию признают негодной, и ошибки второго 2-го рода, когда негодную продукцию признают годной. Обоснована значимость статистической ошибки контроля 3-го рода при дублировании измерений поставщиком и получателем транспортируемой УВГП, заключающейся в расхождении результатов контроля поставщика и получателя, то есть в признании поставщиком продукции (которая может быть как годной, так и бракованной) соответствующей условиям контракта, а получателем – не соответствующей.

Продемонстрирована перспективность применения диаграмм причинно-следственных связей при проведении сертификации углеводородной газовой продукции. Показано, что с их помощью можно существенно ускорить анализ состояния производства УВГП, повысить вероятность выявления отклонений качества углеводородной газовой продукции от нормативных требований, облегчить понимание требований и выводов эксперта. Рассмотрены и обсуждены перспективы расширения номенклатуры УВГП за счет переработки нефтяного попутного газа.

Разработана Концепция метрологического обеспечения испытаний углеводородной газовой продукции (природного газа, нефтяного (попутного) газа, отбензиненного сухого газа, газа из газоконденсатных месторождений, добываемого и собираемого газо- и нефтедобывающими организациями, и газа, вырабатываемого газо- и нефтеперерабатывающими организациями).

ПУБЛИКАЦИИ, В КОТОРЫХ ОТРАЖЕНО ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. ОКРЕПИЛОВ М.В. Учет и качество углеводородов (монография). Спб.: Изд-во Политехн. Ун-та, 2009. – 326 с.
2. Актуальность совершенствования метрологического обеспечения испытаний углеводородной газовой продукции / Лахов В.М., Конопелько Л.А., Бегак О.Ю., Окрепилов М.В. // Измерительная техника. 2011. № 9. с. 54 – 57.
3. Система менеджмента качества ВНИИМ им. Д.И.Менделеева /Окрепилов М.В., Александров В.С., Ханов Н.И.// Измерительная техника. 2010. № 2. с. 66 – 69.

4. Оценивание достоверности контроля соответствия газовой продукции / Окрепилов М.В., Павлов М.В. // Материалы Всесоюзной межвузовской научно-технической конференции студентов и аспирантов XXXIV Недели науки. ч. V. Спб. 2006. – с. 107 – 108.
5. Применение причинно-следственных диаграмм при сертификации газовой продукции / Окрепилов М.В., Мешалкина М.Н. // Материалы научно-практической конференции и школы-семинара «Формирование технической политики инновационных наукоемких технологий». Изд-во Политехнического университета. Спб. 2004. с. 71 – 78.
6. Экологическая безопасность природного газа как моторного топлива для автотранспорта / Окрепилов М.В., Елецкий Г.В., Мешалкина М.Н., Мешков А.В. // Материалы V-го Международного экологического форума стран балтийского региона «ЭКОБАЛТИКА-2004», Изд-во Политехнического университета. Спб. 2004. – с.30-32.
7. Банк данных характеристик и методов испытаний чистых газов / Окрепилов М.В., Елецкий Г.В., Щелкунов И.В. // Стандарты и качество. – Москва. 2003. № 9. – с. 48 - 49.
8. Совершенствование методов статистического контроля при сертификации газовой продукции / Окрепилов М.В. // Известия вузов. Приборостроение. Спб. 2002. № 6. с. 64 – 67.
9. Применение автоматических газоанализаторов при сертификации газовой продукции / Окрепилов М.В.// «Аналитические приборы». Материалы конференции. Спб. 2002. – с. 136.
10. Сертификация химической продукции (история, нормативная база, проблемы) / Окрепилов М.В. // «Химический анализ». Материалы научно-практической конференции. Спб. 2001. – с. 23 – 28.
11. Испытания газа в целях сертификации / Конопелько Л.А., Нежиховский Г.Р., Окрепилов М.В. // Сборник материалов международной специализированной конференции «Топливный комплекс XXI века:перспективы развития на северо-западе». Спб. 2001. – с. 67 – 69.
12. Современная нормативная база в области подтверждения соответствия углеводородной газовой продукции / Окрепилов М.В. // Сборник материалов Всероссийской конференции «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли – 2011» 21-23 сентября 2011 г.
13. Опыт сертификации медицинского кислорода / Окрепилов М.В. // 1-ый Всероссийский научно-технический семинар «Проблемы метрологического обеспечения в здравоохранении и производстве медицинской техники». Сборник материалов.–Москва, 2000 г. - с. 65
14. Экологическая безопасность природного газа как моторного топлива для автотранспорта / Елецкий Г. В., Мешалкина М. Н., Мешков А. В., Окрепилов М.В. // Материалы V- го Международного молодежного экологического форума стран балтийского региона «ЭКО-БАЛТИКА-2004», Издательство Политехнического университета, 2004, Спб

