МИНИСТЕРСТВО НЕФТЯНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ
ИНСТИТУТ «ГИПРОВОСТОКНЕФТЬ»

ИНСТРУКЦИЯ ПО ИССЛЕДОВАНИЮ НЕФТЕЙ И НЕФТЯНЫХ ЭМУЛЬСИЙ ЦЕЛЬЮ ВЫДАЧИ ИСХОДНЫХ ДАННЫХ ДЛЯ ПРОЕКТИРОВАНИЯ УСТАНОВОК ПОДГОТОВКИ НЕФТИ

РД 39—30—898—83

КУЙБЫШЕВ 1984

gost.e-ecolog.ru

Министерство нефтяной промышленности

"УТВЕРЖДАЮ"

Первый заместитель
министра
_____ В.И.Игревский
"08" июня 1983г.

ИНСТРУКЦИЯ

по исследованию нефтей и нефтяных эмульсий с целью выдачи исходных данных для проектирования установок подготовки нефти

РД 39-30-898-83

НАСТОЯЩИЙ ДОКУМЕНТ РАЗРАБОТАН:

Государственным институтом по проектированию и исследовательским работам в нефтяной промышленности "Гипровостокнефть"

Директор института "Гипровостокнефть" _____ Б.П.Усачев
"26" ноября 1982г

Ответственные исполнители:

И.о.зав.лабораторией отдела ШНиВ _____ А.А.Петров
"25" ноября 1982г

Старший научный сотрудник отдела ШНиВ _____ Л.М.Трейгер
"25" ноября 1982г

СОГЛАСОВАНО:

Директор института "ВНИИСПТнефть" _____ А.Г.Гумеров
1982г

(продолжение на следующей странице)

Продолжение титульного листа

Зам. начальника Управления
по развитию техники
и организации добычи
нефти и газа

22.12.82

А.М.Галустов

" 22 " декабря 1982г

Зам. начальника Технического
управления

30.12.82

В.Д.Барановский

" 30 " декабря 1982г

Ответственный за выпуск ОНТИ

Подписано в печать 15.10.84. ЕС01428. Формат 60х84 1/16
Печать оперативная. Объем 13,75. Тираж 250 экз. Заказ 6991
Бесплатно

Областная типография им. Мяги, г. Куйбышев, ул. Венцека, 60.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

ИНСТРУКЦИЯ

по исследованию нефтей и нефтяных эмульсий с целью выдачи исходных данных для проектирования установок подготовки нефти

Вводится впервые

Приказом Министерства нефтяной промышленности от 25 июля № 395

Срок введения установлен с июля 1983 г.

Срок действия до

I. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

I.I. Настоящая инструкция содержит методики исследования нефтей и нефтяных эмульсий для получения исходных данных, необходимых при проектировании на уровне технико-экономических обоснований (ТЭО) и рабочих чертежей промысловых установок по обезвоживанию нефтей, а также при разработке схем развития и размещения нефтяной промышленности нефтедобывающих районов.

I.2. Инструкция включает ряд методик, позволяющих получать исходные данные для проектирования установок подготовки нефти для новых нефтедобывающих районов различной степени изученности и для нефтяных месторождений, находящихся на различной стадии разработки и обустройства, с учетом наличия и объема проб нефтей и нефтяных эмульсий с этих месторождений.

I.3. Предлагаемые методики содержат исходные данные для процессов подготовки нефти, предусмотренных "Нормами технологического проектирования объектов сбора, транспорта, подготовки нефти, газа и воды нефтяных месторождений" (ВНТП-77):

предварительное обезвоживание нефти (предварительный сброс воды) до остаточного содержания воды 10 или 20%, или меньше при исходном содержании более 20%;

глубокое обезвоживание нефти теплохимическим и электрическим (на токах промышленной частоты) способами до остаточного содержания воды 1% или меньше при исходном содержании не более 20%;

обессоливание нефти электрическим способом (на токах промышленной частоты) до остаточного содержания хлористых солей и воды, соответствующих 1-й группе нефтей по ГОСТ 9965-76: солей - не более 40 мг/л, воды - не более 0,5%.

1.4. Исходные данные, получаемые по предлагаемым методикам, включают следующие параметры:

1.4.1. Для процесса предварительного и глубокого обезвоживания нефти теплохимическим способом:

температура отстаивания, ^{o}C;

продолжительность отстаивания, мин;

тип и удельный расход реагента-деэмульгатора, г/т обрабатываемой жидкости (нефти, поступающей на обезвоживание).

1.4.2. Для процесса глубокого обезвоживания электрическим способом:

температура обработки электрополем, ^{o}C;

продолжительность пребывания жидкости в электродегидраторе, мин;

напряженность электрического поля, кВ/см;

тип и удельный расход реагента-деэмульгатора, г/т обрабатываемой жидкости (нефти, поступающей на обезвоживание).

1.4.3. Для процесса обессоливания электрическим способом:

температура обработки электрополем, ^{o}C;

продолжительность пребывания жидкости в электродегидраторе, мин;

расход промывной воды, % масс. на нефть, поступающую на обессоливание;

напряженность электрического поля, кВ/см;

тип и удельный расход реагента-деэмульгатора, г/т обрабатываемой жидкости (нефти, поступающей на обессоливание);

число ступеней обработки.

I.4.4. Пересчет удельного расхода реагента на товарную нефть выполняют по уравнению

$$q_p^н = q_p^э \frac{100 - q_{мсе}}{100 - q_{мсе} - W_{исх}^{гост}} \cdot \left(1 - \frac{W_к^{гост}}{100}\right) \simeq q_p^э \frac{100 - q_{мсе}}{100 - q_{мсе} - W_{исх}^{гост}}, \quad (I)$$

где $q_p^э$ – удельный расход реагента на эмульсию, г/т; $q_{мсе}$ – содержание солей в эмульгированной воде ("сухой остаток"), % масс.; $W_{исх}^{гост}$ и $W_к^{гост}$ – содержание воды в эмульсии и товарной нефти соответственно, % масс (по ГОСТ 2477-65).

I.5. Определение параметров процессов подготовки нефти в предлагаемых методиках проводят различными способами в соответствии с условиями, перечисленными в п.I.2. Используют следующие способы в зависимости от степени изученности нефтяного месторождения, стадии его разработки, наличия проб нефти и нефтяной эмульсии.

I.5.I. Оценка параметров, исходя из общих физико-химических свойств нефти в сопоставлении их со свойствами типичных нефтей, условия подготовки которых известны.

I.5.2. Оценка параметров по результатам исследования компонентного состава и свойств нефти, непосредственно определяющих устойчивость ее нефтяной эмульсии.

I.5.3. Определение параметров подготовки на основе лабораторных исследований образцов разгазированных до I ата нефтяных эмульсий, отобранных с месторождений или образцов нефтяных эмульсий, полученных искусственно из разгазированной до I ата безводной нефти и пластовой воды.

I.5.4. Определение параметров на пилотных установках, воспроизводящих процессы подготовки нефти, на образцах как газонасыщенных, так и разгазированных до I ата нефтяных эмульсий, отобранных с месторождений или полученных искусственно.

I.6. Объем исследований, выполняемых с целью получения исходных данных для проектирования установок промысловой подготовки нефти, определяется на основе задания, выдаваемого проектной организацией в соответствии с заданием на проектирование установки и выбранной принципиальной технологической схемой.

2. ОБЪЕКТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

2.I. Определенные по приведенным методикам параметры подготовки нефти относятся к конкретному образцу нефтяной эмульсии, взятому для исследования.

Образец нефтяной эмульсии, используемый в исследовании, должен представлять собой эмульсию, поступающую в перспективе на установки подготовки нефти в данном нефтедобывающем районе.

2.2. Для многопластовых месторождений или групп месторождений с различными продуктивными горизонтами, входящих в данный нефтедобывающий район, исследования выполняют как на представительных образцах нефтяных эмульсий отдельных основных продуктивных горизонтов и месторождений, так и на их смесях с целью определения совместимости нефтяных эмульсий различных пластов.

2.3. Образцы нефтяных эмульсий для исследований могут быть получены двумя путями:

2.3.I. Для месторождений, где имеются обводнившиеся скважины, отбирают представительную пробу водонефтяной эмульсии с отдельной скважины, групповой установки или сборной эмульсии всего месторождения. Место отбора пробы определяют исходя из необходимости иметь требуемую обводненность эмульсии (см.ниже,п.2.4.I) или получить смесь эмульсий основных разрабатываемых горизонтов.

2.3.2. Для месторождений, находящихся в периоде безводной эксплуатации, водонефтяную эмульсию готовят в лабораторных условиях путем смешивания безводной нефти основных продуктивных горизонтов с соответствующей пластовой водой. Пластовую воду отбирают из законтурных скважин соответствующих горизонтов или из сильно обводнившихся скважин других месторождений, эксплуатирующих те же продуктивные горизонты. В крайнем случае пластовую воду готовят искусственно растворением необходимых солей в дистиллированной воде, выдерживая при этом солевой состав и pH в соответствии с характеристикой естественной пластовой воды.

2.3.3. Для приготовления разгазированной до I ата нефтяной эмульсии смешивают нефть и пластовую воду на специальной мешалке, обеспечивающей необходимую степень дисперсности эмульсии (см.приложение I "Методика приготовления стандартной искусственной эмульсии"). Для приготовления газонасыщенной нефтяной эмульсии используют пилотную установку (см.п.5.2 "Методика приготовления газонасыщенных нефтяных эмульсий").

Примечание. При разработке нефтяного месторождения методом разрезания на блоки или площадного заводнения возможно быстрое опреснение извлекаемых вместе с нефтью пластовых вод, что необходимо учитывать при приготовлении искусственных нефтяных эмульсий путем смешивания безводной нефти и пластовой воды.

2.4. Характеристики нефтяных эмульсий, используемых для исследования.

2.4.I. Обводненность нефтяной эмульсии должна находиться в пределах:

для определения параметров процесса предварительного обезвоживания нефти (предварительный сброс воды) в образцах промысловой эмульсии–от 20 до 60%, в образцах искусственной эмульсии–в пределах 30–50%;

для определения параметров глубокого обезвоживания нефти

для общих эмульсий (промысловой и искусственной)- от 10 до 20%.

Содержание воды в нефтяной эмульсии определяется по ГОСТ 2477-65.

Примечание: возможно использование нефти, полученной после определения параметров предварительного обезвоживания нефти, для определения параметров глубокого обезвоживания, если в ней содержание остаточной воды не менее 5%.

2.4.2. Дисперсность искусственной нефтяной эмульсии, приготовленной на лабораторной мешалке, должна находиться в пределах: средний объемно-поверхностный диаметр-от 6 до 12 мкм, чему соответствует удельная поверхность от $10 \cdot 10^6$ до $5 \cdot 10^6$ 1/м.

Дисперсность промысловых эмульсий и искусственных эмульсий, приготовленных на пилотной установке, желательно иметь в тех же пределах (см. приложение 1 "Методика определения дисперсности эмульсий").

2.5. Нефтяная эмульсия, отобранная с месторождения или приготовленная в газонасыщенном состоянии из безводной нефти и пластовой воды, должна быть исследована не позже чем через 4 часа от момента ее отбора или приготовления.

Нефтяная эмульсия, приготовленная из безводной нефти и пластовой воды, разгазированных при давлении 1 ата (в полностью разгазированном состоянии), выдерживается до начала исследования 16-20 часов.

3. МЕТОДИКА ОЦЕНКИ ПАРАМЕТРОВ ПОДГОТОВКИ НА ОСНОВЕ СВОЙСТВ БЕЗВОДНЫХ НЕФТЕЙ

3.1. Оценка по общим физико-химическим свойствам безводных нефтей

Данную методику используют в том случае, когда отсутствуют пробы промысловых нефтяных эмульсий и безводных нефтей для получения искусственных эмульсий.

3.I.I. Основные параметры процессов подготовки нефти:

температура отстаивания, ^{o}C;

продолжительность отстаивания, мин;

удельный расход реагента, г/т жидкости,

могут быть оценены исходя из общих физико-химических свойств нефти:

плотность, d_4^{20}, кг/м^3;

динамическая вязкость при 20°C, η_{20}, н.с/м^2.

3.I.2. Нефти в зависимости от физико-химических свойств - плотности и вязкости - разделены на четыре типа: I - легкие нефти; II - средние нефти; III - тяжелые нефти и IУ - очень тяжелые нефти.

В табл.I приведены значения параметров подготовки нефтей в зависимости от их физико-химических свойств.

3.I.3. При использовании табл.I для оценки параметров подготовки нефти необходимо учитывать следующие положения:

3.I.3.I. Исходное содержание воды в нефти, поступающей на обработку в процессе предварительного обезвоживания не менее 20%, на глубокое обезвоживание - не более 20%, на обессоливание - не более I,0%.

3.I.3.2. Удельный расход реагента на предварительное обезвоживание определен на I т сырой нефти (жидкости) с содержанием воды 40%, на глубокое обезвоживание - с содержанием воды 20% и на обессоливание - с содержанием воды I,0%.

3.I.3.3. При последовательном проведении предварительного и глубокого обезвоживания удельный расход реагента на глубокое обезвоживание (см.табл.I) включает расход я на предварительное обезвоживание.

3.I.3.4. Удельные расходы реагента на процесс электрообессоливания (см.табл.I) являются дополнительными к расходам на глубокое обезвоживание.

Таблица I

Технологические параметры подготовки нефтей с различными физико-химическими свойствами

Тип нефти	Физ.-хим. свойства		Предварительное обезвоживание				Глубокое обезвоживание								Электрообессоливание					
							теплохимическое				алектрическое									
	d_4^{20}, кг/м^3	η_{20}, н.с/м^2 $\cdot 10^3$	q, г/т	t, °С	z, мин	$w_к^{тост}$, %	q, г/т	t, °С	z, мин	$w_к^{тост}$, %	q, г/т	t, °С	z, мин	$w_к^{тост}$, %	q, г/т	t, °С	$q_в$, %	z, мин	x, мг/л	$w_к^{тост}$, %
I. Легкие нефти	До 830 вкл.	До 5	I5–20	I0–20	20–40	До I0 вкл.	20–40	20–40	30–60	До 0,5 вкл.	20–40	20–40	20–30	До 0,5 вкл.	–	20–40	3–5	20–30	До 40 вкл.	До 0,5 вкл.
II. Средние нефти	83I–870	5–I5	20–40	I5–30	30–60	То же	40–60	40–60	60–90	До I,0 вкл.	40–60	40–60	30–60	То же	5–I0	40–60	5–I0	30–60	То же	То же
III. Тяжелые нефти	87I–9I0	I5–50	40–60	20–40	60–I20	"	60–80	60–80	60–I20	То же	60–80	60–80	40–90	До I,0 вкл.	I0–I5	60–80	5–I0	40–90	До I00 вкл.	До I,0 вкл.
IV. Очень тяжелые нефти	Свыше 9I0	Свыше 50	60–I00	30–50	90–I80	До 20 вкл.	80–I20	80–I20	I20–240	До 2,0 вкл.	80–I20	60–I20	60–I20	То же	I5–20	60–I20	I0–I5	60–I20	До 300 вкл.	То же

Условные обозначения:

d_4^{20} – плотность безводной нефти, кг/м^3;

η_{20} – динамическая вязкоть при 20°С, н.с/м^2;

q – удельный расход реагента-деэмульгатора, в г/т жидкости (нефти, поступающей на обработку в данный процесс);

t – температура процесса подготовки, °С;

z – продолжительность пребывания в аппарате жидкости (нефти, поступающей на обработку), мин ;

q – расход промывной воды, % масс. на обессоленную нефть;

$w_к$ – содержание воды в обработанной нефти, % масс. (по ГОСТ 2477-65);

x – содержание солей в обессоленной нефти, мг/л (по ГОСТ 2I534-76).

3.I.3.5. Значение удельного расхода реагентов, принимаемое для конкретной нефти в пределах интервала расходов (см.табл.I), согласуют с расположением плотности нефти в интервале плотностей, определяющих тип этой нефти.

Пример I. Определить удельный расход реагента в процессе предварительного обезвоживания для нефти с плотностью 860 кг/м^3.

Нефть относится ко II типу (средняя нефть), интервал плотностей 830–870 кг/м^3, интервал удельных расходов реагента для предварительного обезвоживания нефтей II типа 20–40 г/т.

Плотность данной нефти (860 кг/м^3) близка к верхнему пределу интервала плотностей (870 кг/м^3), удельный расход реагента принимают равным верхнему значению интервала расходов, т.е. 40 г/т жидкости (обводненность 40%).

Пример 2. Определить удельный расход реагента на предварительное и глубокое обезвоживание нефти, проводимых непосредственно одно за другим (на ЦПС) для нефти с плотностью 890 кг/м^3. Нефть относится к III типу (тяжелая нефть), интервал плотностей 870–910 кг/м^3, интервал удельных расходов для глубокого обезвоживания 60–80 г/т.

Плотность данной нефти (890 кг/м^3) находится в середине интервала плотностей, удельный расход реагента на обезвоживание принимают равным среднему значению в интервале расходов, т.е. 70 г/т жидкости (обводненность 20%). В этот расход включен и расход на предварительное обезвоживание.

3.I.3.6. При выборе температуры процесса и продолжительности пребывания нефти (жидкости) в аппарате для конкретного типа нефти и процесса подготовки необходимо ориентироваться на минимальное значение одного из этих параметров и на максимальное другого или на средние значения обоих, взятых из табл. I.

Пример. Оценить температуру и продолжительность пребывания в электродегидраторе для глубокого обезвоживания нефти

плотностью 860 кг/м^3. Нефть относится ко II типу (средняя нефть), рекомендуемые для электрообезвоживания температуры 40-60^{0}С, время пребывания в электродегидраторе 30-60 мин (см. табл.I). Можно принять следующие параметры t=40^{0}С, τ=60 мин, или t=60^{0}С, τ=30 мин, или t=50^0, τ=45 мин.

3.I.3.7. Для получения при электрообессоливании товарной нефти с содержанием хлористых солей менее 40 мг/л содержание солей в нефти, поступающей на обессоливание, не должно превышать 500 мг/л; для получения товарной нефти с содержанием солей менее I00 мг/л - не должно превышать I000 мг/л. При содержании солей в нефти, поступающей на обессоливание, выше указанных количеств необходимо проводить двухступенчатое электрообессоливание.

3.I.3.8. Для парафинистых нефтей с высокой температурой застывания ($t_{заст} \geqslant 20^0$С) температурный режим процессов подготовки нефтей I и II типа принимают как для нефтей III типа.

3.I.3.9. Параметры подготовки нефтей, приведенные в табл.I, относятся к нефтям, добываемым с одного продуктивного горизонта. В случае поступления на подготовку нефтей с различных горизонтов и месторождений параметры подготовки должны быть скорректированы в соответствии с известными данными по устойчивости эмульсий смеси нефтей. В частности, при смешивании эмульсий нефтей, одна из которых содержит сероводород, а пластовые воды другой - ионы двухвалентного железа, корректировку параметров подготовки выполняют в соответствии с "Временной Инструкцией по определению допустимых пределов смешения сероводород- и железосодержащих водонефтяных эмульсий" (РД 39-I-205-79).

3.2. Оценка параметров подготовки нефти по содержанию потенциальных стабилизаторов нефтяных эмульсий в безводных нефтях

3.2.I. Основные параметры процессов подготовки нефти – предварительного и глубокого обезвоживания-обессоливания оценивают на основе содержания в нефтях следующих высокомолекулярных компонентов, определяющих устойчивость нефтяных эмульсий:

асфальтенов и смол;

парафинов;

нефтяных ПАВ.

Методика определения содержания перечисленных компонентов безводных нефтей приведена в приложении 2.

3.2.2. Параметры глубокого обезвоживания нефти оценивают по коэффициенту устойчивости Ку процесса теплохимической деэмульсации, вычисляемому по уравнению

$$K_y = \frac{q_c + q_a}{100 \cdot q_{пав}} q_г ,$$

где q_c – содержание смол; q_a – содержание асфальтенов; $q_{пав}$ – содержание нефтяных ПАВ; $q_г$ – содержание гудрона в нефти, % масс.

3.2.2.I. По значению коэффициента устойчивости Ку с помощью табл.2, определяют для глубокого обезвоживания нефти теплохимическим и электрическим способом и электрообессоливания температуру процесса, t °С; время пребывания в аппарате, Z мин; количество промывной воды, q % масс. на нефть, обеспечивающие необходимую глубину обработки, содержание остаточной воды, $W_к^{ост}$, % масс. и хлористых солей, X мг/л (см. табл.2).

3.2.2.2. Удельный расход реагента-деэмульгатора суммарно для процесса глубокого обезвоживания и обессоливания определяют по значению коэффициента устойчивости Ку с помощью графика, приведенного на рис.I.

Таблица 2

Технологические параметры подготовки нефтей, определенные на основе состава и свойств потенциальных стабилизаторов нефтяных эмульсий

Пределы Ку	Глубокое обезвоживание						Обессоливание электрическим полем				
	теплохимическим			электрическим способом							
	t, °С	z, мин	$w_к^{ост}$, %	t, °С	z, мин	$w_к^{ост}$, %	t, °С	z, мин	q, %	$w_к^{ост}$, %	x, мг/л
0,10–0,30	40	40	1,0	40	20	До 0,5 вкл.	40	20	3–5	До 0,5 вкл.	До 40 вкл.
0,31–0,45	55	60	1,0	55	30	То же	50	30	3–5	То же	То же
0,46–0,70	60	120	1,0	60	40	"	50	40	3–5	"	До 100 вкл.
0,70	80	180	2,0	80	60	До 1,0 вкл.	80	60	5	До 1,0 вкл.	То же

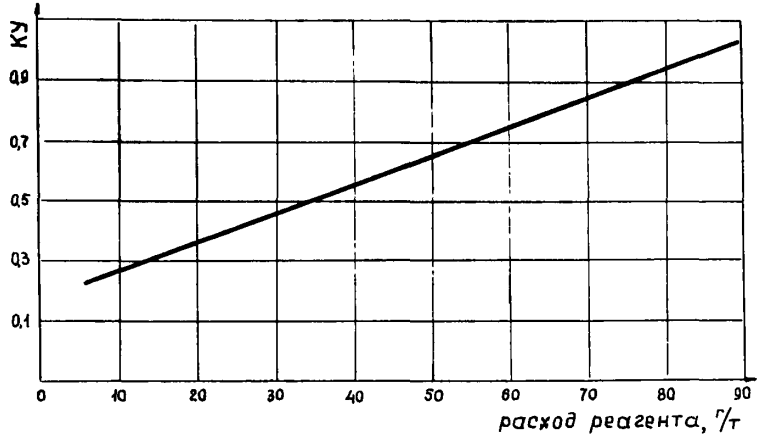


Рис. I. Корреляционная зависимость коэффициента устойчивости КУ от расхода реагента

3.2.3. Параметры предварительного обезвоживания нефти оценивают по коэффициенту устойчивости КНТ процесса обезвоживания при низкой температуре, вычисляемому по уравнению

$$КНТ = \frac{q_c + q_a + q_n}{100 \cdot q_{тв}} q_r ,$$

где q_n – содержание парафина в нефти, % масс. Значения остальных величин даны выше (см.п.3.2.2).

3.2.3.I. По значению коэффициента КНТ с помощью табл.3 определяют параметры предварительного обезвоживания нефти – температуру, время пребывания в отстойнике при заданном содержании остаточной воды в обработанной нефти.

3.2.3.2. Удельный расход реагента для предварительного обезвоживания также определяют по коэффициенту устойчивости КНТ с помощью графика, приведенного на рис.2.

Таблица 3

Технологические параметры предварительного обезвоживания нефти, определенные на основе состава и свойств потенциальных стабилизаторов нефтяных эмульсий

Интервал КНТ	t, °С	Z, мин.	$W_к^{кат}$, %
От 0,I до 0,34 вкл.	I0–20	до 40	до 2,0 вкл.
св.0,34 до 0,43 вкл.	20–25	40–60	до I0 вкл.
св.0,43	25–30	60–I20	до 20 вкл.

