

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
«ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ имени Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА»**

На правах рукописи

Витковский Олег Сергеевич

**РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ РАБОЧЕГО ЭТАЛОНА ДЛЯ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ В ОБЛАСТИ ИЗМЕРЕНИЙ
ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ НЕФТЕПРОДУКТОВ**

**Специальность 05.11.01 – Приборы и методы измерений по видам измерений
(измерения механических величин)**

АВТОРЕФЕРАТ

**диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук**

**Санкт-Петербург
2019**

Работа выполнена в Федеральном государственном унитарном предприятии «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»

Научный руководитель: кандидат технических наук,
Горобей Владимир Николаевич

Официальные оппоненты:

Доктор технических наук, профессор Розанов Леонид Николаевич.
«Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»
(г. Санкт-Петербург)

Доктор технических наук, профессор Федоров Алексей Владимирович
«Санкт-Петербургский национальный исследовательский университет информационных технологий, механики и оптики» (г. Санкт-Петербург)

Ведущая организация: ФГБУ «ГГО им. А.И. Воейкова», г. Санкт-Петербург

Защита диссертации состоится «19» июня 2019 г. в 14.00 часов на заседании диссертационного совета Д 308.004.01 при ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» по адресу: 190005, Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева».

Автореферат разослан « ____ » _____ 2019 г.

Отзывы на автореферат в 2-х экземплярах, заверенные печатью учреждения, просим направить по адресу: 190005, Санкт-Петербург, Московский пр., д. 19, ученому секретарю диссертационного совета Чекирде Константину Владимировичу.

Ученый секретарь диссертационного совета,
кандидат технических наук



К.В. Чекирда

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы

Развитие нефтедобывающего комплекса Российской Федерации имеет одно из ключевых значений для повышения экономической мощи страны и роста ее авторитета на международной арене. Устойчивая работа нефтедобывающего комплекса обеспечивает энергетическую безопасность нашей страны. Поступление значительной части валютной выручки от продажи нефти и нефтепродуктов является опорой государственной бюджетной системы, поскольку Россия — один из основных поставщиков нефти и нефтепродуктов на мировые рынки.

Стоимость нефти и нефтепродуктов напрямую зависит от их качества. Поэтому необходимо обеспечить контроль качества нефти и нефтепродуктов, как на стадии транспортировки, так и непосредственно при переработке и хранении. Качество характеризуется несколькими критериями и параметрами, прямо или косвенно влияющими на стоимость продукции.

При оценке качества нефтепродуктов одной из главных характеристик является давление насыщенных паров (ДНП). От этой характеристики зависят эксплуатационные свойства нефтепродуктов (топлив, масел, растворителей и т.д.) и результаты расчетов ряда технологических процессов.

В то же время нефть и нефтепродукты являются одним из основных источников загрязнения окружающей среды. Больше половины всей массы технологических потерь приходится на выделяющиеся из нефтепродуктов углеводороды. При прочих равных внешних условиях их количество зависит от испаряемости нефти, которая характеризуется ДНП и содержанием в нефти растворенных и свободных газов. Без должного контроля этих параметров невозможно выявление основных причин потерь и, следовательно, принятие соответствующих мер по их предотвращению.

В Европе для контроля качества нефти и нефтепродуктов уже более 15 лет используются анализаторы давления насыщенных паров. Анализатор представляет собой компактный, полностью автоматизированный прибор, позволяющий быстро определять ДНП испытуемого образца.

В России аналогичные анализаторы или приборы для измерения ДНП нефти и нефтепродуктов, способные конкурировать с европейскими средствами измерений, не выпускаются. Поэтому, для повышения контроля качества данного параметра нефти и нефтепродуктов, эти анализаторы стали приобретаться и использоваться на территории РФ. И поскольку метрологического обеспечения в данной области в России практически не существовало, появилась необходимость разработки и совершенствования метрологического обеспечения в области измерений ДНП.

Были поставлены задачи повышения точности измерения ДНП, проведение испытаний с целью утверждения типа зарубежных анализаторов на территории РФ, передачи им размера единицы ДНП, разработки методик испытаний и поверки приборов данного направления.

Цель работы

Разработка, создание, исследование и внедрение установки для измерения ДНП, с последующим утверждением в качестве рабочего эталона. Установка должна удовлетворять потребностям современной нефтяной промышленности. Работа должна быть выполнена на основании комплексного анализа современного рынка методов и средств измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов, а также основных направлений развития метрологического обеспечения в данной области.

В связи с этим были поставлены следующие задачи:

- проанализировать существующие современные методы и средства измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов;
- разработать, создать и исследовать установку для измерения ДНП жидкостей, которая бы измеряла ДНП с высокой точностью;
- на базе установки создать рабочий эталон, в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»;
- провести исследования метрологических характеристик созданной установки по наиболее существенным источникам погрешности для определения функциональных зависимостей и введения поправок согласно

современным методам измерения, и передачи размера единицы давления насыщенных паров более грубым приборам;

- разработать комплекс мер для проведения поверки, калибровки и утверждения типа на территории РФ анализаторов ДНП на базе данной установки.

Научная новизна

Предложен, исследован и внедрен новый пневматический метод измерения давления насыщенных паров нефтепродуктов, основанный на термодинамических методах измерения давления, позже реализованный в государственном рабочем эталоне номер 3.1.ZZB.0033.2015. Новый метод позволил обеспечить необходимую точность измерений ДНП, что не было возможно с применением существующих методов и СИ.

Разработан проект локальной поверочной схемы для СИ ДНП.

