ТОМСКНИПИНЕФТЬ

ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
"ТОМСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ И ПРОЕКТНЫЙ ИНСТИТУТ НЕФТИ И ГАЗА"
(ОАО "ТОМСКНИПИНЕФТЬ")

634027, Российская Федерация, г. Томск, Мира пр., д. 72,
Тел. (3822) 72-71-20. Факс (3822) 76-19-01, 76-03-16
nipineft@nipineft.tomsk.ru
ОКПО 44235454, ОГРН 1027000858170, ИНН/КПП 7021049088/701750001

Отчет об испытаниях опытного образца прибора для измерения молекулярной массы нефти КРИОН производства ООО «ТЕРМЭКС».

Лабораторные испытания прибора для измерения молекулярной массы нефти КРИОН проводились с период с 7 по 25 августа в лаборатории геохимии и пластовых нефтей ОАО "ТомскНИПИнефть" (Аттестат аккредитации № РОСС RU.0001.512150, действует с 13.08.2015 г.). Лаборатория специализируется на анализе нефтей, конденсатов и их фракций. Исследования выполнены для оценки возможности импортозамещения криоскопа CRYETTE Модель 5009 производства США.

Программа испытаний включала:

- оценку воспроизводимости измерения температуры кристаллизации растворителя;
- оценку величины абсолютной погрешности измерения молекулярной массы чистых углеводородов;
- определение концентрационных зависимостей измерения молекулярной массы для чистых углеводородов;
- оценку сходимости измерения молекулярной массы нефтяных фракций с референсным прибором CRYETTE Модель 5009;
- оценку сходимости измерения молекулярной массы нефтей с референсным прибором CRYETTE Модель 5009.

В процессе проведения испытаний было установлено, что время измерения молекулярной массы прибором КРИОН не превышает времени измерения прибором CRYETTE Модель 5009.

Следует отметить ряд особенностей прибора КРИОН:

1. Закрытая ячейка предотвращает испарение пробы, что позволяет повторно измерить эту же пробу для оценки воспроизводимости измерений.
2. Простота эксплуатации благодаря отсутствию многочисленных аналоговых регулировок, характерных для импортного прибора.
3. Отсутствие ограничений, связанных с расположением прибора в лабораторном помещении — при необходимости прибор может быть расположен в вытяжном шкафу.
4. Отсутствие необходимости использовать фирменный теплоноситель — может быть использован ТОСОЛ любой марки.

5. Использование для охлаждения универсального криостата, входящего в комплект поставки, улучшает ремонтопригодность прибора.
6. При необходимости криостат может быть использован для других целей.

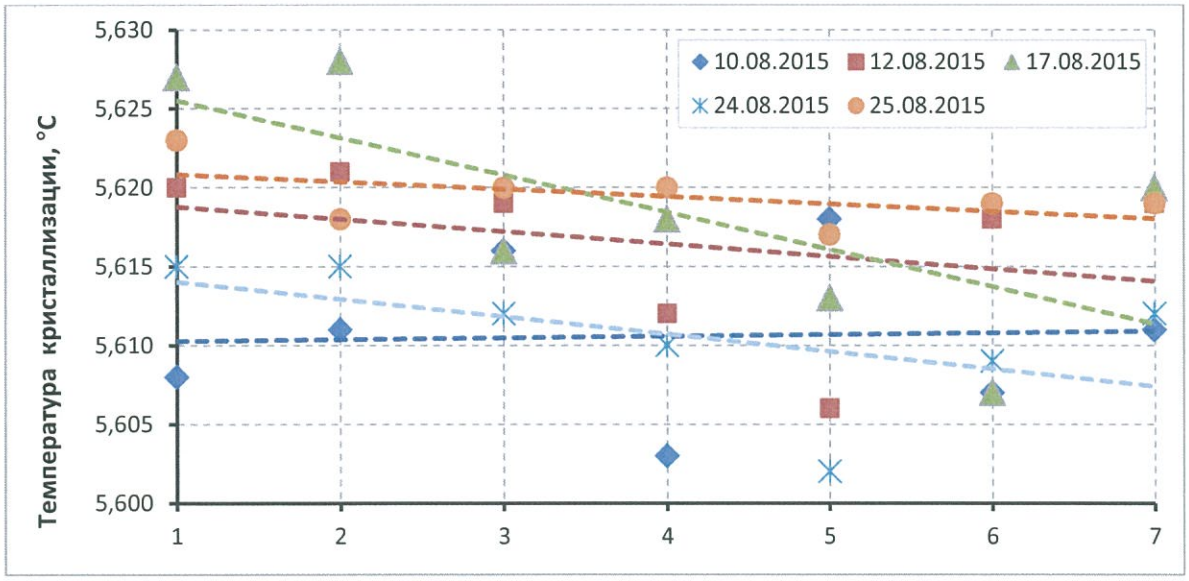
В результате проведенных испытаний можно сделать однозначный вывод о возможности замены импортного прибора CRYETTE Модель 5009 на прибор КРИОН без ухудшения метрологических характеристик.