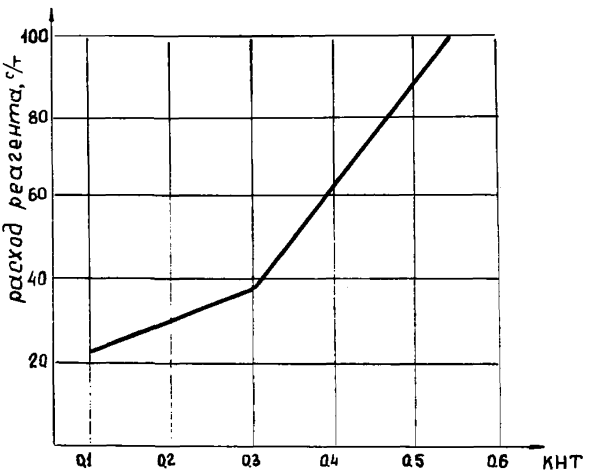


Рис. 2. Корреляционная зависимость коэффициента устойчивости КНТ от расхода реагента

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ ПОДГОТОВКИ НЕФТЕЙ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ИХ ЭМУЛЬСИЙ

4.I. Объекты исследования

Лабораторные исследования по определению параметров подготовки нефти проводят на разгазированных при I ата нефтяных эмульсиях.

4.I.I. Пробы нефтяных эмульсий, необходимые для проведения исследований:

отбирают с обводнившихся скважин с параметрами, соответствующими требованиям п.2.3 настоящей инструкции, при их наличии на месторождении, для которого необходимы исходные данные по подготовке нефти;

приготавливают путем смешивания безводной нефти, отобранной с месторождения, с соответствующей пластовой водой (естественной или искусственной).

Примечание. Пробы безводной нефти могут быть отобраны с разведочных скважин месторождения во время их опробования или в период пробной эксплуатации его, или с безводных скважин, если месторождение вступило в стадию нормальной эксплуатации.

Пробы нефти с разведочных скважин или в период пробной эксплуатации месторождения отбирают в контакте с подразделениями, занимающимися определением общих физико-химических свойств нефтей новых месторождений.

4.I.2. Пробы пластовой воды отбирают с соответствующих горизонтов с законтурных скважин в период разбуривания месторождения или с высокообводненных скважин в период его эксплуатации. При отсутствии возможности отбора проб пластовой воды с исследуемого месторождения для получения искусственных эмульсий используют пластовую воду, отобранную с других нефтяных месторож-

дений, разрабатывающих аналогичные продуктивные горизонты, или приготавливают путем растворения необходимого количества солей в воде (см.п.2.3.2).

4.I.3. Отобранные пробы безводной нефти хранятся в металлической или полиэтиленовой плотно закрытой таре. Пробы пластовой воды хранятся в стеклянной или полиэтиленовой таре под слоем нефти во избежание окисления неустойчивых ионов (например, ионов двухвалентного железа) кислородом воздуха. Срок хранения проб не должен превышать I месяц.

4.I.4. Пробы искусственной нефтяной эмульсии приготавливают путем смешивания безводной нефти и пластовой воды в термостатируемой турбинной мешалке стандартных размеров с регулируемым числом оборотов, обеспечивающей воспроизводимость получения эмульсии, удовлетворяющей требованиям, приведенным в п.2.3 настоящей инструкции. Описание конструкции мешалки и методика приготовления эмульсии на ней даны в приложении I.

4.2. Определение параметров предварительного и глубокого обезвоживания нефтей теплохимическим способом в лабораторных условиях

4.2.I. Сущность способа состоит в определении количества отделившейся от нефти воды (содержания остаточной воды) в зависимости от параметров процесса подготовки.

4.2.2. Необходимое оборудование и реактивы:

I. Водяная баня на температуру от +I0 до +40°С с гнездами для измерительных цилиндров.

2. Измерительные цилиндры с полиэтиленовым основанием (по ГОСТ I770-74) на 250 мл.

3. Пипетки с делениями (по ГОСТ 20292-74) на I, 2, 5 мл.

4. Колбы мерные (по ГОСТ I770-74) на I00 и 200 мл.

5. Мешалка для перемешивания эмульсии с реагентами (см. приложение 3).

6. Стаканы химические высокие с носиком (по ГОСТ 10394-72) на 1000 мл.

7. Стаканчики для взвешивания - бюксы (по ГОСТ 7148-70), высокие, без плечиков, 30/45 мм.

8. Воронки конусообразные (по ГОСТ 8643-75) № 3-4.

9. Отстойники стеклянные (по ГОСТ 22528-77) исполнение I (для определения содержания смолистых веществ в нефтепродуктах вместимостью 40 мл).

10. Отстойники стальные герметичные (см. приложение 4).

11. Водяная баня на температуру от 20 до 80°С с гнездами для отстойников (по ГОСТ 22528-77), исполнение I.

12. Масляная баня на температуру от 80 до 120°С с гнездами для стальных отстойников (см. приложение 4).

4.2.3. Данная методика предусматривает определение трех параметров, обеспечивающих получение нефти заданного качества:

температуры отстаивания нефтяной эмульсии, смешанной с реагентом-деэмульгатором;

продолжительности отстаивания нефтяной эмульсии, смешанной с реагентом;

типа и удельного расхода реагента-деэмульгатора.

Другие параметры, от которых может зависеть эффективность процесса подготовки нефти теплохимическим способом принимают постоянными во всех опытах.

4.2.3.1. Глубина подготовки нефти должна обеспечить остаточное содержание воды, определенное (по ГОСТ 2477-65):

для процесса предварительного обезвоживания не более 10 или 20% масс.;

для процесса глубокого обезвоживания не более 1% масс. (см. пп.1.4.1 и 1.4.2).

Содержание остаточной воды в нефти пересчитывают на количество отделившейся воды в процентах от ее исходного содержания по уравнению

$$W_{отд} = \frac{W_{исх}^{ГОСТ} - W_{к}^{ГОСТ}}{W_{исх}^{ГОСТ}} \cdot \frac{100 - g_{NaCe}}{100 - W_{к}^{ГОСТ} - g_{NaCe}} \cdot 100, \qquad (2)$$

где $W_{к}^{ГОСТ}$ и $W_{исх}^{ГОСТ}$ – массовое содержание воды, %, определенное по ГОСТ 2477-65, соответственно в обезвоженной нефти и исходной эмульсии; g_{NaCe} – содержание солей ("сухой остаток") в эмульгированной воде, % масс.

В частности, для процесса предварительного обезвоживания при содержании остаточной воды $W_{к}^{ГОСТ} \leq 10\%$

$$W_{отд} \geq \frac{W_{исх}^{ГОСТ} - 10}{W_{исх}^{ГОСТ}} \cdot \frac{100 - g_{NaCe}}{90 - g_{NaCe}} \cdot 100; \qquad (3а)$$

при $W_{к}^{ГОСТ} \leq 20\%$

$$W \geq \frac{W_{исх}^{ГОСТ} - 20}{W_{исх}^{ГОСТ}} \cdot \frac{100 - g_{NaCe}}{80 - g_{NaCe}}, \qquad (3б)$$

Для процесса глубокого обезвоживания при $W_{к}^{ГОСТ} \leq 1\%$

$$W_{отд} \geq \frac{W_{исх}^{ГОСТ} - 1}{W_{исх}^{ГОСТ}} \cdot \frac{100 - g_{NaCe}}{99 - g_{NaCe}} 100. \qquad (3в)$$

Примечание. По плотности пластовой воды, измеренной денсиметром при 20°С, оценивают приближенное содержание в ней солей

("сухой остаток"), q_{NaCl}, по таблице плотностей растворов хлористого натрия, приведенной в приложении 5.

4.2.3.2. Содержание воды в исходной эмульсии и ее дисперсность принимают в соответствии с пп.2.4.I и 2.4.2 настоящей инструкции. Продолжительность хранения эмульсии от момента ее отбора или приготовления до использования - в соответствии с п.2.5.

4.2.3.3. Реагент-деэмульгатор вводят в эмульсию с помощью микропипетки в виде раствора 0,5 или I г в I00 мл для маслорастворимых реагентов ксилола (бензола, толуола) или смеси ксилола и изопропанола, взятых в соотношении 3:I по объему, для водорастворимых - в воде.

Для приготовления раствора реагента в стаканчик емкостью 50 мл отвешивают на технических весах 0,5 или I г реагента с точностью ± 0,0I г. Затем навеску растворяют в 20-30 мл соответствующего растворителя и переливают в мерную колбу на I00 мл. Стаканчик ополаскивают 3 раза по 20 мл растворителем, который также сливают в колбу. Раствор в колбе перемешивают и доводят до метки тем же растворителем.

4.2.3.4. Нефтяную эмульсию перемешивают с реагентом на специальной турбинной мешалке стандартных размеров. Описание конструкции мешалки и методика работы на ней даны в приложении 3. Число оборотов мешалки и продолжительность перемешивания выбирают, исходя из условий контактирования эмульсии с реагентом на проектируемой установке. Оценка необходимых значений интенсивности (число оборотов) и продолжительности перемешивания эмульсии с реагентом на мешалке также приведена в приложении 3.

4.2.3.5. Температуру перемешивания эмульсии с реагентом, если температура последующего отстаивания будет $t_{отст} \geq 20^{\circ}C$, принимают равной $20^{\circ}C$. Если же температура отстаивания ниже $20^{\circ}C$, то температуру перемешивания принимают равной температуре

отставания. Для поддержания необходимой температуры мешалка снабжена рубашкой.

4.2.4. Планирование опытов по теплохимическому обезвоживанию нефтей.

4.2.4.I. Для определения значений параметров - удельного расхода реагента q, г/т; температуры, t,°С; продолжительности отстаивания z, мин - для процессов предварительного и глубокого обезвоживания, обеспечивающих заданное содержание остаточной воды не более I0 или 20% и I или 2%, соответственно, находят интерполяционное уравнение

$$W_{ост} = f(q, t, z), \qquad (4)$$

связывающее количество отделившейся воды в процентах к исходному содержанию воды $W_{ост}$, с параметрами процесса. С целью сокращения числа исследуемых проб используют эмпирическое уравнение

$$\lg W_{ост} = A - \frac{B}{z}, \qquad (5)$$

где А и В-постоянные величины, зависящие от температуры отстаивания t и удельного расхода реагента q. Для определения значений А и В проводят эксперимент по композиционному плану типа 2^2, в котором управляющими параметрами являются удельный расход реагента q, г/т и температура отстаивания t,°С, а функцией отклика - количество отделившейся воды $W_{ост}$ для различного времени отстаивания z, мин.

4.2.4.2. Для того, чтобы получить функцию отклика $W_{ост}$ в нужном интервале параметров процесса (q и t), т.е. в интервале наиболее резкого ее изменения, проводят первый предварительный опыт из девяти проб, параметры которых выбирают таким образом, чтобы получить, по крайней мере, три плана типа 2^2, сдвинутые относительно друг друга по значению уровней. В табл.4

и 5 приведены примерные параметры проб в первом опыте для процессов предварительного и глубокого обезвоживания нефтей различных типов, определенных в табл.I.

При наличии какой-либо информации об устойчивости эмульсии и действии на нее реагентов-деэмульгаторов параметры, приведенные в табл.4 и 5, должны быть скорректированы в соответствии с имеющимися данными, а число проб, если возможно, уменьшено.

4.2.4.3. Исследование проводят в следующем порядке: образец нефтяной эмульсии (см.раздел 2) тщательно перемешивают в течение 3 мин и из него берут равные навески по I50 или 200 г в стаканы на 500 мл в количестве, соответствующем числу проб в данном опыте (9 проб, см.табл.4 и 5). Одновременно отбирают пробу на определение содержания воды в эмульсии (по ГОСТ2477-65) и контрольную пробу I00 г для определения объемного содержания эмульгированной воды. Контрольную пробу отбирают в бутылку на 500 мл.

Пробы эмульсии поочередно переливают из стаканов в сосуды мешалки для перемешивания эмульсии с реагентом, дозируют в них раствор деэмульгатора, объем которого рассчитывают по уравнению

$$V_p = \frac{q_p \cdot Q_{эм}}{10^6 \cdot C_p} \text{ мл}; \qquad (6)$$

где q_p – удельный расход реагента, г/т эмульсии, определяют по табл.4 или 5 для данного типа нефти и процесса подготовки;

$Q_{эм}$ – навеска эмульсии, взятая на исследование, г; C_p – концентрация раствора, г/мл.

Для $Q_{эм}$=200 г, C_p=0,0I г/мл получают $V_p = 0,02 \cdot q_p$ мл.

Рандомизируют порядок следования проб в опыте, для чего в таблице случайных чисел (приложение 6) с произвольно выбранного места, двигаясь по строке (или колонке), выписывают числа от I до 9 (число проб в опыте), отбрасывая числа больше 9 и уже выписанные.

Таблица 4

Матрица планирования исследования процесса предварительного обезвоживания нефтей различного типа

Тип нефти	Параметры	Номера проб								
		I	2	3	4	5	6	7	8	9
I. Легкие нефти	Удельный расход реагента, г/т	I0	I0	I0	30	30	30	50	50	50
	Температура отстоя, °С	I0	20	30	I0	20	30	I0	20	30
	Время измерения объема выделившейся воды, мин	20, 40, 60								
II. Средние нефти	Удельный расход реагента, г/т	20	20	20	50	50	50	80	80	80
	Температура отстоя, °С	I5	25	35	I5	25	35	I5	25	35
	Время измерения объема выделившейся воды, мин	30, 60, 90, I20								

Окончание табл. 4

Тип нефти	Параметры	Номера проб								
		I	2	3	4	5	6	7	8	9
Ш. Тяжелые нефти	Удельный расход реагента, г/т	40	40	40	80	80	80	I20	I20	I20
	Температура отстоя, °С	20	30	40	20	30	40	20	30	40
	Время измерения объема выделившейся воды, мин	30, 60, I20, I80								
IУ. Очень тяжелые нефти	Удельный расход реагента, г/т	60	60	60	I20	I20	I20	I80	I80	I80
	Температура отстоя, °С	30	45	60	30	45	60	30	45	60
	Время измерения объема выделившейся воды, мин	60, I20, I80, 240								

Таблица 5

Матрица планирования исследования процесса глубокого обезвоживания нефтей различного типа

Тип нефти	Параметры	Номера проб								
		I	2	3	4	5	6	7	8	9
I. Легкие нефти	Удельный расход реагента, г/т	I0	I0	I0	30	30	30	50	50	50
	Температура отстоя, °С	20	40	60	20	40	60	20	40	60
	Время измерения объема выделившейся воды, мин	20, 40, 60								
II. Средние нефти	Удельный расход реагента, г/т	30	30	30	60	60	60	90	90	90
	Температура отстоя, °С	30	50	70	30	50	70	30	50	70
	Время измерения объема выделившейся воды, мин	30, 60, 90, I20								

Окончание табл.5

Тип нефти	Параметры	Номера проб								
		I	2	3	4	5	6	7	8	9
Ш. Тяжелые нефти	Удельный расход реагента, г/т	60	60	60	I00	I00	I00	I40	I40	I40
	Температура отстоя, °С	40	65	90	40	65	90	40	65	90
	Время измерения объема выделившейся воды, мин	60, I20, I80								
IУ. Очень тяжелые нефти	Удельный расход реагента, г/т	80	80	80	I40	I40	I40	200	200	200
	Температура отстоя, °С	60	90	I20	60	90	I20	60	90	I20
	Время измерения объема выделившейся воды, мин	I20, I80, 240								

Пример. Двигаясь по второй строке от первой колонки таблицы (приложение 6), выписывают числа 8, 4, 5, 2, 9, 6, 3,I, 7. Полученный ряд чисел и определяет порядок дозировки реагента и перемешивания проб в опыте.

Сосуды с пробами эмульсии с добавленным реагентом устанавливают в мешалку для перемешивания, выдерживают I0 минут для выравнивания температуры (если перемешивание эмульсии с реагентом проводят при температуре ниже 20°С), включают мешалку на необходимое число оборотов и время перемешивания (см. приложение 3). По окончании перемешивания переливают пробы эмульсии в измерительные цилиндры (в опытах по определению параметров процесса предварительного обезвоживания) или в отстойники (в опытах по определению параметров глубокого обезвоживания с температурой отстаивания $t \leq 80^{\circ}$) и помещают пробы в водяную баню с заданной температурой. В опытах с температурой, заметно отличающейся от температуры перемешивания, для выравнивания температуры пробы в течение первых 5 мин два раза перемешивают стеклянной палочкой по полминуты. Перемешивание начинают с проб с меньшей дозировкой реагента, что позволяет не чистить палочку после перемешивания каждой пробы. В процессе отстаивания измеряют через заданные промежутки времени (см. табл. 4 и 5) объемы выделившейся воды. Перед измерением объема поверхность раздела слегка перемешивают стеклянной палочкой с надетым резиновым кольцом и сталкивают приставшие в нефтяной зоне капли воды в водную фазу. По окончании времени отстаивания проводят тщательную зачистку поверхности раздела фаз и фиксируют окончательный объем выделившейся воды.

4.2.4.4. В контрольную пробу (I00 г) добавляют I00 мл ароматического растворителя (толуола или бензола) и эффективного реагента-деэмульгатора из расчета ~ I00 г/т, перемешивают в течение 20 мин на перемешивающем аппарате типа "трясучка" или

"болтушка" при 60 двойных ходов в мин. или ~ 60 об/мин, соответственно, переливают в измерительный цилиндр или отстойник и ставят на отстаивание при 60° на 2-3 часа (пока не выделится вся эмульгированная вода). По окончании отстаивания измеряют объем выделившейся воды. Измеренный объем воды в мл, содержащейся в 100 г эмульсии, должен совпадать с объемом воды, вычисленным по содержанию воды, определенному в соответствии с ГОСТ 2477-65, по уравнению

$$V = \frac{W_{исх}^{пост}}{d_в} \cdot \frac{100}{100 - g_{насе}}, \qquad (7)$$

где $d_в$ – плотность эмульгированной воды при 20°С, г/см³;

$g_{насе}$ – массовое содержание в ней солей, % (см.п.4.2.3.1). Расхождение не должно превышать 1 мл.

4.2.4.5. Исследование процесса глубокого обезвоживания тяжелых и очень тяжелых нефтей теплохимическим способом при температурах выше 80°С проводят в герметичных отстойниках из нержавеющей стали (см.приложение 4). На каждый расход реагента ставят три параллельные пробы для определения влияния продолжительности отстаивания на количество отделившейся воды при исследовании процесса глубокого обезвоживания (см.табл.5). Для тяжелых нефтей при 90°С время отстаивания принимают равным 60, 120 и 180 мин; для очень тяжелых нефтей при 90 и 120°С время отстаивания 120, 180 и 240 мин.

После перемешивания эмульсии с реагентом на стандартной мешалке пробы переливают в стальные отстойники, герметично закрывают и ставят на отстаивание. Отстаивание эмульсии, смешанной с реагентом, проводят в масляной бане соответствующей температуры. На нагревание пробы до температуры отстаивания дают дополнительно к общему времени отстаивания 15 мин, в течение которых три раза через 5 мин вручную взбалтывают пробы в отстойниках. По истечении заданного времени отстаивания отстойник

с пробой вынимают из бани, охлаждают на воздухе до температуры ~ 50–60°С, раскрывают, и пробу осторожно по стенке переливают в стеклянный отстойник. Отстойник с пробой помещают в водяную баню с температурой 60° на 15–20 мин, после чего зачищают границу раздела и измеряют объем выделившейся воды.

Контрольную пробу в этом случае, выполняют по п.4.2.4.4, но отстаивание проводят в герметичном стальном отстойнике при максимальной температуре опыта.

4.2.4.6. После выполнения опыта вычисляют в каждой пробе количество отделившейся воды W_{org} по уравнению

$$W_{org} = \frac{V_{org}}{V_{исх}} \cdot 100 \quad , \qquad (8)$$

где V_{org} – измеренный при времени отстаивания t (в мин) объем отделившейся воды, мл; $V_{исх}$ – количество (в мл) эмульгированной воды, находящееся в исходной навеске пробы нефти; рассчитывается по уравнению

$$V_{исх} = \frac{Q \cdot W_{исх}^{макс}}{(100 - q_{масс}) \cdot d_б} , \qquad (9)$$

где Q – навеска пробы эмульсии, г, остальные обозначения даны выше (см.п.4.2.4.4).

По значениям количества отделившейся воды определяют рабочий интервал значений параметров t и q, для чего на одном графике наносят значения W_{org} против значений t при постоянном q, на другом – против значений q при постоянном t. Определяют интервал значений t и q так, чтобы они, с одной стороны, представляли нижний, $q_н$, $t_н$, и верхний, $q_б$ и $t_б$, уровни удельного расхода реагента и температуры отстаивания в матрице планирования типа 2^2, а, с другой, этим значениям должны соответствовать следующие количества отде-

лившейся воды, определенные по графикам, на нижнем уровне ($g_н$ и $t_н$):

для процесса предварительного обезвоживания-10–30%,

для процесса глубокого обезвоживания-20–50%,

на верхнем уровне ($g_в$, $t_в$):

для процесса предварительного обезвоживания-70–90%,

для процесса глубокого обезвоживания-95–100%.

По выбранным значениям уровней рассчитывают параметры центра плана

$$g_ц = \frac{g_в + g_н}{2}; \quad t_ц = \frac{t_в + t_н}{2} \tag{10}$$

и интервал варьирования

$$\Delta g = \frac{g_в - g_н}{2}; \quad \Delta t = \frac{t_в - t_н}{2}, \tag{11}$$

а также кодированные значения параметров:

$$x_1 = \frac{g - g_ц}{\Delta t}; \quad x_2 = \frac{t - t_ц}{\Delta t}. \tag{12}$$

После выполнения первого опыта и выбора рабочего интервала значений параметров проводят повторный параллельный опыт, включая в него только те пробы, параметры которых входят в выбранный интервал. Осредняют количество отделившейся воды в пробах двух параллельных опытов

$$\overline{w_i} = \frac{w_i' + w_i''}{2}, \tag{13}$$

где w_i' и w_i'' – количество отделившейся воды, в процентах в i-той пробе I и 2-го параллельного опыта; $\overline{w_i}$ – среднее количество отделившейся воды в i-том опыте; i – номер пробы (i=1,2,3,4).

Полученное среднее значение $\bar{w}_i$ заносят в расчетную табл.6, там же помещают параметры опыта в натуральных и кодированных значениях.

4.2.4.7. По количеству отделившейся воды при различном времени отстаивания τ, мин, строят линейные графики в координатах $lg\ w_{org} = \frac{120}{\tau}$ при постоянных значениях g и t, указанных в табл.6, находят коэффициенты А и В уравнения $lg\ w_{org} = A - B\frac{120}{\tau}$, которые также заносят в таблицу против соответствующих значений g и t.

Примечание. Для определения значений А и В вместо построения линейных графиков в координатах $lg\ w_{org} - \frac{120}{\tau}$ по экспериментальным данным (количество отделившейся воды w_{org} в зависимости от времени отстаивания τ) рассчитывают по методу наименьших квадратов коэффициенты линейного уравнения $lg\ w_{org} = A - B\frac{120}{\tau}$. Для этого может быть использована стандартная программа.