Разработана методика аттестации государственных стандартных образцов (ГСО) жидкостей абсолютного давления насыщенных паров. До разработки данной методики подобных документов по стандартным образцам ДНП не существовало.

Разработаны и внедрены методики испытаний и поверки анализаторов ДНП. Методики для анализаторов были разработаны впервые, они внедрены и используются отечественными центрами стандартизации и метрологии (ЦСМ).

Практическая ценность работы

Совершенствование метрологического комплекса, направленного на развитие области измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов в России.

Разработан, исследован и утвержден в установленном порядке государственный рабочий эталон единицы давления для насыщенных паров жидкости.

Разработанный государственный рабочий эталон № 3.1.ZZB.0033.2015 позволяет ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» осуществлять поверку и калибровку средств измерений давления насыщенных паров, а также проводить аттестацию стандартных образцов.

Разработаны и утверждены методики испытаний и поверки средств измерений давления насыщенных паров.

Разработана и утверждена методика аттестации государственных стандартных образцов давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов. По результатам исследований улучшены стандартные образцы АДНП.

Государственный рабочий эталон № 3.1.ZZB.0033.2015 позволяет исследовать метрологические характеристики новейших средств измерений давления насыщенных паров, таких как анализаторы ДНП, и проводить государственные испытания с целью утверждения типа СИ.

Основные положения и результаты, выносимые на защиту

Разработка и исследование государственного рабочего эталона № 3.1.ZZB.0033.2015 для измерения давления насыщенных паров жидкостей.

Разработка высокоточной установки для измерения давления насыщенных паров жидкостей на базе которой был создан рабочий эталон.

Новый пневматический метод измерений давления насыщенных паров жидкостей, основанный на термодинамических методах измерений давления, а также результаты его исследований.

Методики испытаний и поверки средств измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов.

Методика аттестации государственных стандартных образцов ДНП.

Апробация работы

Основные положения диссертационной работы и отдельные её результаты докладывались и обсуждались на:

- IX международный технический семинар «Разработка, производство, применение и метрологическое обеспечение средств измерения давления и вакуума», Санкт-Петербург, ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева», ноябрь 2004 г.
- X международный технический семинар «Разработка, производство, применение и метрологическое обеспечение средств измерения давления и вакуума», Санкт-Петербург, ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева», ноябрь 2006 г.
- Конкурс НИОКР ВНИИМ-06, Санкт-Петербург, ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева», декабрь 2006 г., 2 место.

- Международный научный семинар-конкурс «Лучший молодой метролог КООМЕТ», Минск, республика Беларусь, апрель 2009 г.
- Научный семинар «Актуальные задачи военной метрологии», Москва, МО, Мытищи, апрель 2009 г.
- Второй международный симпозиум «Механические измерения и испытания МЕХАНОМЕТРИКА 2010», Москва, апрель 2010 г.
- Всероссийская конференция «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли-2011», Санкт-Петербург, сентябрь 2011 г.
- Вторая Всероссийская конференция «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли-2012», Санкт-Петербург, октябрь 2012 г.
- Третья Всероссийская конференция «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли-2013», Санкт-Петербург, октябрь 2013 г.
- Конференция «Конгресс молодых ученых», ИТМО, Санкт-Петербург, апрель 2015 г.
- Расширенный семинар научно-исследовательского отдела в области измерений давления, ФГУП «ВНИИМ им. Менделеева», СПб., июль 2017 г.

Публикации, структура и объём работы

Основные положения диссертационной работы представлены в 16 печатных работах, из них 5 без соавторов, 3 статьи опубликованы в ведущих научных журналах, рекомендованных ВАК.

Диссертационная работа состоит из введения, 4-х глав, заключения, списка источников и приложения. Общий объём работы составляет 110 страниц машинописного текста, включая 19 рисунков, 24 таблицы, 2 графика и списка источников из 55 наименований.

В диссертационной работе изложены и обобщены результаты работы, выполненной в период с 2002 по 2019 гг.

СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ

Во введении обоснована актуальность диссертационной работы, сформулированы цели и задачи, показана научная и практическая значимость исследования, обоснована актуальность проблемы контроля качества нефти и нефтепродуктов для обеспечения современных метрологических и экологических показателей, а также уменьшения технологических потерь при добыче, переработке, транспортировке и хранении нефти и нефтепродуктов.

В первой главе приведён аналитический обзор работ, посвящённых теоретическому и экспериментальному изучению измерения давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов, выполненных отечественными и иностранными исследователями.

Проведен обзор-анализ методов измерения давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов, изложенных в следующих стандартах:

Проведён аналитический обзор средств измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов. Рассмотрены существующие и используемые на территории РФ приборы отечественного и зарубежного производства, а также современные анализаторы давления насыщенных паров. Проведено сравнение их метрологических характеристик, принципов действия согласно ГОСТам и ASTM которые они реализуют.

Во второй главе приведён аналитический обзор в области исследований термодинамических методов измерения давления и сделаны выводы по перспективным возможностям измерения давления насыщенных паров, создания и исследования стандартных образцов ДНП. В области измерений давления, альтернативно существующим методам измерения давления через массу и площадь (для области избыточного давления) или через плотность и высоту водяного столба жидкости (для области разности давлений), исследовалась возможность создания естественных эталонов давления на основе чистых веществ и жидкостей на базе зависимости давления от температуры.

Проведены теоретические и экспериментальные исследования измерений давления насыщенного пара воды в диапазоне рабочих температур (от 15 до 50) °С. Результаты исследований приведены в тексте кандидатской диссертации и таблицах. Часть главы посвящена разработке нового пневматического метода на базе термодинамических процессов.