14. Проблемы метрологического обеспечения средств измерений при определении остаточного ресурса роторного оборудования / Окрепилов М.В., Травин С.Я., Смирнов В.Я., Скориантов Н.Н., // Научно-техническая конференция «Судовая акустика–2007». Материалы конференции. СПб.: ЦНИИ им. акад. А.Н. Крылова, 2007.
15. Актуальность разработки концепции метрологического обеспечения испытаний углеводородной газовой продукции в РФ / Окрепилов М.В. // Материалы Международной научно-практической конференции «XL неделя науки СПбГПУ» 5-10 декабря 2011 г. Изд-во Политехнического университета. СПб. 2011. – с. 112-113
16. О возможности совершенствования коммерческого учета углеводородов, транспортируемых по трубопроводам / Окрепилов М.В. // Измерительная техника, № 2 2012. – с. 59-63
17. Актуальность и основные направления метрологического обеспечения процессов добычи и утилизации попутного газа / Окрепилов М.В. // Метрология, № 1, 2012. – с. 35-39
18. Методология обеспечения достоверности измерений показателей качества углеводородов, транспортируемых по трубопроводам / Конопелько С.А., Окрепилов М.В. // Метрология, № 3, 2012. – с. 36-47
19. Экологические проблемы нефтедобычи / Бегак О.Ю., Конопелько Л.А., Окрепилов М.В. // Экологические системы и приборы, № 2, 2012 – с. 32- 36.
20. Учет фактического качества углеводородов при расчетах между поставщиками и получателями / Бегак О.Ю., Окрепилов М.В. // Экономика и управление, № 2(76), СПб.; 2012 – с. 88-92
21. О стандартных образцах состава газов нефтепереработки и попутных газов / Окрепилов М.В. // Приборы, №4, М., 2012. – с. 35-36
22. Разработка концепции метрологического обеспечения испытаний углеводородной газовой продукции (природный газ, нефтяной (попутный) газ, отбензиненный сухой газ, газ из газоконденсатных месторождений и газ, вырабатываемый газо- и нефтеперерабатывающими организациями) / Бегак О.Ю., Конопелько Л.А., Окрепилов М.В. и др. // Отчёт по НИР рег. № 01201177919 ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» СПб., декабрь 2011 - 328 с.
23. Проблемы учета фактического качества углеводородов при расчетах между поставщиками и получателями / Бегак О.Ю., Окрепилов М.В. // Научно-технические ведомости Политехнического университета №1(139), СПб., 2012. - с. 178-184
24. Причинно-следственные диаграммы для анализа состояния процессов производства/ Конопелько Л.А., Окрепилов М.В. // Компетентность №2(93), М., 2012. - с. 32-37

25. Метрологическое обеспечение оценки соответствия качества углеводородной газовой продукции современным требованиям / Окрепилов М.В. // Стандарты и качество №3, М.:, 2012. – с. 94
26. Измерительные проблемы попутного нефтяного газа / Кононогов С.А., Окрепилов М.В. // Главный метролог №1, М.:, 2012 – с. 27-28
27. Измерение количества нефти , добываемой на нефтяных скважинах / Кононогов С.А., Конопелько А.Л., Окрепилов М.В // Законодательная и прикладная метрология №2, М.:, 2012 – с. 42-44
28. D. I. Mendeleev Vniim quality management system / V. S. Aleksandrov, N. I. Khanov, M. V. Okrepilov // Measurement Techniques Volume 53, Number 2, 2010, Springer, NY, p.215-220.
29. The critical need to improve metrological assurance of tests of hydrocarbon gas products / O. Yu. Begak, L. A. Konopelko, M. V. Okrepilov // “Measurement Techniques”, Volume 54, Number 9, 2011, Springer, NY – p.1034-1040.