4.2.4.8. Так как величины А и В являются функциями удельного расхода реагента и температуры отстаивания, то используя кодированные значения последних X_1 и X_2, рассчитывают коэффициенты интерполяционных уравнений для величин А и В:

$$A = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_{12} x_1 x_2, \qquad (14а)$$

$$B = b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_{12} x_1 x_2, \qquad (14б)$$

как это показано в табл.6. Расчет коэффициентов интерполяционного уравнения может быть выполнен на ЭВМ (пакет научных программ на Фортране "Математическое обеспечение ЕС ЭВМ", вып. 2, Минск, 1973, Программа "Вычисление коэффициента корреляции и линии регрессии" – *MISR*). Переходят от кодированных значений параметров к натуральным, используя уравнения (12); подставляют полученные уравнения для величин А и В в уравнение (5) для w_{org}

Таблица 6

Расчет коэффициентов уравнения $lg\, W_{отд} = A - B\frac{120}{\tau}$ и интерполяционных уравнений для величин A и B в зависимости от q и t

№ проб	Значения параметров					Осреднен. количество отделившейся воды при времени отстоя, мин				Коэфициц. уравнен. $lg\, W_{отд} = A - B\frac{120}{\tau}$		Расчет уравнения регрессии для					
	натуральные		кодированные									коэфф. A			коэфф. B		
	q, г/т	t °C	x_1	x_2	x_1x_2	30	60	90	120	A	B	x_1A_i	x_2A_i	$x_1x_2A_i$	x_1B_i	x_2B_i	$x_1x_2B_i$
I	$q_н$	$t_н$	-I	-I	+I	$\bar{w}_1^{30}$	$\bar{w}_1^{60}$	$\bar{w}_1^{90}$	$\bar{w}_1^{120}$	A_I	B_I	-A	$-A_I$	$+A_I$	$-B_I$	$-B_I$	$+B_I$
2	$q_в$	$t_н$	+I	-I	-I	$\bar{w}_2^{30}$	$\bar{w}_2^{60}$	$\bar{w}_2^{90}$	$\bar{w}_2^{120}$	A_2	B_2	$+A_2$	$-A_2$	$-A_2$	$+B_2$	$-B_2$	$-B_2$
3	$q_н$	$t_в$	-I	+I	-I	$\bar{w}_3^{30}$	$\bar{w}_3^{60}$	$\bar{w}_3^{90}$	$\bar{w}_3^{120}$	A_3	B_3	$+A_3$	$+A_3$	$-A_3$	$-B_3$	$+B_3$	$-B_3$
4	$q_в$	$t_в$	+I	+I	+I	$\bar{w}_4^{30}$	$\bar{w}_4^{60}$	$\bar{w}_4^{90}$	$\bar{w}_4^{120}$	A_4	B_4	$+A_4$	$+A_4$	$+A_4$	$+B_4$	$+B_4$	$+B_4$
Суммы										ΣA_i	ΣB_i	Σ_1	Σ_2	Σ_3	Σ_4	Σ_5	Σ_6

Коэффициенты интерполяционных уравнений для величины A:

$$a_0 = \frac{\Sigma A_i}{4};\quad a_1 = \frac{\Sigma_1}{4};\quad a_2 = \frac{\Sigma_2}{4};\quad a_{12} = \frac{\Sigma_3}{4}$$

для величины B:

$$b_0 = \frac{\Sigma B_i}{4};\quad b_1 = \frac{\Sigma_4}{4};\quad b_2 = \frac{\Sigma_5}{4};\quad b_{12} = \frac{\Sigma_6}{4}$$

и получают объединенное интерполяционное уравнение:

$$\lg W_{org} = A_0 + A_1 g + A_2 t \cdot A_{12} \cdot g \cdot t - (B_0 + B_1 g + B_2 t + B_{12} \cdot g \cdot t) \cdot \frac{120}{z}, \qquad (15)$$

связывающее количество отделившейся воды с основными параметрами процесса обезвоживания – удельным расходом реагента g, г/т, температурой отстаивания t, °С и временем отстаивания z, мин.

Полученное интерполяционное уравнение достоверно в интервале значений параметров, принятых в опытах, т.е. в пределах их нижних и верхних уровней (п.4.2.4.6). Экстраполяция допустима не более чем на интервал варьирования (см.уравнение II) при условии сохранения той же тенденции в изменении W_{org} с изменением параметра.

4.2.4.9. Для определения оптимальных значений параметров процесса обезвоживания принимают содержание остаточной воды в обезвоженной нефти, которое должно быть достигнуто в результате процесса (см.п.4.3.2.I) и по уравнению (3а,б,в) рассчитывают необходимое количество отделившейся воды. Подставляют эту величину в интерполяционное уравнение (I5) и получают уравнение, связывающее три параметра, g, t и z, при условии получения заданной глубины обезвоживания. Для наглядности задают одному из параметров ряд значений, лежащих в выбранном интервале значений (см.п.4.2.4.6), и строят графики зависимости для двух других. Например, приняв ряд значений удельного расхода реагента g, g_2, g_3 и т.д., строят графики зависимости температуры t от времени отстоя z. Отмечают на графике принятые интервалы параметров t и z, получают область их допустимых значений.

4.2.4.I0. Для определения оптимальных значений параметров обезвоживания также используют интерполяционное уравнение для количества отделившейся воды с параметрами в кодированной форме:

$$\lg W_{org} = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_{12} x_1 x_2 - (b_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_{12} x_1 x_2) \cdot \theta, \qquad (16)$$

где θ - кодированное значение времени отстаивания, определяемое уравнением

$$\theta = \frac{120}{z}. \qquad (17)$$

Задаются значениями параметров в натуральной форме в пределах их верхних и нижних уровней (см.п.4.2.4.6), которые затем пересчитывают по уравнениям (12) и (17) в кодированную форму. Эти значения должны лежать в пределах, в которых было определено интерполяционное уравнение, т.е.

для удельного расхода реагента X_1 = от -1 до +1
для температуры отстаивания X_2 = от -1 до +1
для времени отстаивания θ = от +1 до +4

Вычисляют по интерполяционному уравнению (16) количество отделившейся воды и сравнивают его с количеством, соответствующим заданной глубине обезвоживания и определяемым по уравнениям (3, а, б, в). Полученные данные сводят в табл. 6. Выбор параметров для вычисления $W_{org.}$ проводят в следующем порядке. Сначала задаются значениями параметров на верхних уровнях, затем ступенчато снижают их значения, поочередно оставляя значения других постоянными (на верхних уровнях). Начинают снижение со времени отстаивания z, затем снижают температуру отстаивания t и, в последнюю очередь, проводят снижение удельного расхода реагента, q. Значение ступени снижения для времени отстаивания z выбирают 30 или 60 мин, для температуры и удельного расхода принимают ступень, равную интервалу их варьирования (см.уравнение(11) или половине этого интервала. Снижение параметров и вычисление количества отделившейся воды проводят до тех пор, пока величина $W_{org.}$ не будет удовлетворять заданной глубине обезвоживания (см.п.4.2.3.1). Проверяют также возможность одновременного ступенчатого снижения двух параметров, в первую очередь, t и z.

Из полученных данных, сведенных в таблицу, определяют варианты значений параметров, обеспечивающих заданную глубину обезвоживания нефти. Точность значений параметров определяется величиной ступени, на которую снижали его при вычислении количества отделившейся воды.

Примеры определения параметров теплохимического обезвоживания в лабораторных условиях приведены в приложении 10.

4.3. Определение параметров электрического обезвоживания и обессоливания нефтей

4.3.1. Общие положения

Электрическое обезвоживание и электрическое обессоливание в принципе представляют процесс разрушения нефтяной эмульсии в электрическом поле тока промышленной частоты. Различие состоит только в том, что при электрообезвоживании обрабатывается промысловая эмульсия, а при электрообессоливании – эмульсия, полученная искусственно смешением нефти с пресной промывной водой.

4.3.1.1. Электрическое обезвоживание с применением тока промышленной частоты используют для процесса глубокого обезвоживания с получением нефти с остаточным содержанием воды по ГОСТ 2477-65 $w_к^{ГОСТ} \leq 1{,}0\%$ масс. Содержание воды по ГОСТ 2477-65 в нефти, поступающей на электрообезвоживание, $w_{исх}^{ГОСТ}$ должно быть не более 10% масс.

Примечание. Для отдельных нефтей, эмульсии которых восприимчивы к действию электрического поля, содержание воды в нефти, поступающей на обезвоживание, может быть увеличено до 15-20% масс. Содержание остаточной воды в таких нефтях после электрообезвоживания может быть снижено до следов, 0,1% масс.

Основными параметрами электрического обезвоживания нефтей являются:

температура, ^{o}C;

удельный расход реагента, г/т;

пребывание эмульсии в электрическом поле в межэлектродном пространстве, мин;

напряженность электрического поля в межэлектродном пространстве, кВ/см;

общее время пребывания нефти в электродегидраторе, мин.

4.3.I.2. Электрическое обессоливание с применением тока промышленной частоты используют для получения товарной нефти с содержанием хлористых солей, определяемых по ГОСТ 2I534–76 и соответствующих требованиям ГОСТ 9965–76 на нефть, поставляемую нефтеперерабатывающим предприятиям. Нефть, поступающая на электрообессоливание, должна пройти глубокое обезвоживание теплохимическим или электрическим способом до содержания остаточной воды $\omega_{к}^{ГОСТ} \leq$ I,0% масс., хлористых солей, определяемых по ГОСТ 2I534–76, $X \leq$ I000 мг/л.

Примечание. При содержании солей в нефти после глубокого обезвоживания более I000 мг/л или при содержании солей в пределах 500–I000 мг/л, но в которой остаточная вода находится в виде высокодиспергированной, устойчивой эмульсии либо присутствуют кристаллические соли, для получения товарной нефти, отвечающей I- й группе по ГОСТ 9965–76, необходимо применять двухступенчатое электрообессоливание. Для нефтей с невысокой минерализацией эмульгированной пластовой воды глубокое обезвоживание до содержания остаточной воды менее 0,5 или I,0% масс. может обеспечить содержание остаточных солей, соответствующих I и II группам товарных нефтей по ГОСТ 9965–76.

Основными параметрами электрического обессоливания являются:

температура, ^{0}C;

удельный расход реагента, г/т;

пребывание нефти в электрическом поле межэлектродного пространства, мин;

напряженность электрического поля в межэлектродном пространстве, кВ/см;

общее время пребывания нефти в электродегидраторе, мин;

расход промывной воды, $м^3/т$;

степень смешения промывной воды с нефтью.

4.3.I.3. Основными параметрами, определяющими капитальные затраты и технико-экономические показатели электрообезвоживающих и электрообессоливающих установок, являются, помимо температуры процесса, удельного расхода реагента и расхода промывной воды (последн для электрообессоливания), время пребывания нефти в межэлектродном пространстве τ, мин, определяющее производительность электродегидратора Q, $м^3/ч$,

$$Q = 60\frac{V_{мэ}}{\tau}, \qquad (I7)$$

где $V_{мэ}$ – объем межэлектродного пространства, $м^3$, определяемый по уравнению $V_{мэ} = S \cdot h$, где S – площадь электродов, $м^2$, h – расстояние между электродами, м.

Общее время пребывания нефти в электродегидраторе τ, мин, определяют по уравнению

$$\tau = 60\frac{V}{Q} = \frac{V}{V_{мэ}} \cdot \tau, \qquad (I8)$$

где V – объем электродегидратора, $м^3$.

Для промышленных электродегидраторов отношение общего объема к объему межэлектродного пространства $\frac{V}{V_{мэ}} \approx I2,5$ и, следовательно,

$$\tau = I2,5, \qquad (I9)$$

Общее время пребывания нефти в промышленных электродегидраторах, работающих на токах промышленной частоты, в за-

висимости от ее физико-химических свойств находится в пределах от 20 до 120 мин, чему соответствует время пребывания в межэлектродном пространстве τ от 1,5 до 9 мин.

4.3.1.4. Напряженность электрического поля E,кВ/см, определяют по уравнению $E = \frac{U}{h}$, где U - напряжение между электродами, кВ, h - расстояние между электродами, см.

Для промышленных электродегидраторов, работающих на токах промышленной частоты, расстояние между электродами h, установленное во время монтажа, практически не меняется в процессе эксплуатации. Напряженность поля E варьируют изменением напряжения, подаваемого на электроды, U, для чего на трансформаторах, подающих высокое напряжение на электроды, имеется ряд отпаек.

В промышленных электродегидраторах варьирование напряженности поля за счет изменения напряжения на электродах возможно в пределах от 1 до 2 кВ/см.

Неизменяющимися параметрами в процессах электрообезвоживания считают обводненность нефти, поступающей после предварительного обезвоживания, $W_{ucx} \leq 10\%$, и условия перемешивания ее с реагентом-деэмульгатором (см.п.4.2.3.4 и приложение 3).

4.3.2. Оборудование, приборы, реактивы

1. Лабораторная электрообезвоживающая и электрообессоливающая установка (см.п.4.3.3).

2. Термостат ТС-16А.

3. Мешалка для перемешивания эмульсии с реагентом (см.приложение 3).

4. Отстойники стеклянные (по ГОСТ 22528-77), исполнение 1 (для определения содержания смолистых веществ в нефтепродуктах вместимостью 40 мл).

5. Делительные воронки (по ГОСТ 8613-75).

6. Водяные бани на температуру до 60°С с гнездами для отстойников (по ГОСТ 22528-77) и для делительных воронок (по ГОСТ 8613-75).

7. Колбы плоскодонные (по ГОСТ 10394-72) емкостью 750 мл.

8. Измерительные цилиндры (по ГОСТ 1770-74) на 100 и 500 мл.

9. Колбы мерные (по ГОСТ 1770-74) на 100 и 200 мл.

10. Стаканчики для взвешивания -бюксы (по ГОСТ 7148-70), высокие, без плечиков 30/45 мм.

11. Воронки конусообразные (по ГОСТ 8643-75), № 3-4.

12. Пипетки с делениями (по ГОСТ 20292-74) на 1, 2 и 5 мл.

13. Оборудование, посуда и реактивы для определения содержания в нефти воды (по ГОСТ 2477-65) и солей (по ГОСТ 21834-76).

4.3.3. Лабораторная электрообезвоживающая и обессоливающая установка

Установка состоит из лабораторного электродегидратора, блока электропитания и управления, термостата типа ТС-16А.

4.3.3.1. В лабораторном электродегидраторе для моделирования процесса промышленного обезвоживания и обессоливания используют два параметра: напряженность электрического поля, Е, кв/см, и время пребывания нефти в межэлектродном пространстве, значения которых принимают равными значениям этих параметров в промышленном электродегидраторе.

Для уменьшения размеров лабораторного электродегидратора и уменьшения необходимого для исследования количества нефти, а также для обеспечения воздействия электрического поля на весь объем нефти, взятый для исследования, движение нефти через межэлектродное пространство моделируют ступенчатым перемещением электродов, жестко соединенных между собой, в обрабатываемой нефти, находящейся в неподвижном состоянии.

4.3.3.2. Общий вид лабораторного электродегидратора показан на рис. 3. Он состоит из рабочей камеры, в которую залива-

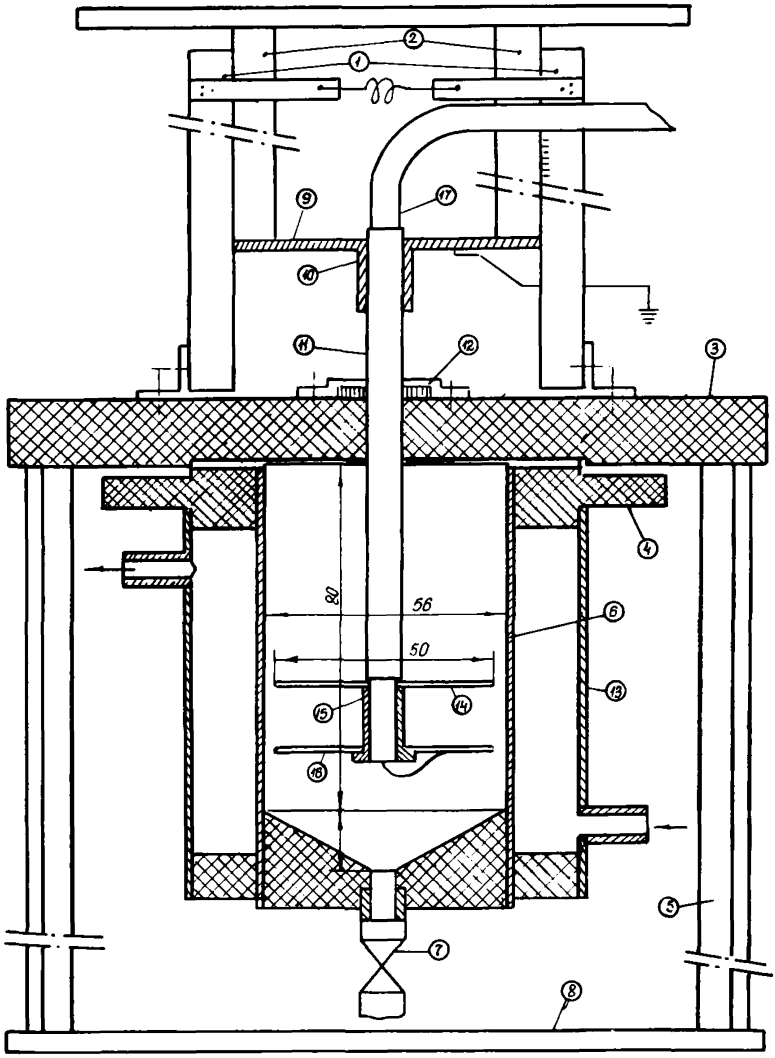


Рис. 3. Лабораторный электродегидратор

ется исследуемая нефтяная эмульсия. Камера, изготовленная из прозрачной маслостойкой пластмассы, состоит из цилиндра 6 с плоским или коническим днищем, снабженным термостатирующей рубашкой I3 для циркуляции в ней воды из термостата. В днище цилиндра имеется сливной кран 7 , в верхней части – фланец 4 , с помощью которого камера крепится к диску 3 . К диску крепятся электроизоляционные направляющие I , по которым перемещается рама 2 , изготовленная также из изоляционного материала. Диск с направляющими и рабочей камерой с помощью трех ножек 5 крепится к основанию 8 , на котором находится вся установка в рабочем состоянии.

К нижней части подвижной рамы крепится латунная пластина 9 с втулкой I0 и медной трубкой II , проходящей через центральное отверстие в диске 3 внутрь рабочей камеры. При перемещении трубка уплотняется резиновым манжетом I2 . К трубке припаивается круглый заземленный электрод I4 , к которому при помощи фторопластовой втулки I5 крепится потенциальный электрод I6 . Высота втулки определяет необходимое расстояние между электродами. Через трубку проходит высоковольтный кабель I7 , металлическая оплетка которого, подключаемая к "земле", соединена с заземленным электродом. Токоведущая жила припаивается к потенциальному электроду. Потенциальный электрод изготовляется в виде круглой решетки из медной проволоки диаметром 0,8–I,0 мм, заземленный – в виде диска с большим числом отверстий диаметром 2–3 мм. Электроды вместе с трубкой и изоляционной рамой могут вертикально перемещаться вдоль оси камеры по направляющим (I), на которые нанесена шкала, определяющая положение электродов относительно крышки и дна цилиндра.

4.3.3.3. Число ступеней перемещения электродов m определяют, исходя из высоты цилиндрической части камеры электродегидратора H мм и расстояния между электродами, h, мм, по уравнению

$$m = \frac{H}{h}, \qquad (20)$$

4.3.3.4. Высокое напряжение на электроды подается от блока питания и управления, принципиальная схема которого показана на рис.4.

4.3.4. Исследование процесса обезвоживания на установке.

4.3.4.I. Объектом исследования процесса обезвоживания является нефтяная эмульсия, прошедшая предварительное обезвоживание, с содержанием эмульгированной воды $w^{\text{ГОСТ}}_{\text{исх}} \leq 10\%$ (по ГОСТ 2477-65), а также с тем же содержанием воды промысловая эмульсия или приготовленная искусственно смешиванием безводной нефти с пластовой водой. Содержание остаточной воды в нефти после электрообезвоживания $w^{\text{ГОСТ}}_{\text{к}} \leq 1{,}0\%$ масс.

4.3.4.2. Значения параметров, подлежащих проверке на лабораторной установке.

Интервалы температуры обработки и удельного расхода реагента принимают ниже, чем их оптимальные значения, полученные при теплохимическом исследовании процесса глубокого обезвоживания. Если такие исследования на данной нефти не проводились, то используют значения температур и удельных расходов реагентов, оцениваемые на основании общих физико-химических свойств нефтей для процесса глубокого обезвоживания электрическим способом (см.табл.I).

Примечание. Если для исследования электрообезвоживания используют нефть после предварительного обезвоживания, то в значении удельного расхода реагента учитывают расход, использованный для предварительного обезвоживания.

Интервалы времени пребывания нефти в межэлектродном пространстве лабораторного электродегидратора принимают также в соответствии с физико-химическими свойствами нефти, (см.табл.I),

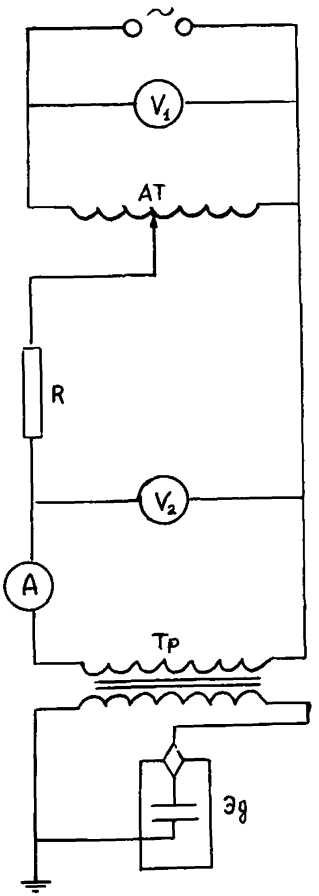


Рис. 4. Принципиальная схема блока питания и управления лабораторного электродегидратора:
V – вольтметр; А – амперметр; АТ – автотрансформатор типа ЛАТР-2; Р – резистор типа ПЭВ-100; ТР – трансформатор 3000/100 В (НОСК-3УБ); Эд – лабораторный электродегидратор

исходя из продолжительности пребывания нефти в аппарате при электрообезвоживании.

Напряженность электрического поля в межэлектродном пространстве принимают в пределах от I до 2 кВ/см (см.п.4.3.I.4).

4.3.4.3. Для определения параметров процесса электрообезвоживания, обеспечивающих получение нефти с содержанием остаточной воды $W_к \leq I\%$, используют метод планирования эксперимента по плану типа 2^{4-I}. В качестве входных параметров принимают:

температуру t, °С, в кодированной форме x_1;

удельный расход реагента-деэмульгатора q, г/т обезвоженной нефти ($W \leq I\%$), в кодированной форме x_2;

время пребывания нефти в межэлектродном пространстве τ, мин, в кодированной форме x_3;

напряженность электрического поля в межэлектродном пространстве E, кВ/см, в кодированной форме x_4.

Общее время пребывания нефти в лабораторном электродегидраторе T, мин, рассчитывают по уравнению (I9). Время отстаивания после обработки электрополем T, отс.мин, определяют, исходя из общего времени пребывания в аппарате T и продолжительности обработки полем:

$$T_{отс} = T - mT = (12,5 - m)\cdot\tau, \qquad (21)$$

где m - число ступеней обработки нефти электрическим полем в лабораторном электродегидраторе.

Выходным параметром принимают содержание остаточной воды в обезвоженной нефти $W_к$ % масс, определяемое по ГОСТ2477-65.

4.3.4.4. Пересчет входных параметров в кодированную форму выполняют по уравнениям:

$$x_i = \frac{t - t_4}{\Delta t}; \qquad (22а)$$

$$x_2 = \frac{q - q_u}{\Delta q}; \qquad (22б)$$

$$x_3 = \frac{\tau - \tau_u}{\Delta \tau}; \qquad (22в)$$

$$x_4 = \frac{E - E_u}{\Delta E}, \qquad (22г)$$

где t_u, q_u, τ_u, E_u – значения параметров в центре плана,

Δt, Δq, $\Delta \tau$, ΔE – интервалы варьирования параметров.

Верхние и нижние уровни параметров выбирают в соответствии с общими физико-химическими свойствами исследуемой нефти (см. табл.I). Примерные значения уровней варьирования параметров приведены в табл.7.

Принимают генерирующее соотношение для плана 2^{4-I} $x_4 = x_1 x_2 x_3$ и составляют матрицу планирования в кодированной форме, приведенной в табл.I9. По значениям параметров в кодированной форме берут их значения в натуральном виде из табл.7 в соответствии с типом исследуемой нефти. В качестве примера в табл.8 приведены эти значения параметров для средней нефти (нефть II типа). В матрице планирования (табл.8) также помещают значения общего времени пребывания нефти в электродегидраторе и времени отстаивания пробы нефти после обработки ее электрополем, вычисленные по уравнениям (I9) и (2I).

4.3.4.5. Исследование электрообезвоживания нефти проводят в следующем порядке.

Подготавливают установку к работе, для чего поднимают электроды дегидратора в верхнее положение, включают термостат и создают циркуляцию воды заданной температуры через термостатирующую рубашку рабочей камеры.