Были рассмотрены термодинамические методы измерения давления на основе фиксированных точек фазовых переходов чистых веществ, так называемых тройных точках, которые давно используются в качестве температурных реперных точек. Рассмотренные термодинамические методы измерения давлений на основе непрерывных участков Р-Т кривых плавления, сублимации и парообразования чистых веществ, в отличие от метода фиксированных точек позволяют получить результаты измерений давления в разы точнее.

Перспективность применения рассмотренных методов заключается в том, что на их базе можно создавать стандартные образцы, необходимые для сличений, поверки и калибровки эталонных стационарных установок, бомб Рейда и анализаторов ДНП на месте их эксплуатации.

Опираясь на полученные результаты исследований, был сформулирован, исследован и внедрен новый метод измерений ДНП. В измерительную камеру через входной клапан подается испытуемый образец давления насыщенных паров, в таком объеме, что бы соотношение объемов пар:жидкость было равным 4:1. Для достижения наилучших результатов образец охлаждается до температуры + 3°C. После заливки образца в измерительную камеру входной клапан закрывается, и открывается откачной клапан, соединяющий измерительную камеру с насосом. Процесс вакуумизации измерительной камеры заканчивается в тот момент, когда показания датчика давления перестают уменьшаться, после чего закрывается откачной клапан. Остаточное давление в камере необходимо учесть при определении ДНП. После того, как все клапаны закрыты, начинается процесс нагрева измерительной камеры и испытуемого образца с помощью термостата. Нагрев продолжается до температуры 37,8 °C (100 °F). При этой температуре установившееся в измерительной камере давление будет являться давлением насыщенных паров испытуемого образца за вычетом остаточного давления.

Данный метод был реализован впервые, а результаты его исследований опубликованы в журнале «Измерительная техника» № 3, 2006 г.

Используя теоритические исследования можно применить на практике термодинамическую зависимость давления насыщенного пара над жидкостью, с которой он находится в термодинамическом равновесии, от температуры нагрева

испытуемой жидкости. Новый метод был реализован в высокоточной установке по измерению ДНП, которая вошла в состав государственного рабочего эталона единицы давления для области измерений ДНП. Этот эталон стал первым в своём роде и доказал перспективность развития направления создания естественных эталонов на основе чистых жидкостей.

Также вторая глава посвящена разработке и исследованию эталонной установки УДНП для области измерений давления насыщенных паров на базе нового пневматического метода.

Опираясь на изученную теоретическую базу в области измерений ДНП, как и в области термодинамических процессов, а также на основополагающие стандарты ГОСТ 1756-2000 и зарубежные ASTM и EN было принято решение создать установку, измеряющую абсолютное ДНП испытуемого продукта при соотношении фаз пар:жидкость - 4:1, при температуре 37,8 °С. В основу создаваемой установки лег уникальный, впервые разработанный пневматический метод измерения ДНП, соответствующий современным ГОСТ и ASTM. За всё время своего существования установка, как и в настоящее время, эталон, постоянно исследовались и совершенствовались. По результатам исследований были заменены составные части и элементы на более высокоточные и современные.

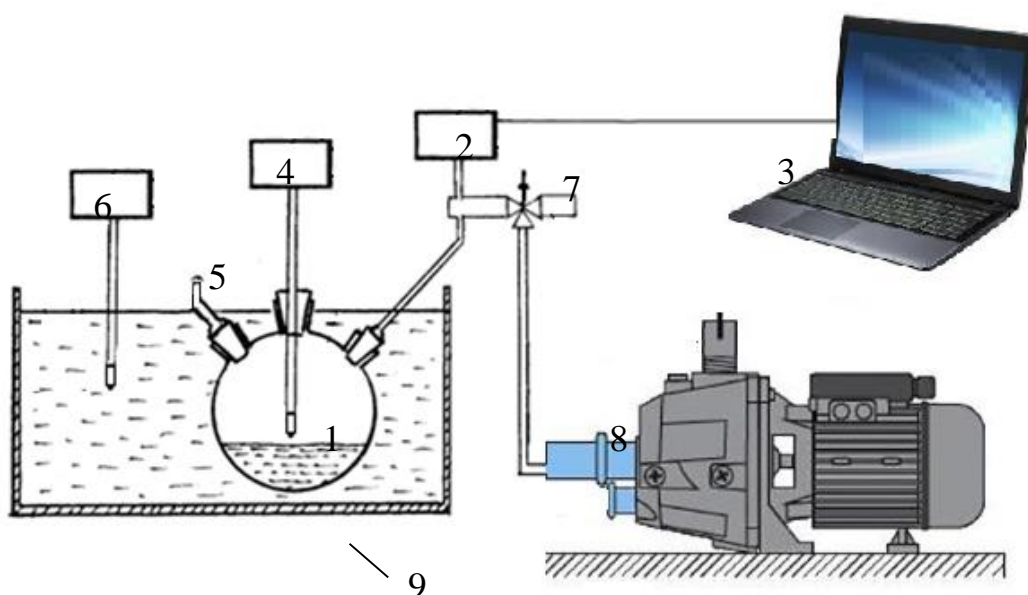
Так, для повышения точности и достоверности измерений давления насыщенных паров было принято решение об использовании в эталоне современного преобразователя давления фирмы МИДА, разработанного под конкретные требования с нашей стороны, с диапазоном измерений 0 – 160 кПа, класса точности 0,15. Это экспериментальный прибор нового поколения со специальной модификацией для работы с агрессивными средами. В научно-исследовательском отделе государственных эталонов в области измерений давления ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» были проведены испытания данного преобразователя с применением рабочего эталона избыточного давления 2 разряда класса точности 0,05, подтвердившие метрологические характеристики преобразователя. Особенностью данного прибора является возможность подключения к компьютеру для визуализации процесса измерения ДНП. Визуализация позволяет исключить ошибку отсчета оператором, а также

отбросить случайные «выбросы». Программное обеспечение фирмы МИДА аттестовано производителем и является лицензионным продуктом.