Ниже приведены детализированные результаты испытаний:

Оценка воспроизводимости измерения температуры кристаллизации.

Для оценки воспроизводимости измерения температуры кристаллизации проводились серии последовательных измерений чистого бензола в течение рабочего дня на протяжении всего периода проведения испытаний. Наиболее показательные результаты приведены в таблице и на графике ниже:

Измерение	10.08.2015	12.08.2015	17.08.2015	24.08.2015	25.08.2015
1	5,608 °C	5,620 °C	5,627 °C	5,615 °C	5,623 °C
2	5,611 °C	5,621 °C	5,628 °C	5,615 °C	5,618 °C
3	5,616 °C	5,619 °C	5,616 °C	5,612 °C	5,620 °C
4	5,603 °C	5,612 °C	5,618 °C	5,610 °C	5,620 °C
5	5,618 °C	5,606 °C	5,613 °C	5,602 °C	5,617 °C
6	5,607 °C	5,618 °C	5,607 °C	5,609 °C	5,619 °C
7	5,611 °C	5,619 °C	5,620 °C	5,612 °C	5,619 °C
Среднее значение:	5,611 °C	5,616 °C	5,618 °C	5,611 °C	5,619 °C
Расширенная неопределенность:	±0,010 °C	±0,011 °C	±0,015 °C	±0,009 °C	±0,004 °C



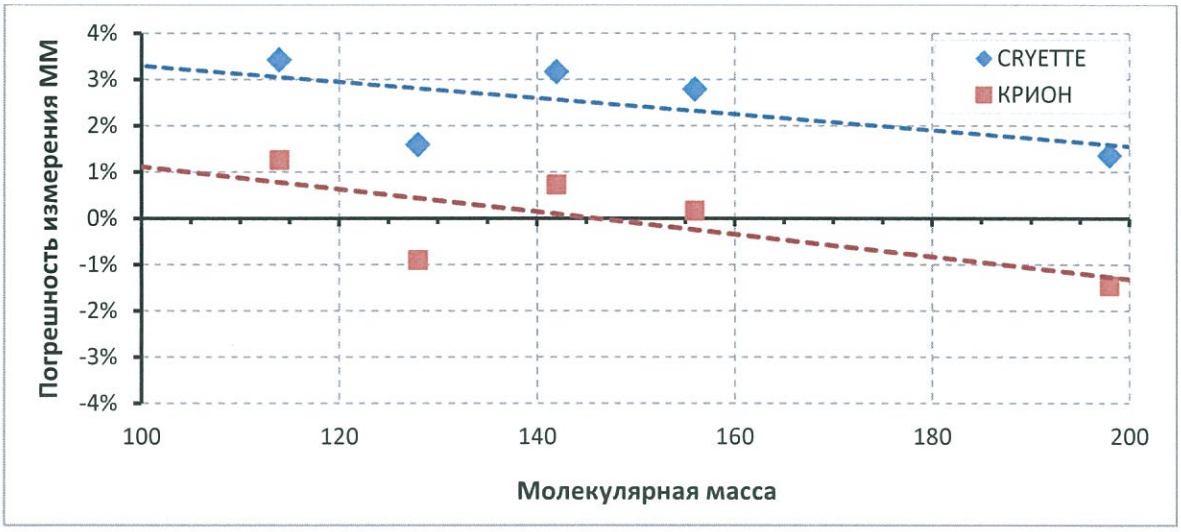
В результате испытания было установлено, что расширенная неопределенность измерения температуры кристаллизации бензола прибором КРИОН не превышает ±0,015 °C.