Таблица 7

Интервалы варьирования параметров электрообезвоживания нефтей с различными физико-химическими свойствами

Тип нефти	Физ.-хим. свойства		Параметры	Уровни			Интервал варьир.
	d_4^{20}, кг/м³	$\rho_{20} \cdot 10^3$, Н·с/м²		верхний	нижний	центр плана	
I. Легкие нефти	До 830 вкл.	До 5	Температура t, °С	40	20	30	I0
			Уд. расход реагента q, г/т	40	I0	25	I5
			Время обработки электрополем τ, мин	3,5	I,5	2,5	I,0
			Напряженность поля E, кВ/см	2	I	I,5	0,5
II. Средние нефти	3I–870	5–I5	Температура t, °С	60	30	45	I5
			Уд. расход реагента q, г/т	60	20	40	20
			Время обработки электрополем τ, мин	4,0	2,0	3,0	I,0
			Напряженность поля E, кВ/см	2	I	I,5	0,5
III. Тяжелые нефти	87I–9I0	I5–50	Температура t, °С	90	50	70	20
			Уд. расход реагента q, г/т	200	I60	80	20
			Время обработки электрополем τ, мин	7,0	3,0	5,0	2,0
			Напряженность поля E, кВ/см	2	I	I,5	0,5
IV. Очень тяжелые нефти	Свыше 9I0	Свыше 50	Температура t, °С	I20	60	90	30
			Уд. расход реагента q, г/т	I40	80	II0	30
			Время обработки электрополем τ, мин	9,0	5,0	7,0	2,0
			Напряженность поля E, кВ/см	2	I	I,5	0,5

Таблица 8

Матрица планирования опыта по глубокому электрообезвоживанию нефти (на примере средней нефти, II тип)

№ проб	Постоянные параметры				Варьируемые параметры								Параметры, зависящие от		Выходной параметр
					натуральные значения				кодирован. значения						
	исходно-обводн. $W_{исх}$,%	перемешивание нефти с реагентом		число ступеней	t,°С	q,г/т	τ,мин	E,кВ/см	x_1	x_2	x_3	x_4	z_1,мин	$z_{отс}$,мин	$W_к^{ост}$,%
		мин	об/мин												
I	$W_{исх}^{пост}$	I5	700	5	30	20	2,0	I,0	-I	-I	-I	-I	25	I5	W_1
2	"	I5	700	5	60	20	2,0	2,0	+I	-I	-I	+I	25	I5	W_2
3	"	I5	700	5	30	60	2,0	2,0	-I	+I	-I	+I	25	I5	W_3
4	"	I5	700	5	60	60	2,0	I,0	+I	+I	-I	-I	25	I5	W_4
5	"	I5	700	5	30	20	4,0	2,0	-I	-I	+I	+I	50	30	W_5
6	"	I5	700	5	60	20	4,0	I,0	+I	-I	+I	-I	50	30	W_6
7	"	I5	700	5	30	60	4,0	I,0	-I	+I	+I	-I	50	30	W_7
8	"	I5	700	5	60	60	4,0	2,0	+I	+I	+I	+I	50	50	W_8

В исследуемую нефтяную эмульсию вводят необходимую дозу раствора деэмульгатора (см.приложение к п.4.3.4.2), приготовленного в соответствии с п.4.2.3.3. Перемешивают эмульсию с реагентом при 20°С на мешалке при выбранных интенсивности (число оборотов в мин) и продолжительности перемешивания (см.п.4.2.3.4). Смешанную с реагентом эмульсию переливают в колбу и нагревают на водяной бане при непрерывном перемешивании до температуры исследования. Часть нагретой эмульсии заливают в рабочую камеру электродегидратора, другую равную часть заливают в отстойник и используют в качестве контрольной пробы. Массу эмульсии, залитой в камеру и в отстойник, определяют по разности веса колбы с эмульсией. Отстойник с контрольной пробой помещают в водяную баню с температурой, принятой в исследовании. Такая же температура поддерживается термостатом и в рубашке рабочей камеры.

По заполнении рабочей камеры эмульсией проверяют осмотром, что электроды полностью погружены в нефть. Устанавливают автотрансформатор на нужное напряжение и включают напряжение, одновременно пускают секундомер. Проверяют по киловольтметру напряжение на электродах и,в случае необходимости,регулируют его с помощью автотрансформатора. Проводят ступенчатое перемещение электродов сверху вниз с выдержкой времени на каждой ступени, принятой в опыте. Время выдержки электродов на каждой ступени соответствует времени пребывания эмульсии в межэлектродном пространстве промышленного электродегидратора. Величину перемещения электродов выбирают на I-2 мм меньше, чем расстояние между ними, и контролируют ее в ходе опыта по шкале, нанесенной на направляющие (см.рис.3). Электроды перемещают до тех пор, пока не пройдут весь нефтяной слой в рабочей камере или пока не наступит полное замыкание электродов плохо обработанной эмульсией, осевшей в нижней части камеры. По окончании обработки эмульсии электрополем напряжение выключают,и нефть отстаивают в электро-

дегидраторе в течение заданного времени при температуре обработки. После отстаивания сливают из камеры через нижний кран сначала отделившуюся воду в измерительный цилиндр, а затем в делительную воронку нефтяной слой. Пробу нефти в делительной воронке помещают в водяную баню на 5–10 мин для отделения свободной воды, захваченной нефтью при сливе из камеры электродегидратора. После этого пробу в делительной воронке зачищают, выделившуюся в ней воду сливают, присоединяя ее к воде, сдренированной из камеры электродегидратора. Общий объем воды измеряют. Нефть в делительной воронке перемешивают, определяют раздельно ее массу и содержание остаточной воды по ГОСТ 2477–65.

После отстаивания контрольной пробы в течение времени, равного общему времени обработки пробы при исследовании электрообезвоживания (см. табл. 8), измеряют об ем выделившейся воды. Затем пробу переливают из отстойника в делительную воронку, помещают на 5–10 мин в водяную баню для четкого разделения фаз, зачищают границу раздела и сливают выделившуюся воду, нефтяной слой перемешивают и определяют в нем содержание остаточной воды по ГОСТ 2477–65.

Примечания: 1) Для маловязких нефтей оседание капель эмульгированной воды проходит быстро и во время опыта их содержание в нижних слоях значительно повышается, поэтому ступенчатое движение электродов проводят снизу вверх, помещая их в начале опыта в нужном положении (у дна рабочей камеры), при сохранении всех остальных условий.

2). Для снижения затрат времени при проведении серии проб с одинаковой температурой обработки, но при разных остальных условиях (q, τ, ε), по окончании электрообработки сливают всю нефть из рабочей камеры в делительную воронку и ставят на отстаивание в водяную баню с температурой опыта. Таким приемом

освобождают рабочую камеру дегидратора для электрообработки следующей пробы. По истечении времени отстаивания $Z_{отс}$, мин (см. табл.8), зачищают пробу в делительной воронке, сливают выделившуюся воду, объем которой измеряют, а в оставшемся нефтяном слое определяют содержание воды по ГОСТ 2477-65.

3. При последовательном проведении электрообезвоживания проб при одинаковой температуре обработку эмульсии реагентом и ее предварительное нагревание до заданной температуры выполняют для каждой пробы отдельно, чтобы обеспечить одинаковую общую продолжительность контактирования реагента с эмульсией, начиная с момента его дозировки и до полного отделения воды от разрушенной эмульсии.

Порядок следования проб из матрицы опыта (табл.8) рандомизируют, как это указано в п.4.2.4.3. Также поступают при выполнении серии проб при одной температуре (см.примечание 2 к этому пункту).

4.3.4.6. В результате проведения опыта по п.4.3.4.4, согласно матрице в табл.7, для каждой серии проб при заданных температуре, t,°С, и удельном расходе реагента q, г/т, для различного времени пребывания нефти в электрическом поле τ, мин, получают:

количество воды, выделившееся при электрообезвоживании нефти, $V_э$, мл;

то же, в контрольной пробе без обработки электрополем, $V_{во}$, мл;

содержание остаточной воды в нефти после электрообезвоживания $W_к^{ГОСТ}$;

- то же, в контрольной пробе без обработки электрополем, $W_{ок}^{ГОСТ}$;

Содержание воды в пробе проверяют по количеству воды, отделившейся в этой пробе:

$$W_{исх}^{ГОСТ} = \frac{W_{исх}^{ГОСТ} - \frac{V_{отр} \cdot d_в}{a} \cdot (100 - q_{Nace})}{1 - \frac{V_{отр} \cdot d_в}{a}}, \qquad (23)$$

где $W_{исх}^{ГОСТ}$ – содержание воды в исходной эмульсии (по ГОСТ 2477-65), Q – навеска эмульсии в пробе, г, V отд – количество отделившейся воды в пробе, мл, $d_в$ – плотность эмульгированной воды, г/см^3, $g_{экс}$ – содержание солей ("сухой остаток") в эмульгированной воде, % масс. Расхождение содержания воды в пробе, полученного прямым анализом (по ГОСТ 2477-65) и рассчитанного по количеству отделившейся воды, не должно превышать 0,4% масс.

Опыт, выполненный при условиях матрицы планирования (табл.8), повторяют с новой порцией исходной нефти.

4.3.4.7. Из данных двух параллельных опытов вычисляют среднее значение содержания остаточной воды для каждой пробы по уравнению $\overline{W_i} = \frac{W_i' + W_i''}{2}$, где W_i', W_i'', $\overline{W_i}$ – содержание остаточной воды в i-той пробе, соответственно, в первом и втором опытах и среднее содержание. Полученное среднее значение содержания остаточной воды заносят в расчетную таблицу, где помещены кодированные значения параметров. Образец расчетной таблицы дан в п. 4.3.5.7 – см. табл. II. По уравнениям, приведенным там же, рассчитывают коэффициенты уравнения регрессии для содержания остаточной воды $W_к$.

Вычисляют дисперсию воспроизводимости по данным параллельных опытов по уравнению (27а), проверяют однородность дисперсии по критерию Кохрена по уравнению (28а). При однородности дисперсий вычисляют среднюю квадратичную ошибку коэффициентов уравнения регрессии для содержания остаточной воды по уравнению (29а) и находят доверительные интервалы коэффициентов уравнения регрессии по уравнению (30), проверяют значимость коэффициентов уравнения регрессии и корректируют его, отбрасывая незначимые коэффициенты.

Проверяют корректированное уравнение на адекватность, вычисляя по нему содержание остаточной воды $\hat{W}_i$ при условиях,

соответствующих матрице планирования (табл.8), находят дисперсию адекватности по уравнению (3Iд) и проверяют адекватность по критерию Фишера, вычисляя его по уравнению (32).

В случае неадекватности полученного уравнения регрессии повторяют опыты в соответствии с матрицей планирования (табл.8), уменьшая интервал варьирования параметров (табл.7) так, чтобы требуемое содержание остаточной воды (п.4.3.I.I) было обеспечено выбранными значениями уровней параметров.

4.3.4.8. Полученное интерполяционное уравнение регрессии для содержания остаточной воды в обезвоженной нефти используют для оценки параметров электрообезвоживания, применяя для этого прием, описанный в п.4.2.4.9.

4.3.5. Исследование процесса электрообессоливания.

4.3.5.I. Объектом исследования электрообессоливания является нефть, прошедшая глубокое обезвоживание теплохимическим или электрическим способом, с содержанием остаточной воды $W_0^{ГОСТ} \leqslant I,0$. Содержание хлористых солей в нефти после глубокого обезвоживания x_o, мг/л, определяется минерализацией эмульгированной воды и ее содержанием в нефти и может быть рассчитано по уравнению

$$x_o = \frac{10 \cdot d_н \cdot W_o^{ГОСТ} \cdot g_{NaCl}}{100 - g_{co}}, \text{ мг/л} \qquad (24)$$

где $d_н$ – плотность обезвоженной нефти, кг/м^3; $W_0^{ГОСТ}$ – содержание в ней воды (по ГОСТ 2477-65), % масс.; g_{co} – содержание солей в эмульгированной воде ("сухой остаток"), % масс.; g_{NaCl} – содержание хлоридов в эмульгированной воде в пересчете на $NaCl$, % масс.

Прямое определение содержания хлоридов нефти выполняют по ГОСТ 2I534-76.

Примечание. Для пластовых вод хлоридного типа приближенно можно принять $g_{co} \sim g_{NaCl}$. Содержание хлоридов в пластовой

воде определяют по ее плотности d_4^{20} и таблице плотности растворов *NaCe* (приложение 5).

4.3.5.2. Для получения исходной нефти для электрообессоливания используют пробу промысловой или искусственно приготовленной нефтяной эмульсии с содержанием пластовой воды от 10 до 20% масс. Эмульсию подвергают глубокому теплохимическому обезвоживанию при параметрах, обеспечивающих получение обезвоженной нефти с содержанием остаточной воды менее 1,0% масс. (см.п.4.2). Разовый объем эмульсии, взятый для обезвоживания, принимают таким, чтобы количества полученной обезвоженной нефти с $W_к^{ост} \leq 1,0$ хватило на все опыты по электрообессоливанию, проводимые в тот же день. Содержание хлористых солей в исходной нефти не должно превышать 1000 мг/л (см.п.4.3.1.2).

4.3.5.3. Содержание солей и воды в обессоленной нефти должно соответствовать требованиям ГОСТ 9965-76, 1- я группа, т.е. содержание солей-не более 100 мг/л, воды-не более 0,5% масс., или требованиям поставок на экспорт: солей-не более 40 мг/л, воды-не более 0,2%.

4.3.5.4. Из параметров, определяющих процесс электрообессоливания (см.п.4.3.1.2), подлежат выдаче как исходные данные для проектирования (см.п.1.4.3):

температура обработки электрическим полем, ^{o}C;

продолжительность пребывания жидкости (нефти + промывная вода) в электродегидраторе, мин;

расход промывной воды, % масс., на нефть, поступающую на обессоливание;

напряженность электрического поля, кВ/см;

тип и удельный расход реагента-деэмульгатора, г/т нефти, поступающей на обессоливание.

Температуру электрообессоливания принимают на 5° ниже, температуры, установленной для глубокого обезвоживания, так как

процесс обессоливания, как правило, следует непосредственно за процессом обезвоживания. Также принимают тип реагента, который был использован в обезвоживании. Дополнительный удельный расход реагента устанавливают в опыте. В качестве промывной воды используется водопроводная питьевая вода. Условия перемешивания нефти с промывной водой выбирают постоянными и соответствующими условиям перемешивания в турбулентном потоке в трубопроводе при движении с числом Рейнольдса порядка 15000–20000. Перемешивание проводят на мешалке для перемешивания эмульсии с реагентом (см. приложение 3) при температуре обессоливания в течение 10 мин, при скорости вращения мешалки 700 об/мин, что соответствует указанному числу Рейнольдса.

Примечание. Для отдельных нефтей использование для обессоливания того же реагента, что и для обезвоживания, может дать неудовлетворительные результаты. В этом случае подбирают тип реагента для дополнительного его расхода.

4.3.5.5. Для определения остальных параметров, обеспечивающих получение обессоленной нефти заданного качества (см. п.4.3.5.3), ставят опыт по методу планирования эксперимента по плану типа 2^{4-1}, в котором входными параметрами являются:

время пребывания нефти в электрическом поле в межэлектродном пространстве, τ, мин (в кодированной форме x_1);

напряженность электрического поля в межэлектродном пространстве E, кВ/см (в кодированной форме x_2);

расход промывной воды, q, % масс., на исходную нефть (в кодированной форме x_3);

дополнительный удельный расход реагента q, г/т, исходной нефти (в кодированной форме x_4).

Значение производительности электродегидратора и общего времени пребывания в нем нефти рассчитывают, исходя из полученных значений напряженности поля E и времени пребывания нефти

в межэлектродном пространстве τ по уравнениям (I7) и (I8).

Выходными параметрами будут:

содержание хлористых солей в обессоленной нефти $x_к$, мг/л;

содержание воды в обессоленной нефти, $w_к^{ост}$, % масс.,

определяемые (по ГОСТ 2I534-76 и 9965-76) соответственно.

Уровни варьирования параметров приведены в табл.9. Однако они могут быть скорректированы, если имеется дополнительная информация о воздействии электрического поля на исследуемую нефть.

Значения параметров в кодированной форме рассчитывают по уравнениям:

время пребывания нефти в поле $$x_1 = \frac{\tau - \tau_ц}{\Delta\tau}; \qquad (25а)$$

напряженность электрополя $$x_2 = \frac{E - E_ц}{\Delta E}; \qquad (25б)$$

расход промывной воды $$x_3 = \frac{q - q_ц}{\Delta q}; \qquad (25в)$$

удельный расход реагента $$x_4 = \frac{q - q_ц}{\Delta q}, \qquad (25г)$$

где $E_ц$, $\tau_ц$, $q_ц$ и $q_ц$ – значения входных параметров в центре плана; ΔE, $\Delta\tau$, Δq и Δq – интервалы варьирования параметров.

Генерирующее соотношение для полуреплики от ПФЭ 2^4 принимают: $x_4 = x_1 x_2 x_3$, получают матрицу планирования опыта, показанную в табл.I0, где входные параметры даны как в кодированном, так и натуральном виде. В табл.I0 также приведены значения постоянных параметров, принятые для всех проб, и значение общей продолжительности обработки и времени отстаивания, определенные по уравнениям (I9) и (2I).

4.3.5.6. Опыт по определению параметров электрообессоливания проводят на лабораторной установке, описанной в пп.4.3.3.I и 4.3.3.2, в следующем порядке. Подготавливают электрообезво-

Таблица 9

Значения уровней варьирования входных параметров в опытах по исследованию электрообессоливания нефтей

Параметры	Значения параметров			
	уровни варьирования		центр плана	интервал варьирования
	верхний	нижний		
Напряженность электрополя E, кВ/см	I,6	I,0	I,3	0,3
Время пребывания нефти в межэлектродном пространстве, τ, мин	4	2	3	I
Расход промывной воды, q, % масс.	7	3	5	2
Дополнительный удельный расход реагента, g, г/т	I5	5	I0	5

Таблица I0

Матрица планирования опыта по электрообессоливанию нефтей

№ пробы	Постоянные параметры					Число положений электродов m	Переменные параметры								Параметры, зависящие от параметра τ		Функция отклика	
				Перемешивание нефти с промывной водой			натуральные значения				кодированные значения							
	$W_{исх}$, %	$X_{исх}$, мг/л	t, °С	z, мин	n, об/мин		τ, мин.	E, к/см	q_1, %	q_2, г/т	X_1	X_2	X_3	X_4	$z_{отс}$, мин.	$z_{общ}$, мин.	$W_к^{пост}$, %	$X_к$, мг/л
I	$W_{исх}^{пост}$	$X_{исх}$	t	I5	700	5	2	I,0	3	5	-I	-I	-I	-I	I5	25	W_1	X_1
2	$W_{исх}^{пост}$	$X_{исх}$	t	I5	700	5	4	I,0	3	I5	+I	-I	-I	+I	30	50	W_2	X_2
3	$W_{исх}^{пост}$	$X_{исх}$	t	I5	700	5	2	I,6	3	I5	-I	+I	-I	+I	I5	25	W_3	X_3
4	$W_{исх}^{пост}$	$X_{исх}$	t	I5	700	5	4	I,6	3	5	+I	+I	-I	-I	30	50	W_4	X_4
5	$W_{исх}^{пост}$	$X_{исх}$	t	I5	700	5	2	I,0	7	I5	-I	-I	+I	+I	I5	25	W_5	X_5
6	$W_{исх}^{пост}$	$X_{исх}$	t	I5	700	5	4	I,0	7	5	+I	-I	+I	-I	30	50	W_6	X_6
7	$W_{исх}^{пост}$	$X_{исх}$	t	I5	700	5	2	I,6	7	5	-I	+I	+I	-I	I5	25	W_7	X_7
8	$W_{исх}^{пост}$	$X_{исх}$	t	I5	700	5	4	I,6	7	I5	+I	+I	+I	+I	30	50	W_8	X_8

Примечания. I. Температуру обессоливания t, °С, принимают на 5° ниже температуры глубокого обезвоживания.

2. Весь опыт проводят на одном образце нефти после глубокого обезвоживания с содержанием воды $W_{исх}^{пост}$ и солей $X_{исх}$ (см.п.4.3.I.2).

3. Переменные параметры: продолжительность отстаивания нефти после обработки электрополем $z_{отс}$, мин, и общую продолжительность обработки $z_{общ}$, мин., определяют по времени пребывания нефти в межэлектродном пространстве τ, мин, по уравнению

$$z_{общ} = \frac{V_э}{S_э h_э} \cdot \tau \quad \text{и} \quad z_{отс} = z_{общ} - m\tau,$$

где $V_э$, $S_э$, $h_э$ – соответственно объем, площадь электродов и расстояние между электродами промышленного электродегидратора, моделируемого лабораторным электродегидратором, величина $\frac{V_э}{S_э h_э}$ для электродегидратора ЭГ-I60 равна I3,3; для ЭГ-200 и электродегидратора поставки ГДР – I2,5; m – число положений (отупеней) электродов в лабораторном электродегидраторе.

живающую установку к работе, для чего поднимают электроды в верхнее положение, включают термостат и создают циркуляцию воды заданной температуры через термостатирующую рубашку рабочей камеры. Исходную нефть непосредственно после глубокого теплохимического обезвоживания перемешивают, заливают в тарированный стакан мешалки для перемешивания с реагентом и взвешивают. Объем нефти должен быть на 10–20 мл больше, чем объем камеры электродегидратора. Пробу нефти нагревают при непрерывном перемешивании до заданной температуры и в нее вводят раствор деэмульгатора и промывную воду, нагретую до той же температуры. Перемешивают при температуре опыта нефть с реагентом и промывной водой определенное время при заданном числе оборотов мешалки и затем переливают в камеру электродегидратора, следя по воздушнику за полнотой заполнения камеры. По вторичному взвешиванию стакана мешалки с остатками нефти определяют навеску нефти в камере электродегидратора. Одновременно с пробой нефти, поступающей на электрообработку, перемешивают с реагентом и промывной водой в тех же условиях контрольную пробу, которую после перемешивания переливают в делительную воронку и отстаивают на водяной бане при заданной температуре и продолжительности, равной общему времени электрообработки (обработка полем + отстаивание).

При заполнении рабочей камеры электродегидратора нефтью проводят ее обработку электрополем, как указано в п.4.3.4.4. Когда обработка закончена, нефть из камеры вместе с выделившейся водой сливают через нижний кран в делительную воронку и отстаивают на водяной бане при той же температуре, что и в электродегидраторе, в течение необходимого времени. По окончании отстаивания выделившуюся воду сливают, ее объем измеряют, а в оставшейся нефти определяют содержание воды по (ГОСТ 2477–65) и хлористых солей (по ГОСТ 21534–76). В выделившейся воде также определяют содержа-

ние хлористых солей по п.I.4.5 (ГОСТ 2I534-76). Также поступают и с контрольной пробой после ее отстаивания.

Порядок следования проб из матрицы опыта (см. табл. I0) рандомизируют, как это указано в п.4.2.4.3.

Опыт, выполненный при условиях матрицы планирования (см. табл. 9), повторяют с новой порцией исходной нефти.

4.3.5.7. Из данных двух опытов вычисляют средние значения содержания остаточных воды и солей для каждой пробы по уравнениям:

$$\overline{w_i} = \frac{w_i' + w_i''}{2}; \qquad \overline{x_i} = \frac{x_i' + x_i''}{2}, \tag{26}$$

где w_i', w_i'', $\overline{w_i}$ – содержание остаточной воды в i-той пробе соответственно в первом и втором опытах и среднее содержание x_i', x_i'', $\overline{x_i}$ – то же, хлористых солей.

Полученные средние значения заносят в расчетную табл. II, где также помещены значения кодированных параметров. Вычисляют суммы по столбцам произведений $x_i \overline{w_i}$ и $x_i \overline{x_i}$ с учетом их знаков и рассчитывают коэффициенты интерполяционных уравнений регрессии по формулам (см. табл. II).

Расчет коэффициентов интерполяционного уравнения может быть выполнен и на ЭВМ ("Пакет научных программ на Фортране", Математическое обеспечение ЕС ЭВМ, вып. 2, Минск, I973,, программа: "Вычисление коэффициента корреляции и линии регрессии – *MISR*).