Кроме того, в составе эталона были заменены на более точные и современные: измерительная камера, датчик температуры, пневматическая система, насос, термостат. Это привело к улучшению метрологических характеристик и повышению надежности эталона в целом. Отсчет давления визуализируется на компьютере в числовом и графическом исполнении в единицах давления.

Основные технические характеристики:

Диапазон измерений абсолютного давления, кПа	0...160
Пределы допускаемой основной приведенной погрешности, %	±0,25
Рабочая жидкость термостата	вода
Диапазон рабочих температур, °С	0...50
Напряжение питающей сети, В	220 ⁺²² ₋₃₃
Частота питающей сети, Гц	50±1
Потребляемая мощность от сети переменного тока, кВт, не более	3
Структурная схема эталона приведена на рисунке 1.	



- 1 - измерительная камера; 2 - преобразователь давления; 3 - компьютер;
 4 - измерительный термометр; 5 - штуцер для заливки образца;
 6 - термометр термостата; 7 - трехходовой кран;
 8 - вакуумный насос; 9 - термостат.

Рисунок 1 - Схема рабочего эталона для измерений давления насыщенных паров жидкости.

Третья глава посвящена совершенствованию УДНП и созданию рабочего эталона в области измерений ДНП. Совершенствование УДНП выполнено путем

исследования и замены составных частей, модернизации пневматической системы откачки давления из измерительной камеры, а также модернизации самой измерительной камеры (рисунок 2).

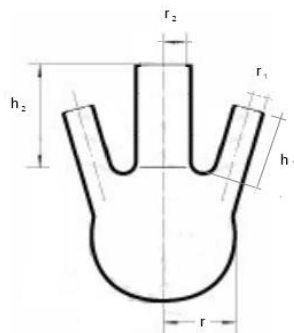


Рисунок 2 - Измерительная камера эталона

Был произведен расчет объема измерительной камеры с целью оптимизации количества затрачиваемого образца на одно измерение. Было принято решение о сокращении объема измерительной камеры на порядок и проведения испытания с экспериментальной моделью новой измерительной камеры. Для этого был произведен перерасчет объема измерительной камеры, подготовлен эскиз, по которому во ВНИИМ была создана новая измерительная камера меньшего объема.

Расчет объема новой измерительной камеры был проведен по специально разработанному автором уравнению (1):

$$V = \frac{4}{3}\pi r^3 + 2\pi r_1^2 \cdot h_1 + \pi r_2^2 \cdot h_2 \quad (1)$$

Из уравнения (1) объем измерительной камеры равен $V=125$ мл. Соответственно, для достижения соотношения пар/жидкость 4:1 объем необходимого образца будет равен 25 мл.

Также необходимо учесть общий объем при соединении сферической и цилиндрических частей измерительной камеры. Это будут три сегмента сферы с одинаковыми диаметрами. Объем одного сегмента (V_c) может быть вычислен по уравнению (2):

$$V_c = \frac{4}{3}\pi h_c^2 \cdot (r_c - \frac{1}{3}h_c) \quad (2)$$

Где: $h_c = 1$ мм – высота сегмента;

$r_c = 7,5$ мм – радиус соединения составных частей измерительной камеры.

Подставляя численные значения в уравнение (2) получаем объем одного сегмента равным $V_c = 1,29$ см³. Для трех сегментов это значение будет 3,86 см³.

Для достоверного значения объема измерительной камеры к расчету также необходимо прибавить объем вакуумного шланга, соединяющего измерительную камеру с датчиком давления. Объем шланга можно представить в виде объема цилиндра с длиной 15 см и диаметром 0,5 см. Объем рассчитывается по уравнению (3):

$$V_T = \pi r_T^2 h_T = 3,14 * 0,06 * 15 = 2,82 \text{ см}^3 \quad (3)$$

Рабочий объем измерительной камеры с учетом объемов сегментов будет равен:

$$V_{\text{общ}} = V - V_C + V_T = 125 - 3,86 + 2,82 = 124 \text{ мл} \quad (4)$$

В этом случае объем необходимого образца будет равен 24,8 мл. ~ 25 мл.

Уменьшив объем измерительной камеры удалось снизить затраты испытуемого образца в восемь раз (с 200 мл до 25 мл). С новой измерительной камерой эталон стал компактнее и при этом его метрологические характеристики остались на уровне, указанном в эксплуатационной документации на эталон (таблица 1).

Таблица 1 – испытания модернизированной измерительной камеры

п/п	Образец	Аттестованное значение, кПа	Изм. камера 200 мл., кПа	Прив. погр., %	Изм. камера 25 мл., кПа	Прив. погр., %
1	Гептан	10,49	10,57	0,05	10,52	0,02
2	Гексан	33,85	34,23	0,24	34,10	0,16
3	Эфир	54,69	54,42	-0,17	54,48	-0,13

В конце 2015 года была завершена работа по утверждению рабочего эталона в области измерения давления насыщенных паров жидкостей. В основу рабочего эталона вошли теоритические и практические работы, проведенные с 2002 года. Эталон создан на базе установки для измерения ДНП нефти и нефтепродуктов УДНП. В эталоне реализован новый метод измерения ДНП, базирующийся на фундаментальной теории и экспериментальных исследованиях.