Примечание: большинство серий измерений имеет тенденцию к снижению температуры кристаллизации, что могло быть вызвано нестабильностью бензола, поскольку никакие специальные меры для его хранения не принимались.

Оценка величины абсолютной погрешности измерения молекулярной массы.

Для оценки величины абсолютной погрешности измерения использовались чистые углеводороды — вещества с известной молекулярной массой. Измерения проводились параллельно на приборах КРИОНе и CRYETTE Модель 5009. Наиболее показательные результаты приведены в таблице и на графике ниже:

Образец	ММ	Масса, г		Депрессия ΔT, °C		Измеренная ММ		Погрешность, %	
		навески	бензола	CRYETTE	КРИОН	CRYETTE	КРИОН	CRYETTE	КРИОН
Октан (C_8)	114	0,2955	17,7774	0,773	0,756	110,1	112,6	3,4%	1,3%
Нонан (C_9)	128	0,2458	12,9913	0,769	0,750	126,0	129,2	1,6%	-0,9%
Декан (C_{10})	142	0,3510	16,8845	0,774	0,755	137,5	141,0	3,2%	0,7%
Ундекан (C_{11})	156	0,3538	15,7379	0,759	0,739	151,6	155,8	2,8%	0,2%
Тетрадекан (C_{14})	198	0,4402	14,5882	0,791	0,769	195,3	200,9	1,4%	-1,5%



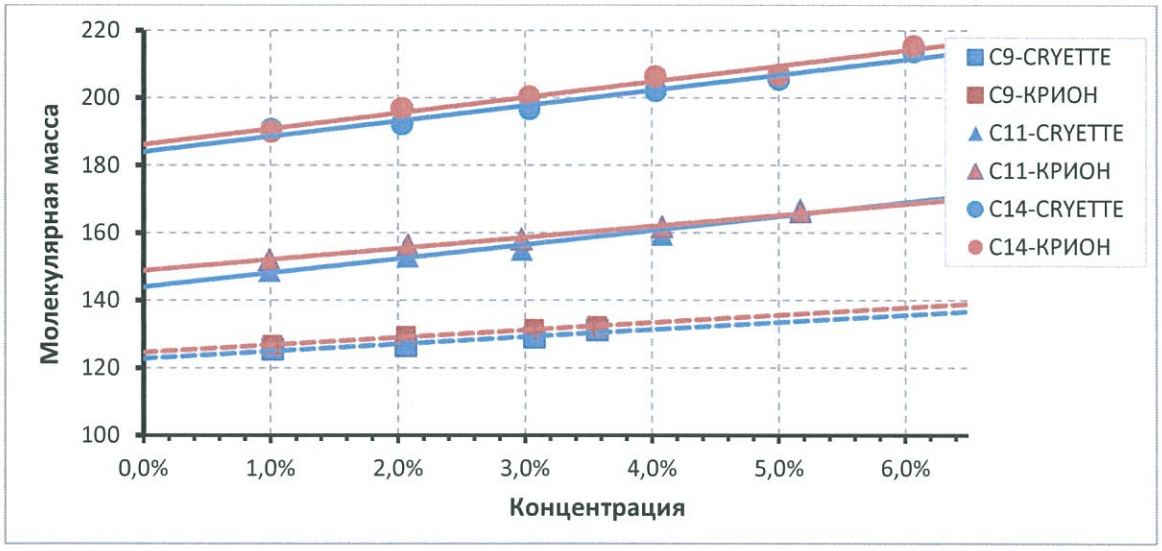
В результате испытания было установлено, что:

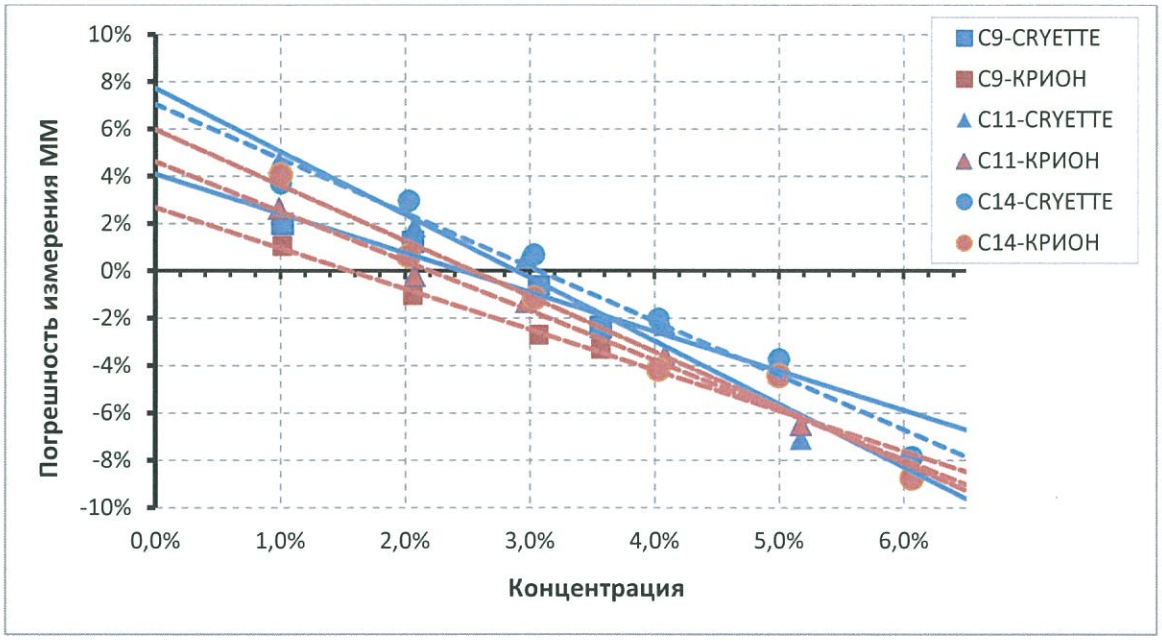
1. абсолютная погрешность измерения молекулярной массы чистых углеводородов прибором КРИОН, по крайней мере, не превышает погрешность измерения импортным прибором;
2. абсолютная погрешность измерения молекулярной массы чистых углеводородов прибором КРИОН практически не имеет систематической составляющей в диапазоне молекулярных масс от 100 до 200.

Определение концентрационных зависимостей.

Для определения концентрационных зависимостей измерения молекулярной массы использовались чистые углеводороды. Измерения проводились параллельно на приборах КРИОНе и CRYETTE Модель 5009. Наиболее показательные результаты приведены в таблице и на графиках ниже:

Образец	ММ	Масса, г		С, %	ΔТ, °С		Измеренная ММ		Погрешность, %	
		навески	бензола		CRYETTE	КРИОН	CRYETTE	КРИОН	CRYETTE	КРИОН
Нонан (C_9)	128	0,0872	8,4734	1,0%	0,4200	0,4160	125,5	126,7	2,0%	1,0%
		0,1920	9,1043	2,1%	0,8540	0,8350	126,4	129,3	1,2%	-1,0%
		0,3020	9,5162	3,1%	1,2610	1,2360	128,9	131,5	-0,7%	-2,7%
		0,3713	10,0259	3,6%	1,4470	1,4340	131,0	132,2	-2,4%	-3,3%
Ундекан (C_{11})	156	0,0818	8,1571	1,0%	0,3450	0,3380	148,8	151,9	4,6%	2,6%
		0,1758	8,2842	2,1%	0,7100	0,6950	153,0	156,3	1,9%	-0,2%
		0,2930	9,5595	3,0%	1,0120	0,9930	155,1	158,0	0,6%	-1,3%
		0,3587	8,4276	4,1%	1,3660	1,3480	159,5	161,7	-2,3%	-3,6%
		0,4013	7,3564	5,2%	1,6720	1,6810	167,0	166,2	-7,1%	-6,5%
Тетрадекан (C_{14})	198	0,1057	10,3972	1,0%	0,273	0,274	190,7	190,0	3,7%	4,1%
		0,1597	7,6955	2,0%	0,553	0,54	192,1	196,8	3,0%	0,6%
		0,2519	8,0379	3,0%	0,816	0,801	196,6	200,3	0,7%	-1,2%
		0,3815	9,0794	4,0%	1,065	1,043	202,0	206,3	-2,0%	-4,2%
		0,4485	8,5217	5,0%	1,312	1,303	205,4	206,8	-3,7%	-4,4%
		0,5460	8,4555	6,1%	1,548	1,535	213,6	215,4	-7,9%	-8,8%