Вычисляют дисперсию воспроизводимости по данным параллельных проб по уравнению:

для содержания остаточной воды

$$S^2(w) = \frac{2\sum_{i}^{8}(w_i' - \overline{w_i})^2}{8}; \tag{27а}$$

Таблица II

Расчет коэффициентов интерполяционных уравнений содержания остаточных солей $x_к$ и воды $w_к$ в нефти после обессоливания

№ проб	Кодированные параметры							$\bar{w}_i$	Значение произведений							$\bar{x}_i$	Значения произведений						
	x_1	x_2	x_3	x_4	x_1x_2	x_1x_3	x_1x_4		$x_1\bar{w}_i$	$x_2\bar{w}_i$	$x_3\bar{w}_i$	$x_4\bar{w}_i$	$x_1x_2\bar{w}_i$	$x_1x_3\bar{w}_i$	$x_1x_4\bar{w}_i$		$x_1\bar{x}_i$	$x_2\bar{x}_i$	$x_3\bar{x}_i$	$x_4\bar{x}_i$	$x_1x_2\bar{x}_i$	$x_1x_3\bar{x}_i$	$x_1x_4\bar{x}_i$
1	-I	-I	-I	-I	+I	+I	+I	$\bar{w}_1$	$-\bar{w}_1$	$-\bar{w}_1$	$-\bar{w}_1$	$-\bar{w}_1$	$+\bar{w}_1$	$+\bar{w}_1$	$+\bar{w}_1$	$\bar{x}_1$	$-\bar{x}_1$	$-\bar{x}_1$	$-\bar{x}_1$	$-\bar{x}_1$	$+\bar{x}_1$	$+\bar{x}_1$	$+\bar{x}_1$
2	+I	-I	-I	+I	-I	-I	+I	$\bar{w}_2$	$+\bar{w}_2$	$-\bar{w}_2$	$-\bar{w}_2$	$+\bar{w}_2$	$-\bar{w}_2$	$-\bar{w}_2$	$+\bar{w}_2$	$\bar{x}_2$	$+\bar{x}_2$	$-\bar{x}_2$	$-\bar{x}_2$	$+\bar{x}_2$	$-\bar{x}_2$	$-\bar{x}_2$	$+\bar{x}_2$
3	-I	+I	-I	+I	-I	+I	-I	$\bar{w}_3$	$-\bar{w}_3$	$+\bar{w}_3$	$-\bar{w}_3$	$+\bar{w}_3$	$-\bar{w}_3$	$+\bar{w}_3$	$-\bar{w}_3$	$\bar{x}_3$	$-\bar{x}_3$	$+\bar{x}_3$	$-\bar{x}_3$	$+\bar{x}_3$	$-\bar{x}_3$	$+\bar{x}_3$	$-\bar{x}_3$
4	+I	+I	-I	-I	+I	-I	-I	$\bar{w}_4$	$+\bar{w}_4$	$+\bar{w}_4$	$-\bar{w}_4$	$-\bar{w}_4$	$+\bar{w}_4$	$-\bar{w}_4$	$-\bar{w}_4$	$\bar{x}_4$	$+\bar{x}_4$	$+\bar{x}_4$	$-\bar{x}_4$	$-\bar{x}_4$	$+\bar{x}_4$	$-\bar{x}_4$	$-\bar{x}_4$
5	-I	-I	+I	+I	+I	-I	-I	$\bar{w}_5$	$-\bar{w}_5$	$-\bar{w}_5$	$+\bar{w}_5$	$+\bar{w}_5$	$+\bar{w}_5$	$-\bar{w}_5$	$-\bar{w}_5$	$\bar{x}_5$	$-\bar{x}_5$	$-\bar{x}_5$	$+\bar{x}_5$	$+\bar{x}_5$	$+\bar{x}_5$	$-\bar{x}_5$	$-\bar{x}_5$
6	+I	-I	+I	-I	+I	+I	-I	$\bar{w}_6$	$+\bar{w}_6$	$-\bar{w}_6$	$+\bar{w}_6$	$-\bar{w}_6$	$-\bar{w}_6$	$+\bar{w}_6$	$-\bar{w}_6$	$\bar{x}_6$	$+\bar{x}_6$	$-\bar{x}_6$	$+\bar{x}_6$	$-\bar{x}_6$	$-\bar{x}_6$	$+\bar{x}_6$	$-\bar{x}_6$
7	-I	+I	+I	-I	-I	-I	+I	$\bar{w}_7$	$-\bar{w}_7$	$+\bar{w}_7$	$+\bar{w}_7$	$-\bar{w}_7$	$-\bar{w}_7$	$-\bar{w}_7$	$+\bar{w}_7$	$\bar{x}_7$	$-\bar{x}_7$	$+\bar{x}_7$	$+\bar{x}_7$	$-\bar{x}_7$	$-\bar{x}_7$	$-\bar{x}_7$	$+\bar{x}_7$
8	+I	+I	+I	+I	+I	+I	+I	$\bar{w}_8$	$+\bar{w}_8$	$+\bar{w}_8$	$+\bar{w}_8$	$+\bar{w}_8$	$+\bar{w}_8$	$+\bar{w}_8$	$+\bar{w}_8$	$\bar{x}_8$	$+\bar{x}_8$	$+\bar{x}_8$	$+\bar{x}_8$	$+\bar{x}_8$	$+\bar{x}_8$	$+\bar{x}_8$	$+\bar{x}_8$
								$\sum_1^8 \bar{w}_i$	$\Sigma_1\bar{w}$	$\Sigma_2\bar{w}$	$\Sigma_3\bar{w}$	$\Sigma_4\bar{w}$	$\Sigma_5\bar{w}$	$\Sigma_6\bar{w}$	$\Sigma_7\bar{w}$	$\sum_1^8 x_i$	$\Sigma_1\bar{x}$	$\Sigma_2\bar{x}$	$\Sigma_3\bar{x}$	$\Sigma_4\bar{x}$	$\Sigma_5\bar{x}$	$\Sigma_6\bar{x}$	$\Sigma_7\bar{x}$

Коэффициенты уравнения регрессии для содержания воды

$$w_к = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_4x_4 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{14}x_1x_4,$$

вычисляются по уравнениям:

$$b_0 = \frac{\sum_1^8 \bar{w}_i}{8};\ b_1 = \frac{\Sigma_1\bar{w}}{8};\ b_2 = \frac{\Sigma_2\bar{w}}{8};\ b_3 = \frac{\Sigma_3\bar{w}}{8};\ b_4 = \frac{\Sigma_4\bar{w}}{8};\ b_{12} = \frac{\Sigma_5\bar{w}}{8};\ b_{13} = \frac{\Sigma_6\bar{w}}{8};\ b_{14} = \frac{\Sigma_7\bar{w}}{8};$$

для содержания солей

$$x_к = C_0 + C_1x_1 + C_2x_2 + C_3x_3 + C_4x_4 + C_{12}x_1x_2 + C_{13}x_1x_3 + C_{14}x_1x_4;$$

вычисляются по уравнениям:

$$C_0 = \frac{\sum_1^8 \bar{x}_i}{8};\ C_1 = \frac{\Sigma_1\bar{x}}{8};\ C_2 = \frac{\Sigma_2\bar{x}}{8};\ C_3 = \frac{\Sigma_3\bar{x}}{8};\ C_4 = \frac{\Sigma_4\bar{x}}{8};\ C_{12} = \frac{\Sigma_5\bar{x}}{8};\ C_{13} = \frac{\Sigma_6\bar{x}}{8};\ C_{14} = \frac{\Sigma_7\bar{x}}{8};$$

для содержания остаточных солей

$$S^2(x)=\frac{2\sum_1^8(x_i'-\bar{x}_i)^2}{8}. \qquad (27б)$$

Проверяют однородность дисперсий по критерию Кохрена, вычисляемому по уравнениям

$$G_w=\frac{(w_i'-\bar{w}_i)^2_{макс}}{\sum_1^8(w_i'-\bar{w}_i)^2}; \qquad (28а)$$

$$G_x=\frac{(x_i'-\bar{x}_i)^2_{макс}}{\sum_1^8(x_i'-\bar{x}_i)}, \qquad (28б)$$

где $(w_i'-\bar{w}_i)_{макс}$ и $(x_i'-\bar{x}_i)^2$ – квадрат максимального отклонения соответственно количества остаточной воды и солей от среднего значения в опытах.

Сравнивают вычисленное значение критерия Кохрена с табличным $G_{таб}$, равным 0,68 для числа степеней свободы f_1 = I и f_2 = 8 для уровня значимости 0,05. Если G_w и G_x меньше $G_{таб}$, то дисперсии однородны. В противном случае необходимо повторить эксперимент согласно матрице планирования (см. табл. I0).

При однородности дисперсий находят среднюю квадратичную ошибку коэффициентов уравнений регрессии по уравнениям:

для содержания остаточной воды

$$S(b_i)=\sqrt{\frac{S^2(w)}{8\cdot2}}=\frac{1}{8}\sqrt{\sum_1^8(w_i-\bar{w}_i)^2}; \qquad (29а)$$

для содержания остаточных солей

$$S(C_i)=\sqrt{\frac{S^2(x)}{8\,2}}=\frac{1}{8}\sqrt{\sum_1^8(x_i-\bar{x}_i)^2}. \qquad (29б)$$

Находят доверительные интервалы коэффициентов уравнений регрессии

$$\Delta b_i = \pm t\, S(b_i) \qquad и \qquad \Delta C_i = \pm t S(C_i), \tag{30}$$

где t – табличное значение критерия Стьюдента, равное 2,3I при числе степеней свободы $f = 8$ (степени свободы, с которой определялась дисперсия воспроизводимости) и уровне значимости $\alpha = 0,05$. Сравнивают коэффициенты уравнения регрессии с доверительным интервалом, если абсолютная величина коэффициента больше, чем доверительный интервал, т.е. $|b_i| > \Delta b_i$ и $|C_i| > \Delta C_i$, то коэффициент значим. Отбрасывают в уравнении регрессии члены с незначимыми коэффициентами.

Проверяют корректированные уравнения на адекватность, для чего вычисляют по этим уравнениям содержание остаточной воды $\hat{w}_i$ и солей $\hat{x}_i$ при условиях, соответствующих матрице планирования (см. табл. 9), и находят дисперсию адекватности по уравнениям:

$$S^2_{ag}(w) = \frac{2\sum^{8}_{i}(\bar{w}_i - \hat{w}_i)^2}{N - f_b}; \tag{3Iа}$$

$$S^2_{ag}(x) = \frac{2\sum^{8}(\bar{x}_i - \hat{x}_i)}{N - f_c}, \tag{3Iб}$$

где $\bar{w}_i$ и $\bar{x}_i$ – средние значения соответственно содержания остаточной воды и солей в опытах (см. табл. 11); N – число проб в матрице, $N = 8$; f_b и f_c – число значимых коэффициентов в уравнениях регрессии для содержания остаточной воды и солей, соответственно.

Вычисляют критерий Фишера по уравнениям:

$$F_w = \frac{S^2_{ag}(w)}{S^2(w)}; \qquad F = \frac{S^2_{ag}(x)}{S^2(x)}, \tag{32}$$

где дисперсия воспроизводимости содержания остаточной воды $S^2(w)$ и солей $S^2(x)$ определены по уравнениям (27а) и (27б). Если расчетное значение F_w и F_x критерия Фишера не превышает табличное (приложение 7) при числе степеней свободы для числителя $f = N - L$ и знаменателя $f_2 = 8$ и уровня значимости $\alpha = 0,05$, то модель адекватна.

В случае неадекватности модели повторяют опыты согласно матрице планирования (см.табл.10), уменьшая интервал варьирования параметров (см.табл.9), но так, чтобы требуемое содержание остаточной воды и солей (см.п.4.3.5.3) было обеспечено выбранными значениями уровней параметров.

4.3.5.8. Полученные интерполяционные уравнения для содержания остаточной воды и хлористых солей в обессоленной нефти применяют для оценки параметров электрообессоливания. Для этого используют прием, описанный в п.4.2.4.9. Основными параметрами, определяющими капитальные затраты и эксплуатационные расходы, являются время пребывания нефти в межэлектродном пространстве τ, мин, от которого зависит производительность электродегидратора (см.уравнение 17), и расход промывной воды q, %. Для их определения принимают другие параметры – напряженность поля E,кВ/см, и удельный расход реагента g,г/т,=постоянными, равными их значениям на верхнем уровне (см.табл.10) и вычисляют по интерполяционным уравнениям (см.табл.11) содержание остаточной воды и солей в обессоленной нефти для ряда значений τ и q, ступенчато их снижая с верхнего уровня до нижнего (табл.8). Натуральные значения параметров, принятые для расчетов, пересчитывают в кодированные по уравнениям (25а-г). Определяют те сочетания параметров τ и q, которые обеспечивают получение обессоленной нефти требуемого качества (см.п.4.3.5.3). Проверяют возможность снижения удельного расхода реагента g,г/т, и напряженность поля, E,кВ/см, без заметного увеличения основных парамет-

ров τ и q при сохранении необходимых качественных показателей обессоленной нефти.

5. МЕТОДИКИ ПОЛУЧЕНИЯ ИСХОДНЫХ ДАННЫХ ДЛЯ ПРОЕКТИРОВАНИЯ УСТАНОВОК ПОДГОТОВКИ НЕФТИ НА ПИЛОТНЫХ УСТАНОВКАХ

5.I. Общие положения

5.I.I. Пилотные установки воспроизводят в уменьшенном масштабе непрерывный процесс подготовки нефти, проходящий на промышленной установке, что обеспечивает наиболее достоверные исходные данные для проектирования. В то же время для проведения исследований на пилотной установке требуются значительно большие количества нефтяной эмульсии, чем в лабораторных исследованиях, составляющие несколько десятков литров на один опыт. В целом на завершение всего цикла исследований потребуется, как минимум, от I00 до 300 л эмульсии.

5.I.2. Настоящая инструкция включает методики проведения исследования на пилотных установках, воспроизводящих все основные процессы подготовки нефти:

предварительное обезвоживание нефти;

глубокое обезвоживание нефти теплохимическим и электрическим способом;

обессоливание нефти электрическим способом.

5.I.3. В соответствии с требованиями "Унифицированных технологических схем комплексов сбора и подготовки нефти, газа и воды..." (РД 39-I-I59-79, п.2.3, 2.3.9, 3.2) промысловой подготовки подлежат нефти, содержащие то или иное количество растворенного нефтяного газа. Поэтому объектом исследований, проводимых на пилотных установках, должна явиться газонасыщенная нефть, давление насыщения для которой определяется местом расположения исследуемого процесса подготовки в общей цепи техно-

логических комплексов сбора и подготовки нефти, газа и воды.

При наличии на обустраиваемом месторождении действующих скважин с обводненностью и давлением на устье, соответствующими требованиям, исследования газонасыщенной нефти на пилотных установках проводят непосредственно на промысле. При отсутствии таких скважин проводят исследования газонасыщенной нефти, приготовленной из безводной нефти и пластовой воды, для чего в данную инструкцию включена соответствующая методика.

5.I.4. Данная инструкция дает описание технологических схем и аппаратов пилотных установок, порядок работы на них и способ обработки полученных данных. При изготовлении конкретной пилотной установки и последующей работе на ней следует, основываясь на положениях настоящей инструкции, составить для нее детальную рабочую инструкцию, обеспечивающую нормальную и безопасную работу как в промысловых, так и лабораторных условиях.

5.2. Пилотная установка для приготовления газонасыщенных эмульсий

5.2.I. Пилотная установка предназначена для получения свежих газонасыщенных эмульсий из безводной нефти и пластовой воды, естественной или приготовленной искусственно.

Эмульсию получают продавливанием газонасыщенных нефти и воды через эжекционный смеситель. Необходимую дисперсность эмульсии обеспечивает соответствующий перепад давления на смесителе.

Установка может быть использована как в промысловых, так и лабораторных условиях. Для получения эмульсии в промысловых условиях используют газонасыщенную нефть, отбираемую с выкидной линии скважины, и попутный нефтяной газ. В лабораторных условиях применяется разгазированная безводная нефть, искусственно насыщенная углеводородным газом. В качестве последнего могут быть использованы сжиженные газы (пропан-бутановая смесь). Газонасыщенная вода готовится путем насыщения естественной или искусст-

венной пластовой воды нефтяным газом.

5.2.2. Оборудование

I. Пилотная установка для получения эмульсий газонасыщенных нефтей.

2. Баллон с азотом с редуктором.

3. Баллон с пропан-бутаном с редуктором.

4. Канистры полиэтиленовые объемом I0 л – 4 шт.

5. Воронка химическая ϕ I20-I50 мм.

5.2.3. Пилотная установка для получения газонасыщенных эмульсий, принципиальная схема которой показана на рис.5, состоит из расходных емкостей для нефти I и воды 2, емкости готовой эмульсии 3, смесителя 4 для эмульгирования воды в нефти, вентилей 5-I5 для управления перемещением жидкости (нефти, воды, эмульсии) и газа, манометров I-3 и соединительных трубок диаметром 6 мм для распределения потоков жидкостей и газа по установке.

Емкости I,2,3 представляют собой выполненные из оргстекла цилиндры, закрытые с обоих концов металлическими фланцами, в которых крепятся вентили и манометры. Размеры емкостей и условия работы на них сведены в табл.I2.

Таблица I2

Размеры емкостей и условия работы на них

Емкость	Внутр. диаметр, d, мм	Высота h, мм	Объем V, л	Толщина стенки, мм	Рабочее давл., ати	Максимальная темпер., °С
I	240	500	22,6	I0	20	60
2	240	500	22,6	I0	20	60
3	360	500	5I,0	I0	20	60

Прозрачные стенки емкостей позволяют следить за уровнями жидкости в них во время работы. Для повышения прочности на стенки контейнеров навивается стальная проволока толщиной 2-3 мм. Пилотная установка рассчитана на рабочее давление 20 ати. Уста-

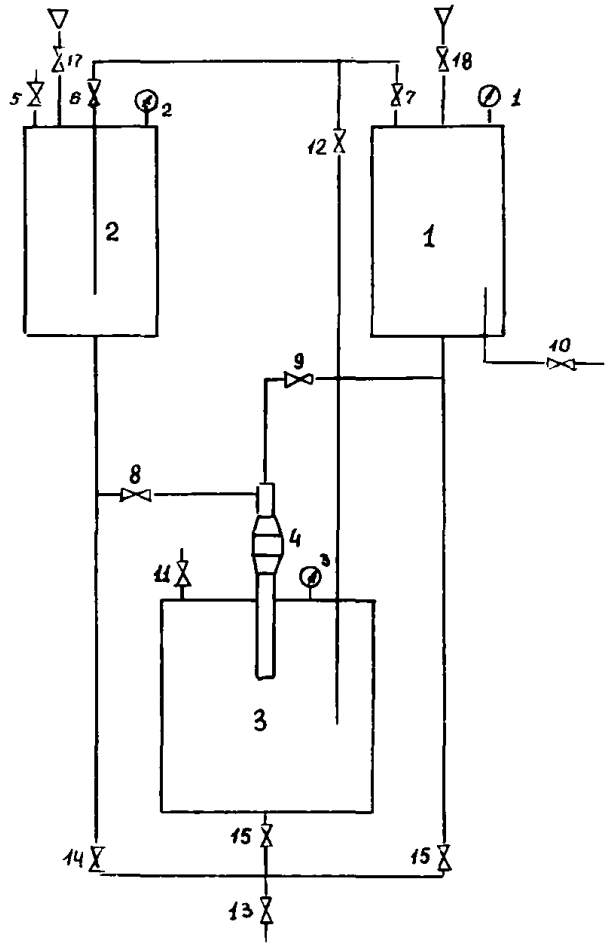


Рис. 5. Схема пилотной установки для приготовления газонасыщенной нефтяной эмульсии

новка смонтирована в один блок на металлическом каркасе для удобства транспортировки и работы на ней.

Смеситель, принципиальная схема которого изображена на рис.6, представляет собой камеру I, разделенную стальной решеткой 2 на две части. Верхняя часть камеры соединена с тройником-эжектором 3, в который ввернут нефтяной штуцер 4. Нижняя часть камеры соединена с накопителем эмульсии. Нефть и вода поступают в камеру под давлением соответственно нефтяной и водяной расходных емкостей. Эмульгирование воды в нефти происходит при прохождении нефти и воды через тройник-эжектор и решетку смесителя в условиях разгазирования. Дисперсность получаемой эмульсии регулируется перепадом давления между расходными емкостями нефти и воды и накопителем, а также зазором в эжектирующей части между нефтяным штуцером и тройником-эжектором.

5.2.4. Обводненность и дисперсность газонасыщенной нефтяной эмульсии.

5.2.4.I. Содержание воды в эмульсии зависит от того, для какого процесса подготовки нефти она приготавливается:

для исследования предварительного обезвоживания готовят эмульсию с содержанием воды (по ГОСТ 2477-65/ от 30 до 50% масс. (см.п.2.4.I данной инструкции);

для исследования глубокого обезвоживания теплохимическим способом-от I0 до 20% масс., электрическим способом-не более I0% масс.

Примечание. Для нефтей, восприимчивых к действию электрических полей, о чем судят по исследованиям на лабораторном электродегидраторе, содержание воды в исходной эмульсии может быть повышено до 20% масс.;

для исследования электрообессоливания содержание воды в исходной нефти не более I% масс.; для обессоливания используют

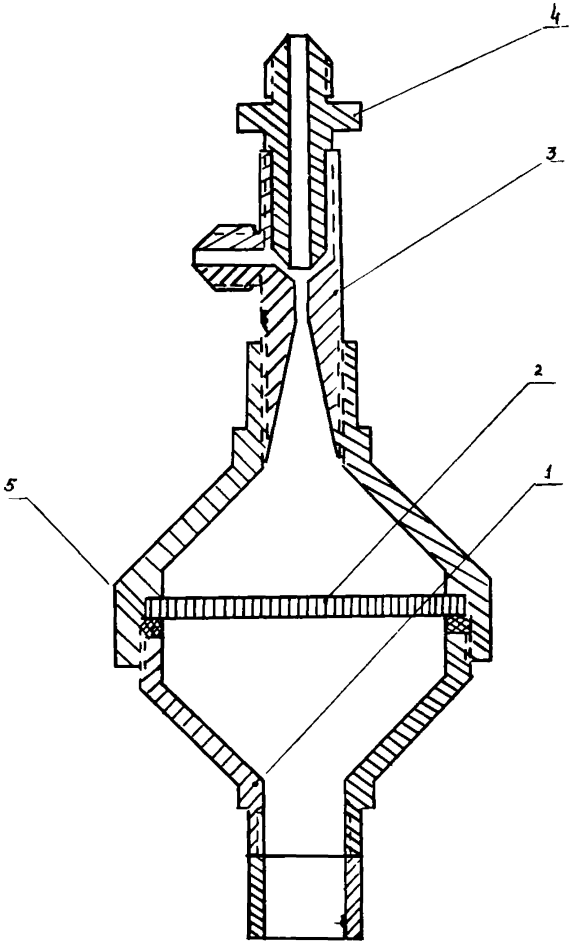


Рис. 6. Принципиальная схема смесителя для получения эмульсий:
I – корпус; 2 – решетка (диаметр отверстий I мм);
3 – тройник-эжектор; 4 – нефтяной штуцер;
5 – прокладка

нефть после теплохимического или электрического глубокого обезвоживания.

5.2.4.2. Дисперсность приготовленной эмульсии должна соответствовать требованиям, сформулированным в п.2.4.2 настоящей инструкции.

5.2.5. Выбор давления эмульгирования

5.2.5.I. В соответствии с "Унифицированными технологическими схемами комплексов сбора и подготовки нефти, газа и воды нефтедобывающих районов (РД 39-I-I59-79) на подготовку может поступать обводненная нефть:

после первой ступени сепарации - на предварительное обезвоживание при проведении его на дожимной насосной станции (п.3.2 "Унифицированных схем") или при размещении первой ступени сепарации на ЦПС (п.2.2 "Унифицированных схем"); в этом случае давление газонасыщенной нефтяной эмульсии определяется давлением попутного газа первой ступени сепарации;

после второй и последующих ступеней сепарации - на предварительное обезвоживание при проведении его на ЦПС при условии проведения первой ступени сепарации на промысле (п.3.3.I "Унифицированных схем"), а также на глубокое обезвоживание и обессоливание (п.п.2.3.9 и 3.2.2 "Унифицированных схем"); в этом случае давление газонасыщенной нефтяной эмульсии, поступающей на подготовку, определяется давлением на предшествующей (второй) ступени сепарации.

5.2.5.2. Рекомендуемые давления подготовки нефти, при которых должна работать отстойная аппаратура, для процесса предварительного обезвоживания нефти после первой ступени сепарации составляют не более I,0 и I,6 МПа (I0 и I6 кг/см^2) см. ОСТ 39-988-79 "Установки сбора и транспорта нефти и нефтяного газа". Параметрические ряды. Для процессов обезвоживания и обессоливания нефти после второй и последующих ступеней

сепарации - не более 0,6 МПа (6 кг/см^2) (см. ОСТ 39-061-78 "Установки подготовки нефти. Параметрические ряды").