Внешний вид эталона приведен на рисунке 3.



Рисунок 3 - Внешний вид рабочего эталона в области измерений давления насыщенных паров жидкости.

Эталон проходит ежегодную аттестацию, включающую в себя поверку/калибровку всех средств измерений, входящих в состав эталона согласно эксплуатационной документации. Так как основной величиной воспроизводимой эталоном является давление, то преобразователь давления поверяется на государственном рабочем эталоне второго разряда, т.к. эталон, по своим метрологическим характеристикам в поверочной схеме «ГОСТ Р 8.802–2012. ГСИ. Государственная поверочная схема для средств измерения избыточного давления до 250 МПа», соответствует статусу рабочего эталона третьего разряда. Полное название утвержденного эталона: «Государственный рабочий эталон 3 разряда единицы давления для насыщенных паров жидкости в диапазоне от 0 до 160 кПа», с регистрационным номером 3.1.ZZB.0033.2015.

Эталон содержат и применяют в ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», г. Санкт-Петербург, в научно-исследовательском отделе государственных эталонов и научных исследований в области измерений давления в соответствии с Правилами содержания и применения эталона. Для эталона был разработан проект поверочной схемы для средств измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов. Поверочная схема для области измерений ДНП, которую возглавляет эталон, привязана к государственной поверочной схеме ГОСТ Р 8.802–2012 в области эталонов 3 разряда (рисунок 4).

Локальная поверочная схема
для средств измерения давления насыщенных паров в диапазоне до 160 кПа

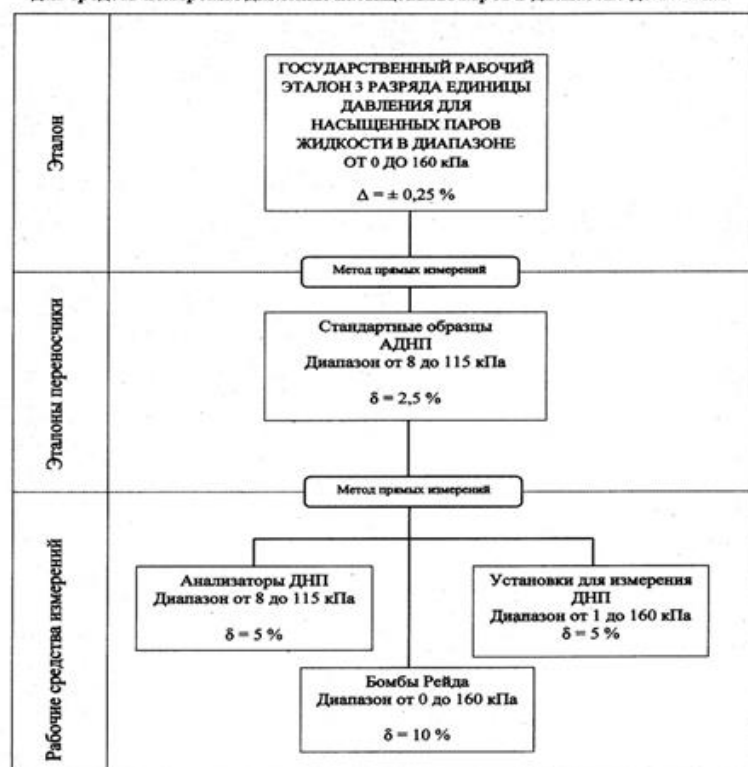


Рисунок 4 - проект локальной поверочной схемы для СИ ДНП

Создание рабочего эталона в области измерений ДНП позволило решить такие проблемы как поверка средств измерений давления насыщенных паров, в частности анализаторов типа Minivar, Setavar, RVP-4, и др., аттестация стандартных образцов ДНП, испытания с целью утверждения типа СИ ДНП. Были разработаны методики поверки для каждого типа приборов, а также методики испытаний в целях утверждения типа данных анализаторов.

Кроме государственного рабочего эталона в области измерений ДНП автором был реализован проект по созданию автоматической установки для измерения давления насыщенных паров АУИДНП.

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», совместно со специалистами ООО «Научно-производственное предприятие «ПАРК-ЦЕНТР» были проведены работы по созданию поточной установки для измерения ДНП нефти в нефтяных магистралях. В 2010 году был создан макет автоматической установки для измерения давления насыщенных паров АУИДНП, а позже был разработан опытный образец, представленный на рисунке 5.