В результате испытания было установлено, что:

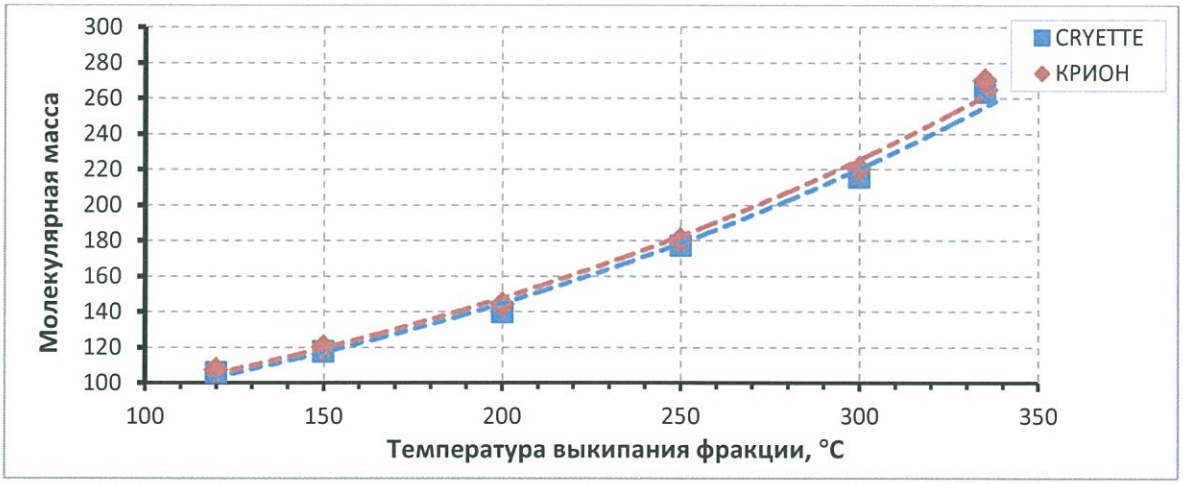
1. концентрационные зависимости для чистых углеводородов, определенные приборами КРИОН и CRYETTE, схожи и имеют классический вид;
2. оптимальная депрессия температуры, при которых приборы обеспечивают минимальную погрешность измерения, для CRYETTE составляет около 1,0 °С, а для КРИОНа — около 0,5 °С;
3. в области малых концентраций прибор КРИОН обеспечивает меньшую погрешность измерения.

Оценка сходимости измерения молекулярной массы.

Для оценки сходимости измерения молекулярной массы прибором КРИОН проводились параллельные измерения с референсным прибором CRYETTE Модель 5009.