Фактическое давление, при котором должна быть приготовлена газонасыщенная эмульсия, выбирается в указанных пределах совместно с проектной организацией, исходя из принципиальной технологической схемы сбора и подготовки нефти обустраиваемого месторождения, согласованной с заказчиком.

5.2.5.3. Перепад давления на смесителе и величину необходимого зазора, обеспечивающих дисперсность газонасыщенной эмульсии, устанавливают, проводя серию предварительных проб получения эмульсии с различными перепадами давления и определяя каждый раз ее дисперсность по методике, указанной в приложении I. При выборе перепада давления и величины зазора следует ориентироваться на следующие данные (табл. I3).

Таблица I3

Перепад давления на смесителе, МПа (кг/см^2)	Величина зазора между нефтяным штуцером и тройником-эжектором, мм	Обводненность эмульсии, %	Средний объемно-поверхностный диаметр капель эмульгированной воды, мк
0,5 (5)	2	I0-20	6-8
0,3 (3)	2	I0-20	I5-I8
0,5 (5)	2	20-40	8-I0
0,3 (3)	2	20-40	20-25

5.2.6. Получение эмульсии в промысловых условиях

5.2.6.I. Для получения эмульсии на промысле может быть использована скважина, дающая безводную нефть или коллектор (гребенка на СП) безводной нефти до первой ступени сепарации. Давление газонефтяной смеси в месте отбора пробы нефти не должно превышать давление, на которое опрессована установка, но быть не

ниже давления газонасыщенной эмульсии плюс перепад давления на смесителе, необходимый для приготовления эмульсии.

Перемещение жидкостей в установке, поддержание давления насыщения в приготовленной эмульсии и ее перемешивание (в случае необходимости) осуществляются попутным нефтяным газом, отбираемым из той же выкидной линии скважины или из другого источника попутного газа подходящего давления, например, затрубного пространства, сепаратора первой ступени и пр.

Установка позволяет получить эмульсию с газонасыщенностью в пределах рабочих давлений ее аппаратов.

5.2.6.2. Подготовка установки к работе. Перед началом работы проверяют внешним осмотром целостность установки и ее частей. Проверяют все вентили – они должны быть закрыты, но легко открываться. Рассчитывают, исходя из требуемого объема приготовленной газонасыщенной эмульсии $V_{эм}$, л, и ее обводненности, $W_{исх}^{ГОСТ}$, необходимые объемы безводной нефти, $V_н$, л, и пластовой воды, $V_в$, л, по уравнениям:

$$V_в = \frac{V_{эм} \cdot W_{исх}^{ГОСТ}}{100 - g_{NaCe}} \cdot \frac{d_{эм}}{d_в}; \qquad (33)$$

$$V_н = V_{эм} - V_в,$$

где $W_{исх}^{ГОСТ}$ – обводненность эмульсии (по ГОСТ 2477-65);

$d_э$ – плотность эмульсии, кг/м^3, вычисляемая по уравнению

$$d_э = \frac{100 - g_{NaCe}}{\frac{W_{исх}^{ГОСТ}}{d_в} + \frac{100 - g_{NaCe} - W_{исх}^{ГОСТ}}{d_н}} \qquad (34)$$

$d_в$ и $d_н$ – плотность, кг/м^3, соответственно, пластовой воды и безводной нефти; g_{NaCe} – содержание солей ("сухой остаток")

в пластовой воде, % масс.

Заливают необходимое количество воды в емкость 2 (см.рис.7) через вентиль I7, воздух из емкости сбрасывают через вентиль 5. Подключают с помощью медного капилляра ∅ 5-6 мм вентиль I0 установки к пробоотборному крану газонефтяной смеси на промысловом трубопроводе. Открывают вентиль I0 и начинают наполнение емкости I газонасыщенной нефтью. Воздух, а затем попутный газ, поступающий с нефтью, перепускают через вентили 7 и 6 в емкость 2, где проходит насыщение пластовой воды нефтяным газом. В случае использования искусственной пластовой воды одновременно отдувается растворенный в ней кислород воздуха. Избыток газа сбрасывают через вентиль 5 в атмосферу. Также продувают газом емкость 3, пропуская его через вентили 7 и I2 при закрытом вентиле 5. При продувке емкости 3 воздух сбрасывают через вентиль II. После продувки закрывают вентили II и I2, оставляя в емкости 3 давление, равное выбранному давлению газонасыщенной эмульсии. Во время набора нефти в емкость I и продувки газом воды в емкости 2 давление в них регулируют вентилем 5, поддерживая его равным давлению, под которым будут продавливать нефть и воду через смеситель (больше давления в емкости 3 на величину перепада давления на смесителе). После того, как емкость I заполнена на 3/4 объема нефти, закрывают вентили 5 и I0, оставляя вентиль 7 полностью открытым. В емкостях I и 2 устанавливают давление, под которым будут продавливать нефть и воду через смеситель. Установка подготовлена к получению газонасыщенной эмульсии.

5.2.6.3. Получение газонасыщенной эмульсии. Для пропускания нефти и воды через смеситель приоткрывают вентиль I0 для подачи нефтегазовой смеси с промыслового трубопровода и вентиль II на емкость 3 и тотчас же открывают вентили 8 и 9. Нефть и воду пропускают через смеситель 4 при заданном на нем перепаде давлений, который устанавливают, поддерживая соответствующие давления

в емкостях I и 2 подачей нефтегазовой смеси через вентиль I0 и в емкости 3-за счет сброса газа через вентиль II. Расход нефти и воды определяют по градуировке, нанесенной на стенки емкостей I и 2. Процесс получения эмульсии длится 30–60 с в зависимости от перепада давлений на смесителе 4 и от объемов пропускаемых через него жидкостей. В зависимости от необходимого количества газонасыщенной эмульсии и ее обводненности процесс получения, возможно, потребуется повторить. В этом случае количество воды в емкости 2 при ее полном заполнении обеспечит получение эмульсии в количестве, соответствующем объему емкости 3. Необходимое для этого количество нефти получают при двухкратном заполнении емкости I.

По окончании продавливания через смеситель необходимых количеств нефти и воды полученную эмульсию перемешивают в емкости 3 нефтяным газом, отбирая его из емкости I через вентили 7 и I2 при закрытом вентиле 6. Избыток газа сбрасывают через вентиль II, поддерживая в емкости 3 давление, равное давлению насыщения эмульсии. Отбирают пробы полученной эмульсии на содержание воды (по ГОСТ 2477–65) и дисперсность через вентили I6 и I3 при закрытых вентилях I4 и I5. Пробу на дисперсность отбирают с противодавлением в контейнер с последующим медленным разгазированием, чтобы избежать дополнительного диспергирования воды.

Газ, необходимый для перемешивания эмульсии, получают в емкости I за счет подачи в нее нефтегазовой смеси через вентиль I0. Эмульсию из емкости 3 расходуют на исследование через вентили I6 и I3 при закрытых вентилях I4 и I5, поддерживая давление в емкости 3 подачей нефтяного газа через вентили 7, I2.

При необходимости удалить нефть из емкости I или воду из емкости 2 открывают, соответственно, вентили 5,6,7 и I5 или 5 и I4 и удаляют жидкости через вентиль I3. Вентили 8,9,I0 и I6 при этом закрыты.

5.2.7. Получение эмульсии в лабораторных условиях

5.2.7.I. В лаборатории газонасыщенную эмульсию получают из безводной разгазированной нефти и пластовой воды (естественной или искусственной) на пилотной установке, описанной в п.5.2.3, используя в качестве углеводородного газа смесь пропана и бутана (сжиженный газ).

5.2.7.2. Подготовка установки к работе. После осмотра установки и проверки вентилей заливают необходимые объемы безводной нефти и пластовой воды соответственно в емкости I и 2 через вентили I8 и I7, сбрасывая воздух через вентили 7,I2,II и 5. Объемы нефти и воды определяют, как показано в п.5.2.6.2. По заполнении емкостей I и 2 вентили 5,I2,II,I7 и I8 закрывают. Баллон с пропан-бутаном присоединяют с помощью капилляра ϕ 4 мм к вентилю I0 и приступают к насыщению газом (пропан-бутаном) нефти и воды. Для этого газ от баллона подают по линии через вентили I0-7-6. Краны 8,9,II,I2,I3,I4,I5,I6 - закрыты. Вентиль 5 открыт. Сначала продувают систему газом при небольшом избыточном давлении (по манометру I) для деаэрирования воды от кислорода воздуха. Затем вентиль 5 закрывают, а нефть и воду продолжают насыщать газом до принятого давления насыщения (см.п.5.2.5.2), регулируя давление вентилем I0. По достижении необходимого давления в емкостях I и 2 (по манометрам I и 2) закрывают вентили 6,7,I0 и выдерживают установку в герметичном состоянии I5 мин. Если за это время давление в емкостях I и 2 не изменится, то насыщение нефти и воды газом прекращают. Если давление падает, то открывают кран I0, давление вновь доводят до нужного и снова дают выдержку и так далее. После насыщения нефти и воды газом (пропан-бутаном) создают такое же давление в емкости 3, для чего открывают вентиль I2 (вентили 6 и 7 должны быть открыты) и несколько приоткрывают вентиль II, чтобы удалить воздух из емкости 3. Затем вентиль II закрывают и устанавливают, регу-

лируя вентиль I0, необходимое давление во всех трех емкостях (по манометрам I,2,3). После установления давления закрывают вентиль I2 и увеличивают давление в емкостях I и 2, подавая газ через вентиль I0, до давления, под которым должно проходить продавливание нефти и воды через смеситель 4. Установка готова к эмульгированию воды в нефти.

5.2.7.3. Получение газонасыщенной эмульсии. Эмульгирование проводят так, как это описано в п.5.2.6.3. Постоянный перепад давлений на смесителе поддерживают подачей в систему пропан-бутана через вентили I0,7,6. Полученную эмульсию перемешивают в емкости 3 пропан-бутаном в течение I0 мин. Перемешанную эмульсию подают на исследование через вентили I3 и I6 при закрытых вентилях I4 и I5. Давление в емкости 3 во время расходования эмульсии поддерживают по манометру 3 подачей пропан-бутана через вентили I0,7,I2.

5.2.8. Для исправления ошибок при проведении процесса эмульгирования, приведших к получению некачественной эмульсии, проводят повторное эмульгирование. Оно позволяет получить также более дисперсную и более монодисперсную эмульсию.

Повторное эмульгирование проводят следующим образом. Эмульсию, полученную в результате первого эмульгирования, из емкости 3 переводят через вентили I4 и I5, соответственно, в емкости I и 2 за счет давления газонасыщенной эмульсии, сбрасывая воздух из емкостей 1 и 2 через вентили 5 и I8. Затем закрывают вентили I4, I5, 5 и I8 и создают в емкостях I и 2 давление за счет подачи газа (или нефтегазовой смеси) через вентили I0, а также 7 и 6, равное давлению, под которым ведут продавливание жидкости через смеситель. Одновременно, приоткрывая вентиль I2, поднимают давление в емкости 3, если в этом есть необходимость, до давления,равного давлению насыщения. Установив необходимые давления в емкостях I,2 и 3,проводят повторное

эмульгирование, продавливая жидкости из емкостей I и 2 в емкость 3, как указано в п.5.2.6.3. при заданном перепаде давлений.

При промывке установки от остатков нефти после окончания работы для свободного перемещения промывной жидкости используют азот, который от баллона может быть подан (как и пропан-бутан) в любую часть установки.

5.3. Методика определения параметров процессов предварительного и глубокого теплохимического обезвоживания нефти на пилотной установке

5.3.I. Назначение методики

Методика предназначена для определения следующих параметров процессов предварительного и глубокого обезвоживания, необходимых при проектировании объектов подготовки нефти:

температуры отстаивания;

времени отстаивания;

расхода реагента-деэмульгатора.

Согласно требованиям к технологическим процессам подготовки нефти, изложенным в п. I.3, необходимо на стадии предварительного обезвоживания получать нефть с остаточным содержанием воды не более I0 или 20%, а на стадии глубокого теплохимического обезвоживания - с остаточным содержанием воды до I%.

5.3.2. Объект исследования

Объектом исследования могут являться естественные газонасыщенные эмульсии нефтей обводнившихся месторождений или искусственные газонасыщенные эмульсии нефтей, полученные из безводных нефтей и пластовых вод месторождений, находящихся на стадии безводной добычи нефти, на установке, описанной в разделе 5.2.

Требования к нефтяным эмульсиям, используемым в качестве объектов исследования для определения параметров процессов предварительного и глубокого теплохимического обезвоживания, по об-

водненности и дисперсности приведены в п.2.4.

Выбранную естественную газонасыщенную эмульсию или приготовленную искусственно анализируют на содержание воды (по ГОСТ 2477-65) и дисперсность-по методике определения дисперсности эмульсии (см.приложение I).

5.3.3. Необходимое оборудование, реактивы, посуда.

5.3.3.I. Пилотная установка, принципиальная схема которой показана на рис.7, состоит из следующих аппаратов:

нагревателя (I);

сепаратора (II);

отстойника (III);

двух мерников-дозаторов реагента (IУ) с делениями I мм (цена деления 0,I2 мл);

реагентной емкости (У);

мерника обезвоженной нефти (УI) с делениями I мм (цена деления 7,4 мл);

мерника дренажной воды (УII) с делениями I мм (цена деления 7,4 мл);

Техническая характеристика аппаратов пилотной установки представлена в табл.I4.

Нагреватель (I) представляет собой змеевик, находящийся в водяной бане и предназначенный для нагрева проходящей по нему нефтяной эмульсии.

Сепаратор (II) предназначен для проведения разгазирования эмульсии, в процессе которого идет перемешивание эмульсии с введенным в нее реагентом-деэмульгатором.

Отстойник (III) предназначен для проведения процесса обезвоживания нефти путем промывки обработанной реагентом-деэмульгатором эмульсии в водной слое и последующим отстаиванием при определенной температуре.

Мерники-дозаторы реагента-деэмульгатора (IУ) предназначены для попеременного расходования из них реагента-деэмульгатора и замера его количества.

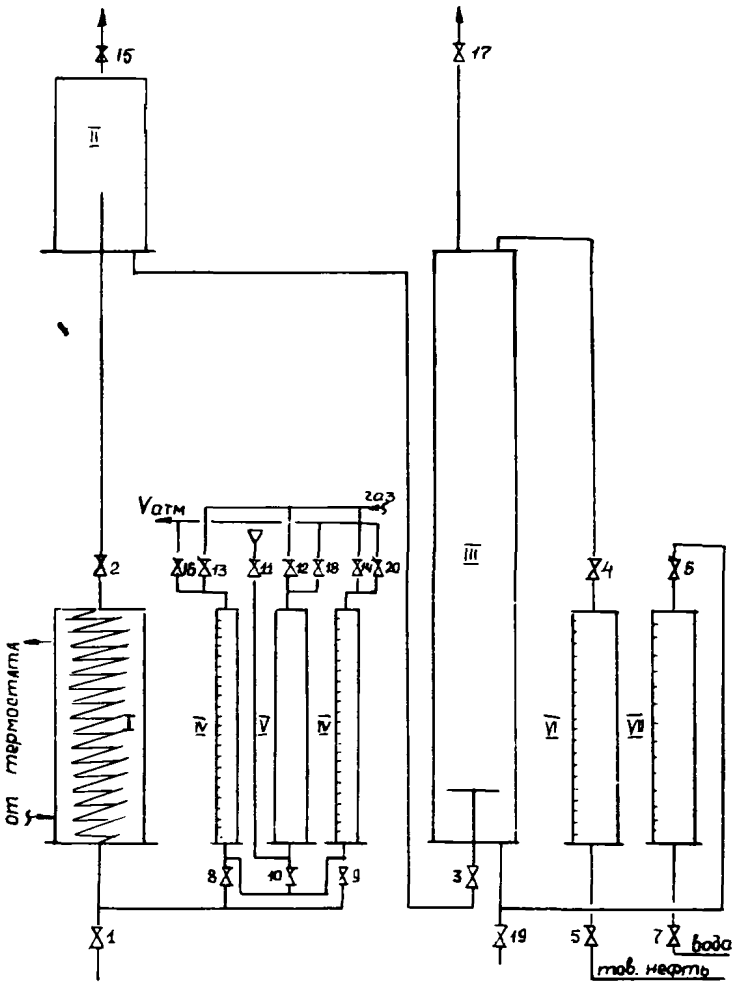


Рис.7 Принципиальная схема тепловой установки для определения параметров предварительного и глубокого теплохимического обезвоживания

Таблица I4

Техническая характеристика аппаратов пилотной установки для определения параметров предварительного и глубокого теплохимического обезвоживания

Аппараты	Форма	Материал	Основные размеры				Количество	Допустимые пределы	
			высота (длина), мм	внутрен. диаметр, мм	толщина стенки, мм	объем, л		давлен., кг/см^2	температ, ^oC
I. Нагреватель	Змеевик	Латунь	I0000	6	I	0,3	I	0–20	I0–70
II. Сепаратор	Цилиндр	Оргстекло	300	2I6	8	5,5	I	0–20	I0–70
III. Отстойник	Труба	Сталь XI8H9 ГОСТ994I–72	I470	I00	4	5,2	I	0–20	I0–60
IУ. Мерник-дозатор	Цилиндр	Стекло ГОСТ8446–74	300	2I	3,5	0,035	2	0–20	I0–60
У. Емкость реагента	"	Стекло ГОСТ8894–77	300	68	5	0,5	I	0–6	I0–60
УI. Мерник товарной нефти	"	Оргстекло	300	I00	4	2,35	I	Без давления	I0–60
УII. Мерник дренажной воды	"	"	300	I00	4	2,35	I	Без давления	I0–60

Реагентная емкость (У) предназначена для хранения приготовленного к работе раствора реагента-деэмульгатора.

Мерник товарной нефти (УI) предназначен для замера производительности установки.

Мерник дренажной воды (УП) предназначен для замера количества воды, выделившейся в процессе обезвоживания нефти.

Для замера давления в сепараторе и отстойнике установка оборудована манометрами. Для замера температуры нефти в отстойнике и циркулирующей воды в нагревателе установлены термометры.

Аппараты установки связаны между собой латунными трубками диаметром 8 мм и снабжены вентилями, позволяющими управлять ее работой.

5.3.3.2. Термостат ТС-I6Л.

5.3.3.3. Баллон со сжатым инертным газом, оборудованный редуктором.

5.3.3.4. Секундомер.

5.3.3.5. Воронка химическая № 5(по ГОСТ 8613-75).

5.3.3.6. Цилиндр измерительный с носиком на I0 мл(по ГОСТ I770-74).

5.3.3.7. Шланг резиновый.

5.3.3.8. Ксилол(ТУ 6-09-2438-77).

5.3.4. Выбор параметров опытов.

5.3.4.I. Опыты проводят по методу планирования эксперимента по центральному композиционному плану типа 2^3.

Выходным параметром принимают процент остаточной воды в нефти после обезвоживания, определяемый по ГОСТ 2477-65.

Входными параметрами являются температура, время отстаивания и расход реагента-деэмульгатора.

Неварьируемым параметром является давление в отстойнике, значение которого должно обеспечить отсутствие в нем газовыделения. Давление в отстойнике, в зависимости от свойств нефти, принимают

в пределах от 0,25 до 2,00 МПа (2,5–20,0 кГ/см^2). Давление в сепараторе практически совпадает с давлением в отстойнике.

5.3.4.2. Для определения верхнего и нижнего уровней варьирования температуры и расхода реагента-деэмульгатора проводят предварительный опыт по теплохимическому обезвоживанию разгазированной нефти в лабораторных условиях, согласно п. 4.2.4.2, 4.2.4.3 и 4.2.4.4.

На основании этих опытов получают графики зависимости количества отделившейся воды от температуры при постоянном расходе реагента-деэмульгатора и количества отделившейся воды от расхода реагента-деэмульгатора при постоянной температуре (см. п.4.2.4.6). Исходя из требований к процессу обезвоживания по этим графикам, задаваясь необходимым количеством отделившейся воды, выбирают значения верхнего и нижнего уровней температуры и расхода реагента-деэмульгатора.

Следует учесть, что значения этих параметров, как правило, принимают несколько ниже результатов, полученных при лабораторных теплохимических опытах.

Время отстаивания для верхнего и нижнего уровней варьирования принимают исходя из практики: нижний уровень – 30 мин, верхний – 60 мин. Необходимо отметить, что время отстаивания связано с производительностью пилотной установки следующей зависимостью:

$$Z_i = \frac{V}{Q_i}; \qquad Q_i = \frac{V}{Z_i}, \tag{35}$$

где Z_i – время отстаивания, мин;

V – объем отстойника, л;

Q_i – производительность, л/мин.

Отсюда, учитывая полный объем отстойника – 5,2 л, нижний и верхний уровни производительности будут равны

$$Q_н = \frac{V}{Z_н} = \frac{5{,}2}{30} = 0{,}173 \text{ л/мин};$$

$$Q_в = \frac{V}{Z_в} = \frac{5{,}2}{60} = 0{,}347 \text{ л/мин}$$

Матрица плана с параметрами в натуральной форме приведена в табл.I5.

5.3.4.3. По значениям уровней рассчитывают натуральные значения параметров в центре плана по формулам:

$$g_ц = \frac{g_в + g_н}{2}; \qquad (36а)$$

$$t_ц = \frac{t_в + t_н}{2}; \qquad (36б)$$

$$Z_ц = \frac{Z_в + Z_н}{2} \qquad (36в)$$

и значения интервалов варьирования по формулам:

$$\Delta g = \frac{g_в - g_н}{2}; \qquad (37а)$$

$$\Delta t = \frac{t_в - t_н}{2}; \qquad (37б)$$

$$\Delta Z = \frac{Z_в - Z_н}{2}, \qquad (37в)$$

где g -расход реагента-деэмульгатора;

$g_н$- значение нижнего уровня расхода реагента-деэмульгатора;

$g_в$- значение верхнего уровня расхода реагента-деэмульгатора;

t- температура процесса;

Таблица I5

Матрица планирования опыта

№ опыта	Натуральные значения параметров			Кодированные значения параметров			$w'_{ост}$	$w''_{ост}$	$\bar{w}_i$
	g, г/т	t, °С	z, мин	X_1	X_2	X_3			
I	$g_н$	$t_н$	$z_н$	-I	-I	-I	w_1'	w_1''	$\bar{w}_1$
2	$g_в$	$t_н$	$z_н$	+I	-I	-I	w_2'	w_2''	$\bar{w}_2$
3	$g_н$	$t_в$	$z_н$	-I	+I	-I	w_3'	w_3''	$\bar{w}_3$
4	$g_в$	$t_в$	$z_н$	+I	+I	-I	w_4'	w_4''	$\bar{w}_4$
5	$g_н$	$t_н$	$z_в$	-I	-I	+I	w_5'	w_5''	$\bar{w}_5$
6	$g_в$	$t_н$	$z_в$	+I	-I	+I	w_6'	w_6''	$\bar{w}_6$
7	$g_н$	$t_в$	$z_в$	-I	+I	+I	w_7'	w_7''	$\bar{w}_7$
8	$g_в$	$t_в$	$z_в$	+I	+I	+I	w_8'	w_8''	w_8

$t_н$ – значение нижнего уровня температуры процесса;

$t_в$ – значение верхнего уровня температуры процесса;

z – продолжительность отстаивания;

$z_н$ – значение нижнего уровня продолжительности отстаивания;

$z_б$ – значение верхнего уровня продолжительности отстаивания.

По выбранным натуральным значениям входных параметров рассчитывают их кодированные значения по уравнениям:

$$x_1 = \frac{q - q_ц}{\Delta q}\ ; \qquad (38а)$$

$$x_2 = \frac{t - t_ц}{\Delta t}\ ; \qquad (38б)$$

$$x_3 = \frac{z - z_ц}{\Delta z}\ , \qquad (38в)$$

где $q_ц$, $t_ц$, $z_ц$ – значения параметров в центре плана;

Δq, Δt, Δz – значения интервала варьирования.

Значения параметров в кодированной форме также вносят в матрицу планирования опыта (см. табл. I5).

5.3.5. Проведение опытов.