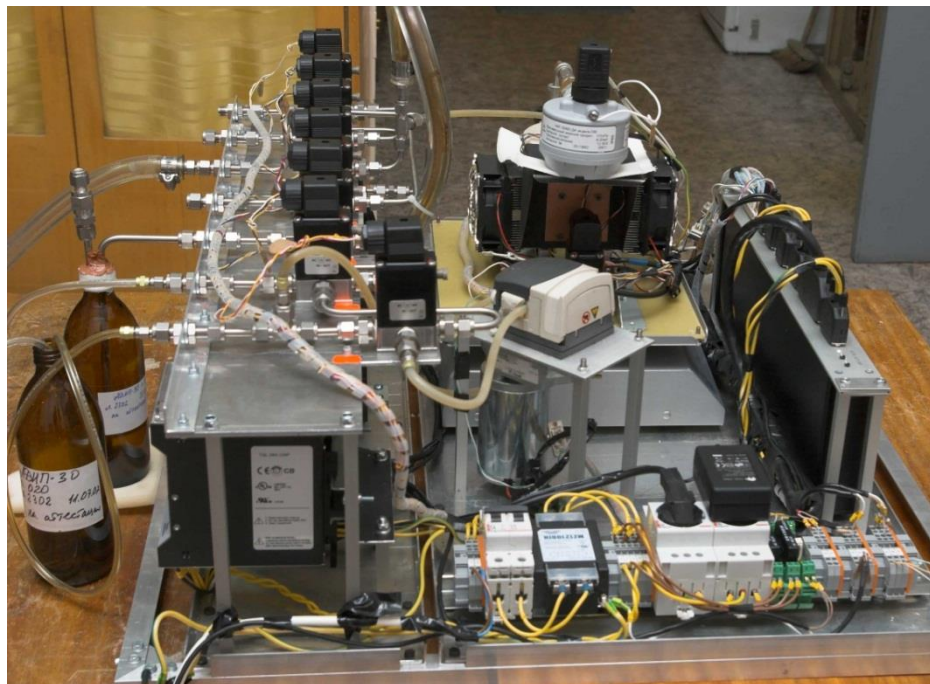


Рисунок 5 - внешний вид АУИДНП

В диссертации представлено описание данной поточной установки, приведены структурная схема, принцип действия и результаты испытаний.

Особенностью АУИДНП является организация поддержания температуры в измерительной камере. Необходимо поддерживать заданную температуру паров при одноконтурном регулировании, но в силу большой инерционности изменения температуры измерительной камеры и ее содержимого это приводит к неоправданному росту времени выхода на заданную температуру. Чтобы ускорить этот процесс был предложен, и в последствии применен, двухконтурный регулятор, сочетающий классический ПИД-регулятор и регулятор на основе нечеткой логики (НЛР). Его структура приведена на рисунке 6.

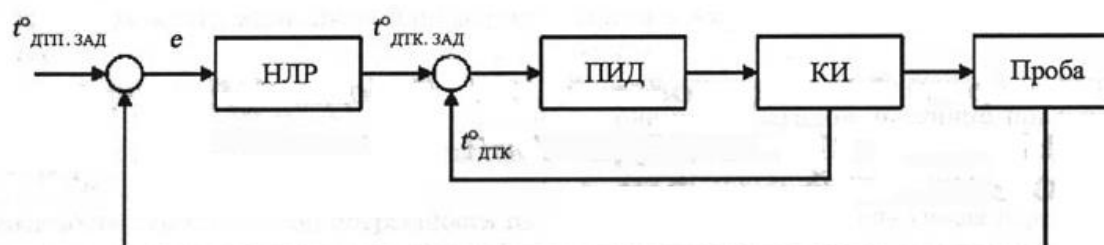


Рисунок 6 - Структура ПИД регулятора

Результаты измерений ДНП государственного стандартного образца АДНП-30 приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Результаты измерений АДНП-30 с аттестованным значением 34,1 кПа, относительная погрешность $\pm 2,5 \%$

Номер опыта	1	2	3	4	5	6
Значение ДНП, кПа	34,3	34,7	33,9	33,7	34,0	33,9
Абс. погрешность, кПа	-0,2	-0,6	0,2	0,4	0,1	0,2
Относительная погрешность, %	-0,6	-1,8	0,6	1,2	0,3	0,6

Впервые в России создан опытный образец поточного анализатора для измерений ДНП нефти и нефтепродуктов, не уступающий по своим метрологическим характеристикам зарубежным поточным анализаторам. В АУИДНП впервые реализован метод измерения ДНП заложенный в государственном рабочем эталоне ВНИИМ.

Четвертая глава посвящена исследованию метрологических характеристик разработанного эталона, его экспериментальным исследованиям, исследованию и аттестации государственных стандартных образцов, а также разработке методик испытаний и поверки анализаторов ДНП.

С помощью эталона были проведены исследования, направленные на подтверждение соответствия пересчета результатов экспериментов различных методов измерений ДНП, приведенных в разных ГОСТ, EN, и ASTM. Также были проведены теоретические и экспериментальные исследования, подтвердившие данное соответствие.

За время эксплуатации эталона было проведено несколько сравнений результатов измерений с зарубежными анализаторами давления насыщенных паров. Погрешность анализаторов указывалась в протоколах заводской калибровки анализатора. Автором было принято решение в качестве эталона сравнения применить государственные образцы АДНП. Измерения проводились в одинаковых условиях для всех приборов. Перед измерениями приборы находились в помещении не менее 24 часов. Полученные результаты приведены в таблицах 2 - 4, где указаны средние значения десяти измерений в каждой точке.

Результаты сличений эталона, анализатора MINIVAP VPSH №14-05-1877 и анализатора Setavar II №1005676 приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Сравнение результатов измерений эталона с анализаторами.

Наименование образца	Аттестованное значение, кПа	Minivap VPSH,		Setavap II,		Эталон,	
		кПа	относит. погр.,%	кПа	относит. погр.,%	кПа	относит. погр.,%
АДНП-10	10,5	10,9	-3,81	11,20	-6,67	10,30	1,90
АДНП-20	22,3	22,8	-2,24	22,50	-0,90	22,20	0,45
АДНП-30	34,0	34,7	-2,06	34,40	-1,18	34,10	-0,29

Результаты сличений эталона с анализаторами MINIVAP VPS № 16-07-2165 и Eravap № EV 9027130 приведены в таблице 3.

Таблица 3 – Сравнение результатов измерений эталона с анализаторами.

Наименование образца	Аттестованное значение, кПа	Minivap VPS,		Eravap,		Эталон,	
		кПа	относит. погр.,%	кПа	относит. погр.,%	кПа	относит. погр.,%
АДНП-20	21,9	21,1	3,65	21,60	1,37	22,00	-0,46
АДНП-40	48,4	48,9	-1,03	49,50	-2,27	48,60	-0,41
АДНП-100	107,0	108,4	-1,31	106,10	0,84	107,20	-0,19

Результаты сличений эталона с анализаторами MINIVAP VPSH Xpert № 23-212-0010, и Eravap № EV 0148111 приведены в таблице 4.