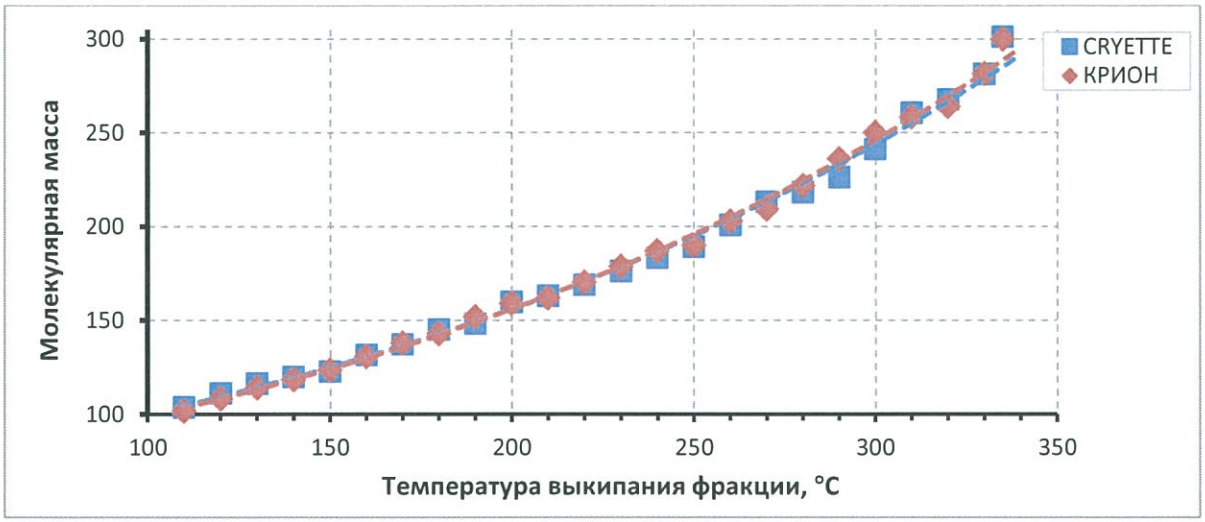
На первом этапе оба прибора измеряли молекулярные массы нефтяных фракций с различными температурами выкипания. Для измерений использовались одни те же пробы. Результаты приведены в таблице и на графике ниже:

Температура выкипания, °С	Масса, г		CRYETTE		КРИОН		Воспроизводимость, %
	навески	бензола	ΔТ, °С	ММ	ΔТ, °С	ММ	
100-120	0,34870	11,96210	1,410	105,9	1,388	107,5	-1,6%
120-150	0,36910	16,36020	0,981	117,7	0,961	120,2	-2,1%
150-200	0,33510	13,84670	0,886	139,9	0,859	144,2	-3,1%
200-250	0,34910	9,36840	1,076	177,3	1,056	180,7	-1,9%
250-300	0,38340	8,61180	1,056	215,9	1,033	220,7	-2,2%
300-335	0,35400	7,60460	0,904	263,7	0,882	270,2	-2,5%



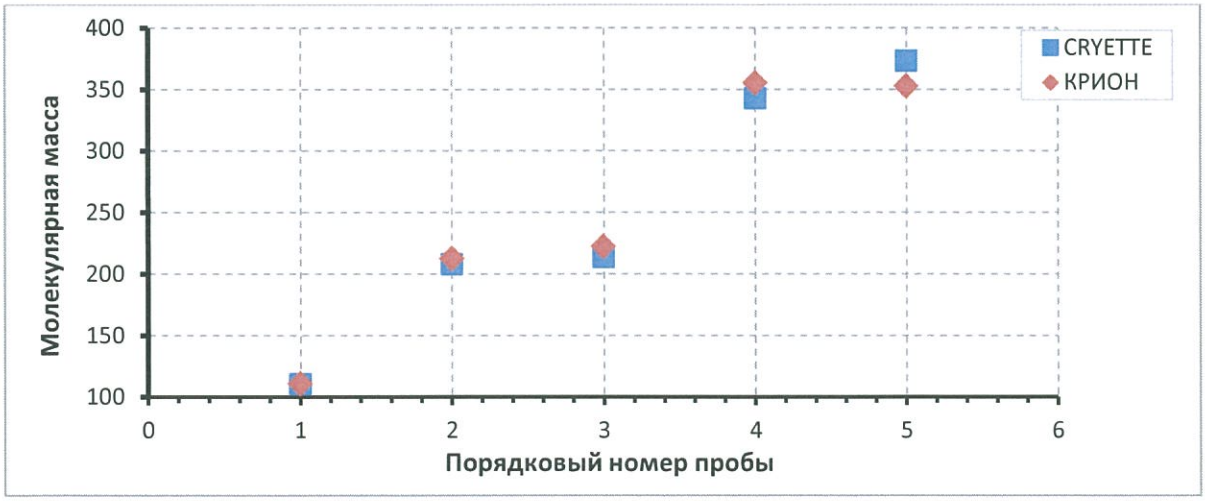
На втором этапе для каждого прибора проба готовилась индивидуально таким образом, чтобы обеспечить депрессию температуры, близкую к оптимальной для данного прибора. Результаты приведены в таблице и на графике ниже:

Температура выкипания, °С	CRYETTE				КРИОН				Воспроизводимость, %
	Масса, г		ΔT, °С	ММ	Масса, г		ΔT, °С	ММ	
	навески	бензола			навески	бензола			
100-110	0,20910	13,17615	0,782	103,9	0,39080	37,65770	0,522	101,8	2,0%
110-120	0,29987	12,73224	1,084	111,2	0,37690	34,25080	0,520	108,3	2,6%
120-130	0,24381	12,80324	0,837	116,5	0,38030	32,84300	0,520	114,0	2,1%
130-140	0,18878	12,73190	0,633	119,9	0,43590	35,52010	0,530	118,6	1,1%
140-150	0,22355	12,48119	0,746	122,9	0,35390	29,64400	0,494	123,7	-0,7%
150-160	0,25209	12,74956	0,768	131,8	0,41160	31,09700	0,518	130,8	0,8%
160-170	0,30250	12,89291	0,875	137,3	0,43840	31,75410	0,512	138,1	-0,6%
170-180	0,37234	12,58870	1,043	145,2	0,39720	27,52440	0,517	142,9	1,6%
180-190	0,25259	12,80177	0,681	148,3	0,39330	26,93280	0,492	152,0	-2,4%
190-200	0,33654	12,80199	0,842	159,9	0,35630	22,12500	0,518	159,2	0,4%
200-210	0,37334	10,00357	1,171	163,2	0,32030	19,76640	0,512	162,0	0,7%
210-220	0,26999	9,91417	0,825	169,0	0,32430	18,23440	0,534	170,5	-0,9%
220-230	0,34501	9,82570	1,020	176,3	0,38430	21,56710	0,510	178,9	-1,5%
230-240	0,37380	9,98350	1,046	183,3	0,31600	17,56020	0,492	187,3	-2,2%
240-250	0,30750	10,03220	0,829	189,3	0,35420	18,84420	0,507	189,8	-0,3%
250-260	0,32046	8,13802	1,004	200,8	0,37800	18,34730	0,520	202,9	-1,0%
260-270	0,33218	8,19848	0,973	213,2	0,36230	17,17640	0,516	209,3	1,8%
270-280	0,30396	8,34888	0,854	218,3	0,43180	19,72430	0,505	222,0	-1,7%
280-290	0,24039	8,53822	0,637	226,3	0,37090	16,40620	0,490	236,2	-4,4%
290-300	0,28222	8,05887	0,743	241,3	0,18260	7,67690	0,487	250,1	-3,6%
300-310	0,40020	6,75170	1,164	260,7	0,31330	11,71370	0,530	258,4	0,9%
310-320	0,39800	7,49360	1,016	267,7	0,27980	10,20540	0,532	263,9	1,4%
320-330	0,35420	7,28220	0,885	281,4	0,34650	11,91250	0,529	281,5	0,0%
330-335	0,34920	6,33390	0,937	301,3	0,29840	9,29600	0,548	299,9	0,4%



На третьем этапе оба прибора измеряли молекулярные массы различных нефтей. Для измерений использовались одни те же пробы. Результаты приведены в таблице и на графике ниже:

Месторождение	№	Масса, г		CRYETTE		КРИОН		Воспроизво-димость, %
		навески	бензола	ΔT, °C	ММ	ΔT, °C	ММ	
Еллей-Игай	1	0,30270	15,33790	0,916	110,3	0,911	110,9	-0,5%
Придутская	2	0,32600	7,44010	1,080	207,7	1,056	212,4	-2,3%
Лодочная Нх3-4	3	0,22920	13,30500	0,413	213,6	0,397	222,2	-4,0%
Лодочная вЯк	4	0,27250	6,08090	0,670	342,4	0,646	355,2	-3,7%
Лодочная Як3-4	5	0,21950	13,50500	0,223	373,2	0,236	352,6	5,5%



В результате испытаний было установлено, что прибор КРИОН обеспечивает хорошую сходимость результатов измерений с импортным аналогом в диапазоне молекулярных масс от 100 до 350, как для нефтей, так и для нефтяных фракций.

Заведующий лабораторией геохимии
и пластовых нефтей, к.х.н, д.г.-м.н. И.В. Гончаров