5.3.5.I. Подготовка пилотной установки к работе проводится в следующем порядке: подсоединяют линию исходной нефтяной эмульсии к пилотной установке; в случае проведения исследования на естественной газонасыщенной эмульсии – непосредственно к промысловому трубопроводу (выкидная линия скважины или сборный коллектор газонасыщенной нефти). Давление газонасыщенной нефти в трубопроводе не должно превышать давления при котором была опрессована установка, но не должно быть ниже давления, при котором предполагается проводить подготовку нефти (до 2,0 МПа). При проведении исследования на искусственной нефтяной эмульсии, приготовлен-

ной на пилотной установке (см.п.5.2), линию нефтяной эмульсии присоединяют к накопителю эмульсии на установке ее приготовления.

Включают термостат ТС-16А и доводят температуру воды, циркулирующей через нагреватель эмульсии I, до заданной температуры.

Отстойник Ш заполняют через вентиль 19 пластовой водой, нагретой до температуры проведения опыта; воздух из отстойника сбрасывают через вентиль 17.

Заливают в емкость для реагента У раствор реагента через воронку и вентиль 11, воздух сбрасывают через вентиль 18, вентиль 12 закрыт.

Используют 0,5 или 1%-ный раствор реагента-деэмульгатора, приготовленный по п. 4.2.3.3, с учетом, что объем одного мерника-дозатора можно израсходовать в течение 1,5-3 ч в зависимости от уровня расхода, выбранного согласно матрице планирования опыта. Затем заполняют мерники-дозаторы реагента IУ раствором реагента через вентиль 10, при этом воздух сбрасывают через вентиль 16 или 20, сжатый газ подают через вентиль 12. Вентили 8,9,13,14 закрыты.

Открывают вентиль I, и эмульсию (с известными обводненностью и дисперсностью) направляют в нагреватель I, откуда через открытый вентиль 2 она поступает в сепаратор П. Поступление эмульсии в сепаратор регулируют вентилем 2. Воздух и газ из сепаратора П сбрасывают через вентиль 15, поддерживая в сепараторе заданное давление. Вентиль 3 на отстойник Ш закрыт. Устанавливают выбранный по матрице проведения опытов расход реагента-деэмульгатора с помощью замеров уровней раствора реагента-деэмульгатора в мерниках IУ через определенные промежутки времени. Реагент-деэмульгатор дозируют в эмульсию через вентиль 8 или 9 с помощью давления инертного газа, поступающего от баллона.

В сепараторе эмульсию разгазируют до необходимого давления. В процессе разгазирования идет перемешивание эмульсии с

введением в нее реагента-деэмульгатора. В сепараторе набирают необходимый уровень дегазированной эмульсии.

Затем открывают вентиль 3 и вытесняют воду из отстойника III через вентиль 6 в мерник УП, пока эмульсия не заполнит отстойник до необходимой границы межфазного раздела нефть-вода; вентили 4 и I9 закрыты. Границу межфазного уровня устанавливают на уровне от 3/8 до I/2 высоты аппарата. После достижения уровня раздела фаз нефть-вода закрывают вентиль 6 и открывают вентиль 4, которым устанавливают необходимую производительность пилотной установки по нефти, определяющую время отстаивания. При этом вентиль 3 открывают полностью. Вентилем 6 регулируют расход дренажной воды, обеспечивающий постоянство уровня водяной подушки в отстойнике.

5.3.5.2. Определение параметров предварительного и глубокого теплохимического обезвоживания.

Для определения параметров предварительного и глубокого теплохимического обезвоживания необходимо сменить не менее трех объемов нефти в отстойнике.

В течение этого периода из линии поступления эмульсии отбирают пробы исходной эмульсии для определения ее обводненности и дисперсности. Пробы отбирают в следующее время: сразу после установления требуемой производительности, после смены I,5 объемов и 3 объемов. После трехкратной смены объемов нефти в отстойнике отбирают первую пробу товарной нефти и далее еще две пробы с интервалом, соответствующим смене от I/2 до I/4 объема отстойника. Пробы анализируют на содержание остаточной воды в них по ГОСТ 2477-65. Среднее арифметическое значение содержания воды в нефти принимают как выходной параметр $w_к$ данного опыта.

Во время проведения опыта поддерживают постоянными следующие параметры: производительность установки, температуру, расход реагента-деэмульгатора, давление и уровень эмульсии в сепа-

раторе, уровень раздела фаз нефть–вода в отстойнике.

Установленный режим поддерживают: по уровню эмульсии в сепараторе-вентилем 2; по давлению в сепараторе-вентилем I5; производительность – вентилем 4, уровень раздела фаз нефть–вода в отстойнике – вентилем 6, температуру эмульсии – температурой циркулирующей воды в термостате.

Температуру процесса контролируют по температуре нефти в отстойнике; давление – по показаниям манометров, установленных на сепараторе и отстойнике. Производительность установки контролируют путем замера уровней обезвоженной нефти и дренажной воды в соответствующих мерниках с интервалом I0 мин.

Примечание. Точность замера производительности по мернику составляет I мм уровня, что соответствует при I0-минутном интервале замера производительности 0,3% при максимальной и I,5% – при минимальной производительности.

Все замеры на установке и показания приборов записывают в журнал в течение всего опыта, начиная с момента выхода на режим, с интервалом I0 мин.

5.3.5.3. При проведении исследования рандомизируют порядок следования опытов согласно п.4.2.4.3. Опыты по матрице планирования (см.табл.32) повторяют дважды и вычисляют среднее содержание остаточной воды по двум параллельным опытам по уравнению

$$\overline{w_i} = \frac{w_i' + w_i''}{2}, \qquad (39)$$

где w_i', w_i'' и $\overline{w_i}$ – содержание остаточной воды, % масс., в I-м, 2-м и i-том опыте и среднее содержание, соответственно.

Примечание. Проведение одного опыта на пилотной установке, включая подготовку установки и выход ее на заданный режим, занимает один рабочий день. Проведение всех опытов по матрице планирования – 8 рабочих дней, а с параллельными опытами – I6 рабочих дней. Для уменьшения времени, необходимого для проведения всех ис-

следований возможно проведение двух опытов, отличающихся продолжительностью отстаивания, в один день. Например, опыты I и 5 (или 2 и 6 и т.д.) могут быть проведены в один рабочий день.

5.3.6. Обработка результатов опытов.

По данным двух параллельных циклов опытов для каждого режима работы пилотной установки находят среднее значение функции отклика - количество остаточной воды $\overline{w_i}$ и составляют таблицу для вычисления (см.табл.I6).

Вычисляют суммы по столбцам произведений $X_i\,\overline{w_i}$ с учетом их знаков и рассчитывают коэффициенты уравнений регрессии:

$$a_0=\frac{\sum_{i}^{8}\overline{w_i}}{8};\quad a_1=\frac{\sum_{i}^{8}\overline{w}_{i\cdot 1}}{8};\quad a_2=\frac{\sum_{i}^{8}\overline{w}_{i2}}{8};\quad a_{12}=\frac{\sum_{i}^{8}\overline{w}_{i12}}{8};$$
$$a_{13}=\frac{\sum_{i}^{8}\overline{w}_{i13}}{8};\quad a_{23}=\frac{\sum_{i}^{8}\overline{w}_{i23}}{8};\quad a_{123}=\frac{\sum_{i}^{8}\overline{w}_{i123}}{8}. \qquad (40)$$

Далее записывают уравнение регрессии:

$$w=a_0+a_1X_1+a_2X_2+a_3X_3+a_{12}X_1X_2+a_{13}X_1X_3+a_{23}X_2X_3+a_{123}X_1X_2X_3\,. \qquad (41)$$

Вычисляют дисперсию воспроизводимости и проверяют значимость коэффициентов уравнения регрессии.

Дисперсию воспроизводимости вычисляют по данным двух параллельных опытов работы установки по одному и тому же режиму, проведенных согласно матрице (см.табл.I5):

$$S^2(w)=\frac{2\sum_{i}^{8}(w_i-\overline{w_i})^2}{8};\qquad S(w)=\sqrt{\frac{1}{n}\sum(w_i-\overline{w_i})^2}\,, \qquad (42)$$

где w_i - количество остаточной воды в обезвоженной нефти в i-том режиме работы пилотной установки;

$\overline{w_i}$ - среднее значение количества остаточной воды по двум параллельным опытам по i-тому режиму работы пилотной установки (см.уравнение (39).

Таблица I6

Расчетная матрица

№ опыта	Кодированные факторы							Значения $\bar{w}_k^{расч}$	Значение произведений						
	X_1	X_2	X_3	X_1X_2	X_1X_3	X_2X_3	$X_1X_2X_3$		$X_1\bar{w}$	$X_2\bar{w}$	$X_3\bar{w}$	$X_1X_2\bar{w}$	$X_1X_3\bar{w}$	$X_2X_3\bar{w}$	$X_1X_2X_3\bar{w}$
I	-I	-I	-I	+I	+I	+I	-I	$\bar{w}_1$	$-\bar{w}_1$	$-\bar{w}_1$	$-\bar{w}_1$	$\bar{w}_1$	$\bar{w}_1$	$\bar{w}_1$	$-\bar{w}_1$
2	+I	-I	-I	-I	-I	+I	+I	$\bar{w}_2$	$\bar{w}_2$	$-\bar{w}_2$	$-\bar{w}_2$	$-\bar{w}_2$	$-\bar{w}_2$	$\bar{w}_2$	$\bar{w}_2$
3	-I	+I	-I	-I	+I	-I	+I	$\bar{w}_3$	$-\bar{w}_3$	$\bar{w}_3$	$-\bar{w}_3$	$-\bar{w}_3$	$\bar{w}_3$	$-\bar{w}_3$	$\bar{w}_3$
4	+I	+I	-I	+I	-I	-I	-I	$\bar{w}_4$	$\bar{w}_4$	$\bar{w}_4$	$-\bar{w}_4$	$\bar{w}_4$	$-\bar{w}_4$	$-\bar{w}_4$	$-\bar{w}_4$
5	-I	-I	+I	+I	-I	-I	+I	$\bar{w}_5$	$-\bar{w}_5$	$-\bar{w}_5$	$\bar{w}_5$	$\bar{w}_5$	$-\bar{w}_5$	$-\bar{w}_5$	$\bar{w}_5$
6	+I	-I	+I	-I	+I	-I	-I	$\bar{w}_6$	$\bar{w}_6$	$-\bar{w}_6$	$\bar{w}_6$	$-\bar{w}_6$	$\bar{w}_6$	$-\bar{w}_6$	$-\bar{w}_6$
7	-I	+I	+I	-I	-I	+I	-I	$\bar{w}_7$	$\bar{w}_7$	$-\bar{w}_7$	$\bar{w}_7$	$-\bar{w}_7$	$\bar{w}_7$	$\bar{w}_7$	$-\bar{w}_7$
8	+I	+I	+I	+I	+I	+I	+I	$\bar{w}_8$	$\bar{w}_8$	$\bar{w}_8$	$\bar{w}_8$	$\bar{w}_8$	$\bar{w}_8$	$\bar{w}_8$	$\bar{w}_8$
								$\sum_{i}^{8} w_i$	$\sum_{1}^{8}$	$\sum_{2}^{8}$	$\sum_{3}^{8}$	$\sum_{12}^{8}$	$\sum_{13}^{8}$	$\sum_{23}^{8}$	$\sum_{123}^{8}$

Проверяют однородность дисперсий по критерию Кохрейна, вычисляемому по уравнению

$$G=\frac{(w_i-\overline{w_i})^2_{макс}}{\sum_{1}^{2}(w_i-\overline{w_i})^2}, \qquad (43)$$

где $(w_i-\overline{w_i})^2_{макс}$ – квадрат максимального отклонения количества остаточной воды в товарной нефти от среднего значения в i-том режиме работы пилотной установки.

Сравнивают вычисленное значение критерия с табличным (приложение 8) для числа степеней свободы f_1 =I и f_2 =8 при уровне значимости α = 0,05. Если $G < G_{табл}$, то дисперсии однородны, в противном случае необходимо повторить опыт, согласно матрице планирования (см.табл.I5), при строгом соблюдении условий его проведения.

При однородности дисперсий находят квадратичную ошибку коэффициентов уравнения регрессии по уравнению

$$S(a_i)=\frac{S(w)}{\sqrt{8\cdot 2}} \qquad (44)$$

и значение доверительного интервала (Δa_i)

$$\Delta a_i = t\cdot S(a_i), \qquad (45)$$

где t – табличное значение критерия Стьюдента при числе степеней свободы f = 8 и уровне значимости 0,05. Коэффициенты, значения которых меньше абсолютного значения доверительного интервала, отбрасывают как незначимые; получают скорректированное интерполяционное уравнение регрессии.

Скорректированное уравнение регрессии с исключенными незначимыми коэффициентами проверяют на адекватность. Для этого вычисляют по этому уравнению количество остаточной воды $\hat{w}_i$ при условиях, соответствующих матрице планирования (см.табл.I5), и на-

ходят дисперсию адекватности по уравнению

$$S_{ad} = \frac{2\sum_{i=1}^{8}(\bar{w}_i - \hat{w}_i)^2}{N - \mathcal{L}}, \qquad (46)$$

где $\bar{w}_i$ – среднее значение количества остаточной воды в товарной нефти;

N – число опытов в матрице, $N = 8$;

$\mathcal{L}$ – число значимых коэффициентов в уравнении регрессии.

Вычисляют критерий Фишера по уравнению

$$F = \frac{S^2_{ad}}{S^2(w)}, \qquad (47)$$

где дисперсия воспроизводимости $S^2(w)$ определена по уравнению (42).

Если расчетное значение F -критерия не превышает табличное (приложение 7) при числе степеней свободы $f = N - \mathcal{L}$ и $f_2 = 8$, уровне значимости $\alpha = 0{,}05$, то модель адекватна.

В случае неадекватности модели повторяют опыты, согласно матрице планирования опытов (табл.15), изменяя уровни варьирования параметров, до получения адекватного уравнения регрессии.

Оптимальные параметры процесса определяют по интерполяционному уравнению, проверенному на адекватность, используя прием, приведенный в пп. 4.2.5.1 и 4.2.5.2.

Примечание. При определении параметров глубокого обезвоживания тяжелых и очень тяжелых нефтей верхний уровень варьирования температуры на пилотной установке может быть выше 70°С. В этом случае сепаратор из оргстекла заменяется на изготовленный из стали Х18Н9 ГОСТ 9941-72, оборудованный уровнемерным стеклом, а установка дополняется холодильником для охлаждения нефти и воды перед поступлением их в мерники.

5.4. Методика определения параметров процессов глубокого электрического обезвоживания и электрического обессоливания нефтей на пилотной установке.

5.4.I. Назначение методики.

5.4.I.I. Настоящая методика предназначена для определения параметров процессов глубокого электрического обезвоживания и электрического обессоливания нефтей. Она регламентирует порядок моделирования их на пилотной установке электрообработки эмульсии в поле электрического тока промышленной частоты и процедуру обработки получаемых экспериментальных данных.

5.4.I.2. Определению подлежат следующие параметры, выдаваемые для проектирования объектов электрообезвоживания нефти:

температура обработки, ^{o}C;

тип и удельный расход реагента-деэмульгатора, г/т;

продолжительность пребывания нефти в электрическом поле межэлектродного пространства, мин, и, соответственно, общее время пребывания нефти в электродегидраторе, мин; производительность электродегидратора, $м^3/ч$);

напряженность электрического поля, кВ/см,

обеспечивающие получение обезвоженной нефти с содержанием остаточной воды не более I% масс. (по ГОСТ 2477-65).

5.4.I.3. Для проектирования объектов электрообессоливания нефти рассматривают следующие параметры:

температуру обработки, ^{o}C;

тип и удельный расход реагента-деэмульгатора, г/т;

продолжительность пребывания нефти в электрическом поле межэлектродного пространства, мин, и, соответственно, общее время пребывания нефти в электродегидраторе, мин; производительность электродегидратора $м^3/ч$;

напряженность электрического поля, кВ/см;

расход промывной воды, $м^3/т$;

обеспечивающие получение обессоленной нефти, соответствующей требованиям ГОСТ 9965-76, (I-я группа), т.е. хлористых солей-не более I00 мг/л (определяемых по ГОСТ 21534-76), воды-не более 0,5% масс. (определяемой по ГОСТ 2477-65) или требованиям поставок на экспорт: солей-не более 40 мг/л, воды-не более 0,2% масс.

5.4.2. Объект исследования.

5.4.2.I. Экспериментальное определение параметров процессов электрообработки нефтей проводят с естественной либо искусственно приготовленной эмульсией необходимой обводненности.

Для изучения процесса глубокого электрического обезвоживания нефтей используют эмульсии с содержанием воды до I0% масс., получаемые из следующих источников:

обводнившихся скважин, участков либо сборных пунктов;

промышленных установок предварительного сброса;

пилотной установки предварительного сброса (см.п.5.3);

пилотной установки приготовления эмульсии из безводной нефти и пластовой воды.

Примечание. Для нефтей, эмульсии которых восприимчивы к действию электрического поля, содержание воды в нефти, поступающей на обработку, может быть увеличено до I5-20% масс.

5.4.2.2. На пилотной установке электрообессоливания обрабатывают эмульсии, прошедшие глубокое обезвоживание, до содержания остаточной воды не более I,0% масс. и хлористых солей-не выше I000 мг/л, которые отбирают:

с промышленных установок теплохимического либо электрического обезвоживания;

с пилотных установок теплохимического или электрического обезвоживания;

с пилотной установки приготовления эмульсии из безводной нефти и пластовой воды.

Примечания: I. При содержании солей в нефти после глубокого обезвоживания более I000 мг/л или при содержании солей в пределах 500–I000 мг/л, но в которой остаточная вода находится в виде высокодиспергированной, устойчивой эмульсии либо присутствуют кристаллические соли, для получения товарной нефти, отвечающей I- й группе по ГОСТ 9965–76, необходимо применять двухступенчатое электрообессоливание.

2. Для нефтей с невысокой минерализацией эмульгированной пластовой воды глубокое обезвоживание до содержания остаточной воды менее 0,5 или I,0% масс. может обеспечить содержание остаточных солей, соответствующих I и II группам товарных нефтей по ГОСТ 9965–76.

5.4.3. Необходимое оборудование, реагенты, посуда:

пилотная установка электрообезвоживания и электрообессоливания нефти;

баллон со сжатым инертным газом;

секундомер;

металлические, либо полиэтиленовые канистры, емкостью 20 или I0 л;

стеклянная градуированная емкость на 20 л;

цилиндры измерительные (по ГОСТ I770–74) на I00; 500 и I000 мл;

толуол (ГОСТ 5789–78);

ксилол (ТУ 6–09–2438–77);

изопропанол (ТУ 6–09–402–75).

5.4.4. Пилотная электрообезвоживающая и электрообессоливающая установка.

Пилотная установка, помимо получения исходных данных для проектирования объектов электрообезвоживания и электрообессоливания нефтей (см.п.5.4.I), может быть использована для следующих целей:

определения оптимального режима при пуске и наладке установок подготовки нефти;

корректирования режимов работы действующих установок.

5.4.4.I. Пилотная электрообезвоживающая и электрообессоливающая установка, технологическая схема которой приведена на рис.8, включает в себя следующие аппараты:

насос (I);

депульсатор (П);

нагреватель (Ш);

электродегидратор (IУ);

емкость для реагента (У);

два мерника реагента (УI и УI') с делениями I мм уровня (цена деления 0,I2 мл);

емкость промывной воды (УП) с делениями I мм уровня (цена деления 6 мл);

мерник подготовленной нефти (УШ) с делениями I мм уровня (цена деления 7,5 мл);

мерник дренажной воды (IX) с делениями I мм уровня (цена деления 7,5 мл);

электрический блок питания установки.

Техническая характеристика аппаратов пилотной установки приведена ниже в табл.I7.

5.4.4.2. Насос (I) представляет собой регулируемый поршневой дозировочный насос производительностью до 25 л/ч, с электрическим приводом, предназначенный для прокачивания сырья через установку и создания давления в аппаратах.

5.4.4.3. Депульсатор (П) предназначен для сглаживания пульсаций жидкости в аппаратах и коммуникациях установки.

5.4.4.4. Нагреватель (Ш) служит для нагревания до необходимой температуры исходной эмульсии.

5.4.4.5. Электродегидратор (IУ) предназначен для проведения

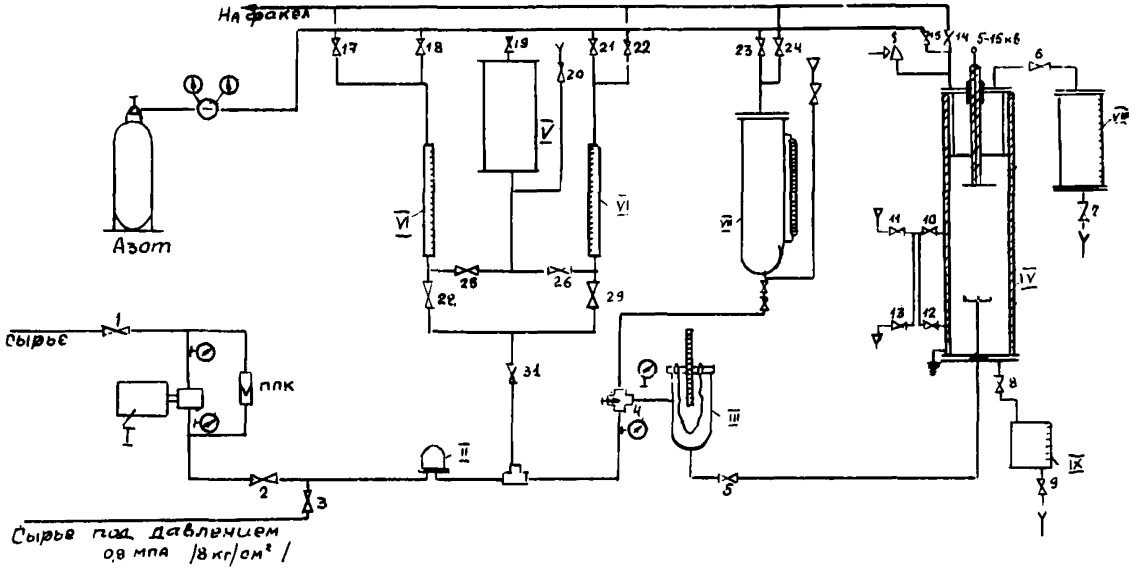


Рис. 8. Принципиальная технологическая схема пилотной установки для определения параметров глубокого электрического обезвоживания и электрического обессоливания нефти

Таблица I7

Технологическая характеристика основных аппаратов установки электрообработки нефтяных эмульсий

Аппараты	Геометрическая форма	Материал	Размеры				Условия работы		Примечания
			высота (длина), мм	внутр. диаметр, мм	толщина стенки, мм	объем, л	давление, кг/см^2	температура, ^{o}C	
Насос							40	25	Марка НД 25-40
Депульсатор	Цилиндр	Ст. 3	I00	82	3,5	0,7	I6	25	
Нагреватель	"	Ст. 3	300	I50	4,5	6	I6	75	Внутри установлены два нагревателя по I,6 кВт
Электродегидратор	"	Ст. 3	I500	II3	4,5	I2	I0	70	Корпус внутри футерован диэлектрическим пластиком. Внутри установлены электроды, ϕ электродов I00 мм
Емкость для реагента	"	Стекло ГОСТ8894-77	200	80	6	I	5	25	При необходимости проведения пилотных исследований с тяжелыми нефтями, т.е. при температурах около I20^{o}, следует подбирать соответствующий материал для внутренней футеровки
Мерник реагента	"	Стекло ГОСТ8446-74	304	20	3,5	0,I	I6	25	

Окончание табл. I7

Аппараты	Геометрическая форма	Материал	Размеры				Условия работы		Примечания
			высота (длина), мм	внутр. диаметр, мм	толщина стенки, мм	объем, л	давление, кг/см^2	температура, ^{o}C	
Емкость промывной воды	цилиндр	Ст. 3	605	I00	4	5	I6	25	
Мерник подготовленной нефти	"	Оргстекло	400	I00	4	3	5	60	
Мерник дренажной воды	"	"	I50	I00	4	I	0	70	

процессов глубокого электрического обезвоживания и электрического обессоливания нефтей путем электрообработки эмульсии в электрическом поле высокой напряженности и отстаивания капель укрупнившейся воды.

5.4.4.6. Емкость для реагента (У) предназначена для хранения рабочего раствора реагента-деэмульгатора.