Таблица 4 – Сравнение результатов измерений эталона с анализаторами.

Наименование образца	Аттестованное значение, кПа	Minivap VPSH Xpert,		Eravap,		Эталон,	
		кПа	относит. погр.,%	кПа	относит. погр.,%	кПа	относит. погр.,%
АДНП-10	11,2	11,6	-3,57	10,90	2,68	11,10	0,89
АДНП-30	33,7	34,4	-2,08	34,20	-1,48	33,90	-0,59
АДНП-50	51,6	52,7	-2,13	49,70	3,68	51,90	-0,58

Анализаторы имели заводскую калибровку и сличались с эталоном 3.1.ZZB.0033.2015 впервые. Результаты сличений показали, что эталон превосходит по точности зарубежные анализаторы и может применяться для контроля точности подобных средств измерений.

По уравнению измерений был составлен бюджет погрешности.

Среднее квадратическое отклонение результата измерений ДНП на эталоне по результатам измерений экспериментального стандартного образца

равно $S(P_i) = 0,13$ кПа. Составляющие неисключенной систематической погрешности эталона приведены в Таблице 5.

Таблица 5 – Составляющие НСП

Составляющие погрешности	Значение
Погрешность определения ускорение свободного падения для г. Санкт-Петербург	$\Theta_g=0,03 \cdot 10^{-4}$
Погрешность определения соотношения пар:жидкость 4:1	$\Theta_h=6,13 \cdot 10^{-2}$
Погрешность определения плотности стандартного образца	$\Theta_{\rho 1}=1,29 \cdot 10^{-8}$
Погрешность определения плотности воздуха	$\Theta_{\rho 2}=0,71 \cdot 10^{-4}$
Погрешность определения изменения температуры среды термостата	$\Theta_t=3,6 \cdot 10^{-3}$
Температурный коэффициент линейного расширения измерительной камеры	$\Theta_\alpha=0,19 \cdot 10^{-5}$

Доверительные границы НСП при определении ДНП на эталоне равны:

$$\Theta(P) = k \cdot \sqrt{\Theta_g^2 + \Theta_h^2 + \Theta_{\rho 1}^2 + \Theta_{\rho 2}^2 + \Theta_t^2 + \Theta_\alpha^2} \quad (5)$$

Где $k = 2$ – коэффициент с доверительной вероятностью $P=0,95$.

Следовательно: $\Theta(P)=0,065$ кПа

Суммарная погрешность измерений рабочего эталона, согласно теоритическим и экспериментальным исследованиям, не превышает 0,2 кПа.

Поскольку рабочий эталон измеряет абсолютное ДНП жидкостей, то это дало возможность совместно с лабораторией госэталонов в области измерений плотности и вязкости жидкости ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» разработать и исследовать образцы абсолютного давления насыщенных паров. Государственные стандартные образцы абсолютного давления насыщенных паров нефтепродуктов (ГСО АДНП) предназначены для поверки средств измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов, аттестации методик выполнения измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов и контроля погрешностей методик выполнения измерений ДНП по ГОСТ 1756-2000. ГОСТ Р 8.601-2003. Давление насыщенных паров нефти и нефтепродуктов. Методика выполнения измерений. ASTM D 323 и др. Эти образцы изготавливаются из непредельных углеводородов, таких как гептан, циклогексан, гексан, ацетон, пентан и др.

Для аттестации этих образцов автором была разработана и утверждена методика аттестации образцов АДНП № 2302-01М-2003.

За год на установке для измерения ДНП аттестуется порядка 30 партий образцов АДНП. А так как срок годности одного образца – 1 год, то это влечет за собой постоянную потребность в проведении аттестации, что в среде постоянно развивающегося рынка нефтепродуктов будет все более востребовано. Одна партия АДНП исчисляется десятками, а то и сотнями литров стандартного образца.

Изначально, в начале двухтысячных годов, основной проблемой в области измерения ДНП была поверка и испытания зарубежных анализаторов. Анализатор – это единый измерительный комплекс, получающий единицу из совокупности операций измерения давления при определенной температуре. Поэлементная поверка в таком случае была неприменима. Необходимо было разработать методику для поверки анализатора как единого целого. Поскольку каждый анализатор уникален и реализует свой метод измерений – для каждого типа анализаторов необходимо было разработать свою методику.

Для испытаний и поверки анализаторов автором было предложено использовать ГСО АДНП. На основе этого метода было разработано несколько методик поверки и программ испытаний анализаторов. Для каждого типа анализаторов существует определенный метод и технические особенности измерения ДНП. В тексте диссертационной работы приводится суть и основные моменты данных методик.

Таким образом, создание Рабочего эталона, стандартных образцов и методик аттестации, испытаний и поверки анализаторов ДНП, позволило не просто улучшить систему метрологического обеспечения в области измерений ДНП в РФ, но и вывести её на новый, современный уровень. Кроме того, комплекс данных мер позволил применять на территории РФ высокоточные анализаторы давления насыщенных паров. С каждым годом количество новых СИ в области измерений ДНП растет, что влечет за собой постоянную необходимость в контроле качества технического уровня приборов и стандартных образцов. Внедрение результатов данной диссертационной работы это огромный скачек в развитии и совершенствовании метрологического обеспечения в области измерений ДНП в нашей стране.

Основные выводы:

В диссертационной работе получены следующие результаты:

- проведен анализ современного состояния методов и методик измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов;
- проведен обзор-анализ существующих современных СИ давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов;
- разработан, исследован и внедрен новый пневматический метод измерений ДНП.
- разработан, исследован, утвержден и внедрен государственный рабочий эталон № 3.1.ZZB.0033.2015 в области измерений ДНП, а также проект поверочной схемы для СИ ДНП;
- разработана и исследована установка для измерения ДНП, не уступающая по своим метрологическим параметрам современным зарубежным приборам;
- проведены испытания с целью утверждения типа установки для измерения ДНП и внесения ее в Госреестр СИ РФ (Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений);
- разработаны новые измерительная камера и пневматическая система установки, уменьшившие расход исследуемого образца жидкости;
- в состав эталона внедрены новые, современные средства измерений давления и температуры, а также модернизировано вспомогательное оборудование;
- разработана поточная автоматизированная установка для измерения давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов АУИДНП. Изготовлен опытный образец;
- исследованы и усовершенствованы стандартные образцы АДНП для поверки анализаторов ДНП (совместно с лабораторией плотности ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»);
- разработана методика аттестации стандартных образцов АДНП;
- разработаны методики поверки анализаторов ДНП.
- разработаны методики испытаний с целью утверждения новых типов анализаторов ДНП на территории РФ.

Основные положения диссертации опубликованы в следующих работах:

1. Горобей В.Н., Крутовских М.П., Витковский О.С., Метрологическое обеспечение измерений в области давления насыщенных паров нефтепродуктов // Тезисы докладов 9-ого Международного научно-технического семинара «Разработка, производство, применение и метрологическое обеспечение средств измерения давления и вакуума», Санкт-Петербург, 2004. – С.36-37.

2. Горобей В.Н., Крутовских М.П., Витковский О.С., Методы и средства измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов // Журнал «Измерительная техника» №3, март 2006. – С.42-45.

3. Горобей В.Н., Крутовских М.П., Витковский О.С., Исследование стандартных образцов жидкостей АДНП на установке для измерения давления насыщенных паров нефтепродуктов // Тезисы докладов 10-ого Международного научно-технического семинара «Разработка, производство, применение и метрологическое обеспечение средств измерения давления и вакуума», Санкт-Петербург, 2006. – С.181-183.

4. Витковский О.С., Разработка метрологического обеспечения средств измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов // Сборник докладов III Международного конкурса «Лучший молодой метролог КООМЕТ-2009», Минск, респ. Беларусь, апрель 2009. – С.103-106.

5. Витковский О.С., Средства измерений давления насыщенных паров для контроля качества нефти и нефтепродуктов // Тезисы докладов XXXIV научно-технической конференции молодых ученых и специалистов военных метрологов «Актуальные задачи военной метрологии», Москва, Мытищи, апрель 2009. – С.84-86.

6. Витковский О.С., Обзор-анализ современных методов измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов // Журнал «Главный метролог» №1, январь 2010. – С.29-32.

7. Горобей В.Н., Витковский О.С., Николаева Н.Р., Современные средства измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов // Журнал «Законодательная и прикладная метрология» №2-2010. – С.27-31.

8. Витковский О.С., Николаева Н.Р., Обзор современных средств измерений давления насыщенных паров нефтепродуктов // Тезисы докладов второго международного симпозиума «Механические измерения и испытания МЕХАНОМЕТРИКА 2010», Москва, апрель 2010. – С.69-71.

9. Заславский Л.С., Рыжик В.Ю., Витковский О.С., и др., Автоматизация процесса измерения давления насыщенных паров нефтепродуктов // Журнал «Приборы и средства автоматизации» №6-2010. – С.6-9.

10. Витковский О.С., Николаева Н.Р., Анализаторы давления насыщенных паров нефтепродуктов // Журнал «Приборы и средства автоматизации» №8-2010. – С.45-49.
11. Горобей В.Н., Витковский О.С., Метрологическое обеспечение в области измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов // Тезисы докладов всероссийской конференции «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли-2011», Санкт-Петербург, сентябрь 2011. – С.36-37.
12. Горобей В.Н., Витковский О.С., и др., Современное состояние метрологического обеспечения средств измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов // Тезисы докладов второй всероссийской конференции «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли-2012», Санкт-Петербург, октябрь 2012.
13. Витковский О.С. Измерение давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов. Современное состояние и перспективы развития. // Тезисы докладов третьей всероссийской конференции «Метрология и стандартизация нефтегазовой отрасли-2013», Санкт-Петербург, октябрь 2013. – С. 54-55.
14. Витковский О.С. Измерение давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов: современное состояние и перспективы развития. // Журнал «Измерительная техника» №5, май 2014. – С.66-67.
15. Витковский О.С., Марусина М.Я. Разработка эталонной установки для метрологического обеспечения измерений давления насыщенных паров нефти и нефтепродуктов // Журнал «Измерительная техника» №3 – 2016. – С.31-33. (O. S. Vitkovskii, M. Ya. Marusina, «Development of a Standard System for Metrological Assurance of Measurements of the Pressure of Saturated Vapors of Petroleum and Petroleum Products», Measurement Techniques June 2016, Volume 59, Issue 3, pp 247-251.)
16. Витковский О.С., Горобей В.Н. Государственный рабочий эталон единицы давления в диапазоне от 0 до 160 кПа в области измерений давления насыщенных паров жидкостей // Журнал «Мир нефтепродуктов» №1 – 2018 – С. 29-31.

Личный вклад: в работах, выполненных в соавторстве, личный вклад автора в равных долях с соавторами.