5.4.4.7. Мерники реагента-деэмульгатора (УI и УI') предназначены для попеременного дозирования раствора реагента-деэмульгатора.

5.4.4.8. Емкость промывной воды (УП) предназначена для дозирования промывной воды в поток нефтяной эмульсии при изучении процесса электрообессоливания нефти.

5.4.4.9. Мерник подготовленной нефти (УШ) предназначен для замера производительности установки.

5.4.4.I0. Мерник дренажной воды (IX) предназначен для замера количества воды, отделившейся в процессе электрообработки нефти.

5.4.4.II. Электрическая схема блока питания установки приведена на рис.9. В табл.I8 указаны основные электрические аппараты этой схемы.

Таблица I8

Спецификация электрооборудования

Обозначение на схеме	Наименование	Количество
I.НОМ-I5	Трансформатор напряжения I575О/I00 В	I
2.ЛАТР-I	Автотрансформатор лабораторный	I
3.ПЭВ-I00	Резистор I00 В, R = I00 Ом	2
4.РТ-40/2	Реле тока I,5-6 А	I
5.ВПК-2II0 У2	Выключатель путевой	2
6.3-335, А	Амперметр 0-5 А	I

Окончание табл. I8

Обозначение на схеме	Наименование	Количество
7.Э-335, V_2	Вольтметр 0-I00 В	I
V_1	" 0-I50 В	I
8.РП-3/II	Реле промежуточное на напряжение 220 В	I

Электрическая схема блока питания состоит из лабораторного автотрансформатора ЛАТР-I, регулируемое напряжение которого (от 30 до I00 В) подается на первичную обмотку высоковольтного трансформатора ТР через последовательно включенные резисторы P_I и P_2, ограничивающие ток короткого замыкания между электродами при работе установки. Параметры резисторов уточняются при наладке. Для контроля тока и напряжения предусмотрен амперметр А и вольтметры V_1 и V_2 . Амперметр А и вольтметр V_2 градуируются на ток и напряжение на высокой стороне трансформатора ТР.

Для защиты обслуживающего персонала от поражения электрическим током предусматривается:

установка двух путевых выключателей на дверце ограждения высоковольтного трансформатора и дегидратора;

зануление и заземление нетоковедущих частей электрооборудования и технологического оборудования.

5.4.5. Исследование процесса глубокого электрического обезвоживания на пилотной установке

Для определения параметров процесса глубокого электрообезвоживания используют метод планирования эксперимента.

5.4.5.I. Выбор параметров.

За варьируемые параметры при проведении факторного эксперимента принимают следующие:

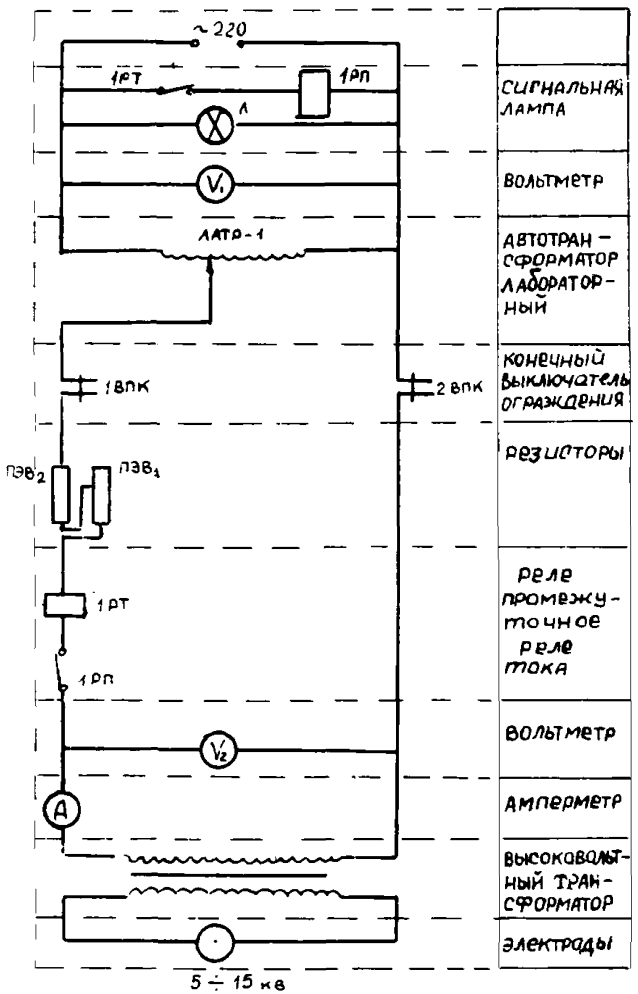


Рис. 9. Электродегидратор лабораторный. Электрическая схема блока питания

температуру электрообработки t, °С;

время пребывания нефти в межэлектродном пространстве τ, мин;

напряженность электрического поля в межэлектродном пространстве Е, кВ/см;

удельный расход реагента-деэмульгатора q, г/т.

За выходной параметр принимают количество остаточной воды в подготовленной нефти $w_к^{ост}$, определяемое по ГОСТ 2477-65.

Неварьируемыми параметрами являются:

давление в электродегидраторе, которое должно обеспечивать отсутствие газовыделения в нефти; исходя из практических данных принимают давление в пределах 0,5-0,6 МПа (5-6 кг/см^2);

обводненность исходной эмульсии - см.п.5.4.2.I.

5.4.5.2. Для получения интерполяционного уравнения, связывающего содержание остаточной воды в обезвоженной нефти с параметрами процесса электрообезвоживания, используют полуреплику от ПФЭ.2^4, т.е. проводят факторный эксперимент типа 2^{4-I}.

5.4.5.3. Определение верхнего и нижнего уровней варьирования параметров электрообезвоживания.

Уровни варьирования напряженности электрического поля Е, кВ/см, и времени пребывания нефти в межэлектродном пространстве τ, мин, принимают в соответствии с параметрами процесса на промышленных электродегидраторах типа ЭГ-I60, ЭГ-200: напряженность поля-от I,0 до 2,0 кВ/см, время пребывания в межэлектродном пространстве-от I,5 до 5 мин.

Время пребывания нефти в межэлектродном пространстве τ, мин, зависит также от физико-химических свойств обрабатываемой нефти. В зависимости от типа нефти (см. табл. I) принимают следующие уровни варьирования (табл. I9).

Таблица 19

Тип нефти	Нижний уровень, мин	Верхний уровень, мин
I. Легкие нефти	1,5	2,5
II. Средние нефти	2,0	4,0
III. Тяжелые нефти	3,0	6,0
IУ. Очень тяжелые нефти	5,0	10,0

Время пребывания в межэлектродном пространстве τ, мин, связано с общим временем пребывания в электродегидраторе z, мин, уравнением (см.п.4.3.1.3)

$$z = \frac{V}{V_{мэ}} \cdot \tau, \qquad (48)$$

где V – объем электродегидратора, $V_{мэ}$ – объем межэлектродного пространства.

Для пересчета времени пребывания в межэлектродном пространстве, τ, мин, на производительность пилотной установки, л/мин, используют уравнение

$$Q_i = \frac{V_{iм}}{\tau}, \qquad (49)$$

где $V_{iм}$ – объем межэлектродного пространства в электродегидраторе пилотной установки, определяемый по уравнению

$$V_{iмэ} = S \cdot h_i \cdot 10^{-3} \ [л]$$

где S – площадь электродной камеры, $см^2$;

h_i – расстояние между электродами, см.

Напряжение $U_н$, В на низкой стороне трансформатора, питающего электроды дегидратора пилотной установки, определяют

по уравнению

$$U_н = \frac{E \cdot h_i}{n} \cdot 1000, \qquad (50)$$

где n – коэффициент трансформации.

Напряжение $U_в$, к , на высокой стороне трансформатора, подаваемое на электроды, будет равно

$$U_в = E \cdot h_i. \qquad (51)$$

Для определения уровней варьирования температуры электрообработки и удельного расхода реагента-деэмульгатора используют данные, получаемые при определении:

параметров глубокого обезвоживания нефти теплохимическим способом в лабораторных условиях (см.п.4.2);

параметров электрического обезвоживания (см.п.4.3).

При отсутствии указанных данных проводят специальный предварительный теплохимический опыт по методике, описанной в п.4.2 настоящей инструкции, время отстаивания в этом случае ограничивают 60 мин.

Если оценку параметров подготовки в лабораторных условиях не проводили, то верхний и нижний уровни t, °С, и q, г/т, берут по промышленным параметрам подготовки нефти с аналогичными физико-химическими свойствами или используют данные, приведенные в табл.I, в которой дана оценка параметров подготовки нефти, исходя из общих физико-химических свойств.

Матрица планирования эксперимента с параметрами в натуральной форме приведена ниже, в табл.20.

Примечание. Если уровни варьирования параметров устанавливают на основании данных глубокого обезвоживания нефти теплохимическим способом, то верхние уровни берут несколько ниже, чем

Таблица 20

Матрица планирования эксперимента

№ опыта	Натуральные значения параметров				Кодированные значения параметров				Обводненность нефти на выходе из электродегидратора		
	t, °С	E, кВ/см	τ, мин	q, г/т	X_1	X_2	X_3	$X_4=X_1 X_2 X_3$	$w'_{ст}$	$w''_{ст}$	$\overline{w_i}$
I	$t_н$	$E_н$	$\tau_н$	$q_н$	-I	-I	-I	-I	w_1'	w_1''	$\overline{w}_1$
2	$t_в$	$E_н$	$\tau_н$	$q_в$	+I	-I	-I	+I	w_2'	w_2''	$\overline{w}_2$
3	$t_н$	$E_в$	$\tau_н$	$q_в$	-I	+I	-I	+I	w_3'	w_3''	$\overline{w}_3$
4	$t_в$	$E_в$	$\tau_н$	$q_н$	+I	+I	-I	-I	w_4'	w_4''	$\overline{w}_4$
5	$t_н$	$E_н$	$\tau_в$	$q_в$	-I	-I	+I	+I	w_5'	w_5''	$\overline{w}_5$
6	$t_в$	$E_н$	$\tau_в$	$q_н$	+I	-I	+I	-I	w_6'	w_6''	$\overline{w}_6$
7	$t_н$	$E_в$	$\tau_в$	$q_н$	-I	+I	+I	-I	w_7'	w_7''	$\overline{w}_7$
8	$t_в$	$E_в$	$\tau_в$	$q_в$	+I	+I	+I	+I	w_8'	w_8''	$\overline{w}_8$

полученные в лабораторных теплохимических исследованиях.

5.4.5.4. По значениям уровней варьирования параметров рассчитывают их натуральные значения в центре плана по формулам:

$$t_ц = \frac{t_в + t_н}{2}; \qquad (52а)$$

$$E_ц = \frac{E_в + E_н}{2}; \qquad (52б)$$

$$\tau_ц = \frac{\tau_в + \tau_н}{2}; \qquad (52в)$$

$$q_ц = \frac{q_в + q_н}{2} \qquad (52г)$$

и значения интервалов варьирования:

$$\Delta t = \frac{t_в - t_н}{2}; \qquad (53а)$$

$$\Delta E = \frac{E_в - E_н}{2}; \qquad (53б)$$

$$\Delta \tau = \frac{\tau_в - \tau_н}{2}; \qquad (53в)$$

$$\Delta q = \frac{q_в - q_н}{2}, \qquad (53г)$$

где t, E, τ и q – натуральные значения параметров процесса;

$t_н$, $E_н$, $\tau_н$ и $q_н$ – натуральные значения нижних уровней параметров процесса;

$t_в$, $E_в$, $\tau_в$ и $q_в$ – натуральные значения верхних уровней параметров процесса;

$t_ц$, $E_ц$, $\tau_ц$ и $q_ц$ – натуральные значения параметров процесса в центре плана.

По натуральным значениям входных параметров рассчитывают их кодированные значения по следующим уравнениям:

$$X_1 = \frac{t - t_u}{\Delta t}; \qquad (54а)$$

$$X_2 = \frac{E - E_u}{\Delta E}; \qquad (54б)$$

$$X_3 = \frac{\tau - \tau_u}{\Delta \tau}; \qquad (54в)$$

$$X_4 = \frac{q - q_u}{\Delta q_u}. \qquad (54г)$$

Натуральные и кодированные значения параметров вносят в матрицу планирования эксперимента типа 2^{4-I} (табл.20).

5.4.6. Проведение опытов по глубокому электрическому обезвоживанию на пилотной установке.

5.4.6.I. Подготовку установки к работе производят следующим образом. Заполняют рабочим раствором реагента-деэмульгатора объемной концентрацией 0,5 или I% (приготовление-см.п.4.2.3.3) емкость У, использовав для этой цели вентиль 20 с воронкой и открыв вентиль I9. Заполняют этим же раствором мерники реагента У1 и У1' через вентили 25 и 26, сбрасывая из них избыточный воздух через вентили I7 и 22.

В нижнюю часть электродегидратора заливают через вентили II и 12 необходимое количество пластовой воды, подогретой на водомерном стекле. Пуск установки производят на безводной нефти, которую подают насосом I из 20 л стеклянной градуированной емкости. Заполнение установки производят, включив насос на максимальную производительность, при этом открыты вентили I,2,4,5 и 6. После заполнения электронагревателя Ш (этот момент устанавливают по появлению нефти из вентиля указанного аппарата)

включают в сеть трубчатые нагреватели и устанавливают в нем необходимую температуру. После появления нефти в мернике нефти УШ прикрывают вентиль 6 и устанавливают необходимое давление в электродегидраторе. Затем производят включение электрического поля. Регулируют подачу нефти насосом I и начинают подачу раствора реагента-деэмульгатора. Организуют циркуляцию нефти по установке, возвращая нефть из приемника УШ на прием насоса I . Прогревают установку и окончательно отлаживают регулировку и наладку работы всех ее узлов.

Переводят установку на сырье необходимого качества и обводненности, причем, если используют разгазированную эмульсию, ее заливают в стеклянную сырьевую емкость, предварительно освободив от остатков безводной нефти. Если же сырье отбирается из накопителей пилотных установок либо технологических трубопроводов, находящихся под давлением не менее 6 кг/см^2, то его подают в установку через вентиль 3, а сырьевой насос выключают.

Регулируют уровень раздела фаз в электродегидраторе, для чего дренируют необходимое количество пластовой воды через вентиль 8. Установка считается выведенной на режим только после того, как через электродегидратор будет пропущено не менее трех объемов исходной эмульсии в рабочих условиях (см.матрицу планирования).

5.4.6.2. Определение параметров глубокого электрического обезвоживания. Отбирают 3 пробы из линии поступления эмульсии: первую-сразу же после перехода на работу установки с исходной эмульсией, вторую- после смены I,5 объема электродегидратора, третью - после замены трех объемов нефти. Только после трехкратной смены содержимого электродегидратора отбирают первую пробу подготовленной нефти из мерника УШ и далее еще две пробы,с интервалом между ними I/2 объема электродегидратора. Пробы сырья и товарной нефти анализируют на содержание остаточной воды в них

по ГОСТ 2477-65.

Во время проведения опыта поддерживают постоянными следующие параметры: производительность Q_i по исходной эмульсии, температуру ($\pm$ 2°С), расход реагента-деэмульгатора, давление в электродегидраторе, уровень раздела фаз в электродегидраторе по водомерному стеклу и электрические параметры обработки.

Контроль параметров процесса производят через каждые 10 мин, что фиксируют в рабочем журнале.

5.4.6.3. При проведении исследования рандомизируют порядок следования опытов согласно п.4.2.4.3. Опыты по матрице планирования (см.табл.20) повторяют дважды и вычисляют среднее содержание остаточной воды по двум параллельным опытам по уравнению

$$\overline{W_i} = \frac{W_i' + W_i''}{2}, \qquad (55)$$

где W_i', W_i'' и $\overline{W_i}$ – содержание остаточной воды, % масс., соответственно в 1, 2- м и i-том опытах и среднее за опыт.

Примечание. Проведение одного опыта на пилотной установке, включая подготовку ее и вывод на заданный режим, занимает практически один рабочий день. Проведение всех опытов по матрице планирования – 8 рабочих дней, а с параллельными опытами – 16 рабочих дней. Сокращение срока проведения экспериментальных работ возможно при проведении в один день двух опытов, отличающихся по напряженности электрического поля в межэлектродном пространстве.

При непосредственном следовании друг за другом опытов с измененной напряженностью поля установка выходит на новый рабочий режим после смены напряженности при пропускании через электродегидратор 10 л или 1 объема нефти эмульсии, после чего отбирают три пробы обезвоженной нефти (см.п.5.4.6.2).

5.4.7. Обработка полученных результатов опытов

По данным двух параллельных серий опытов находят среднее значение функции отклика – количество остаточной воды для каждого режима работы установки. Вычисленные значения подставляют в таблицу для вычислений (см.табл.21). Вычисляют суммы по столбцам произведений $X_i \cdot \overline{w_i}$ с учетом их знаков и рассчитывают коэффициенты уравнений регрессии:

$$a_0 = \frac{\sum_{i=1}^{8} \overline{w_i}}{8}; \quad a_1 = \frac{\sum_{i=1}^{8} x_{i1}}{8}; \quad a_2 = \frac{\sum_{i=1}^{8} x_{i2}}{8}; \quad a_3 = \frac{\sum_{i=1}^{8} x_{i3}}{8};$$

$$a_4 = \frac{\sum_{i=1}^{8} x_{i4}}{8}; \quad a_{12} = \frac{\sum_{i=1}^{8} x_{i12}}{8}; \quad a_{13} = \frac{\sum_{i=1}^{8} x_{i13}}{8}; \quad a_{14} = \frac{\sum_{i=1}^{8} x_{i14}}{8}, \tag{56}$$

получают итоговое уравнение регрессии

$$w = a_0 + a_1 X_1 + a_2 X_2 + a_3 X_3 + a_4 X_4 + a_{12} X_1 X_2 + a_{13} X_1 X_3 + a_{14} X_1 X_4 . \tag{57}$$

Вычисляют дисперсию воспроизводимости и проверяют значимость коэффициентов уравнения регрессии.

Дисперсию воспроизводимости вычисляют по данным двух параллельных опытов, проведенных на установке в одинаковых условиях, согласно матрице (см.табл.20),

$$S^2(w) = \frac{2\sum_{i=1}^{8} (w_i - \overline{w_i})^2}{8} \tag{58}$$

или

$$S(w) = \sqrt{\frac{1}{4} \sum_{i=1}^{8} (w_i - \overline{w_i})^2}, \tag{59}$$

где w_i – количество остаточной воды в i-той пробе,

$\overline{w_i}$ – среднее значение количества остаточной воды в i-той пробе, рассчитанное по данным двух параллельных опытов.

Таблица 2I

Расчетная матрица

Кодированные факторы							$\bar{w}_i$	$X_1\bar{w}_i$	$X_2\bar{w}_i$	$X_3\bar{w}_i$	$X_4\bar{w}_i$	$X_1X_2\bar{w}_i$	$X_1X_3\bar{w}_i$	$X_1X_4\bar{w}_i$
X_1	X_2	X_3	X_4	X_1X_2	X_1X_3	X_1X_4								
-I	-I	-I	-I	+I	+I	+I	$\bar{w}_1$	$-\bar{w}_1$	$-\bar{w}_1$	$\bar{w}_1$	$-\bar{w}_1$	$+\bar{w}_1$	$+\bar{w}_1$	$+\bar{w}_1$
+I	-I	-I	+I	-I	-I	+I	$\bar{w}_2$	$+\bar{w}_2$	$-\bar{w}_2$	$-\bar{w}_2$	$+\bar{w}_2$	$-\bar{w}_2$	$-\bar{w}_2$	$+\bar{w}_2$
-I	+I	-I	+I	-I	+I	-I	$\bar{w}_3$	$-\bar{w}_3$	$+\bar{w}_3$	$-\bar{w}_3$	$+\bar{w}_3$	$-\bar{w}_3$	$+\bar{w}_3$	$-\bar{w}_3$
+I	+I	-I	-I	+I	-I	-I	$\bar{w}_4$	$+\bar{w}_4$	$+\bar{w}_4$	$-\bar{w}_4$	$-\bar{w}_4$	$+\bar{w}_4$	$-\bar{w}_4$	$-\bar{w}_4$
-I	-I	+I	+I	+I	-I	-I	$\bar{w}_5$	$-\bar{w}_5$	$-\bar{w}_5$	$+\bar{w}_5$	$+\bar{w}_5$	$+\bar{w}_5$	$-\bar{w}_5$	$-\bar{w}_5$
+I	-I	+I	-I	-I	+I	-I	$\bar{w}_6$	$+\bar{w}_6$	$-\bar{w}_6$	$+\bar{w}_6$	$-\bar{w}_6$	$-\bar{w}_6$	$+\bar{w}_6$	$-\bar{w}_6$
-I	+I	+I	-I	-I	-I	+I	$\bar{w}_7$	$-\bar{w}_7$	$+\bar{w}_7$	$+\bar{w}_7$	$-\bar{w}_7$	$+\bar{w}_7$	$-\bar{w}_7$	$+\bar{w}_7$
+I	+I	+I	+I	+I	+I	+I	$\bar{w}_8$	$+\bar{w}_8$	$+\bar{w}_8$	$+\bar{w}_8$	$+\bar{w}_8$	$+\bar{w}_8$	$+\bar{w}_8$	$+\bar{w}_8$
							$\sum_{i=1}^{8}\bar{w}_i$	$\sum_{i=1}^{8}$	$\sum_{i=1}^{8}$	$\sum_{i=1}^{8}$	$\sum_{i=1}^{8}$	$\sum_{i=1}^{8}$	$\sum_{i=1}^{8}$	$\sum_{i=1}^{8}$

Проверяют однородность дисперсий по критерию Кохрена, вычисляемому по уравнению

$$G = \frac{(w_i - \bar{w}_i)^2_{max}}{\sum_{i=1}^{n} (w_i - \bar{w}_i)^2}, \qquad (60)$$

где $(w_i - \bar{w}_i)^2_{max}$ – квадрат максимального отклонения количества остаточной воды от среднего значения в i-том опыте.

Сравнивают вычисленное значение критерия с табличным $G_{табл}$ (см. приложение 8) для числа степеней свободы $f_1 = 1$ и $f_2 = 8$ при уровне значимости $\alpha = 0,05$. Если $G < G_{табл}$, то дисперсии однородны, в противном случае необходимо повторить эксперимент при строгом соблюдении условий его проведения.

При однородности дисперсий находят квадратичную ошибку коэффициентов уравнения регрессии по уравнению

$$S(a_i) = \frac{S(w)}{\sqrt{8 \cdot 2}} \qquad (61)$$

и значения доверительного интервала (Δa_i)

$$\Delta a_i = t \cdot S(a_i), \qquad (62)$$

где t – табличное значение критерия Стьюдента при числе степеней свободы $f = 8$ и уровне значимости 0,05, $t = 2.31$.

Коэффициенты, значения которых меньше абсолютного значения доверительного интервала, отбрасываются как незначимые; получают скорректированное интерполяционное уравнение регрессии.

Полученное скорректированное уравнение проверяют на адекватность. С этой целью вычисляют по нему количество остаточной воды $\hat{w}_i$ при условиях, соответствующих матрице планирования опыта (см. табл. 20), и находят дисперсию адекватности по уравнению

$$S^2_{ad} = \frac{2\sum_{i=1}^{8}(w_i - \hat{w}_i)^2}{N - \mathcal{L}}, \qquad (63)$$

где N - число опытов в матрице ($N = 8$);

$\mathcal{L}$ - число значимых коэффициентов в уравнении регрессии.

Вычисляют критерий Фишера по уравнению

$$F = \frac{S^2_{ad}}{S^2(w_i)}, \qquad (64)$$

где дисперсия воспроизводимости определена по уравнению (58).

Если расчетное значение F-критерия не превышает табличное значение (приложение 7) при числе степеней свободы $f = N - \mathcal{L}$ и $f = 8$ и уровне значимости $\alpha = 0,05$, то модель адекватна.

В случае неадекватности модели повторяют опыты, согласно матрице планирования эксперимента (см. табл. 20), более точно определив уровни варьирования параметров, до получения адекватного уравнения регрессии.

Область оптимальных значений параметров процесса глубокого электрического обезвоживания нефтяных эмульсий определяют по проверенному на адекватность, скорректированному интерполяционному уравнению. При этом используют прием, приведенный выше в пп. 4.2.5.1 и 4.2.5.2.

5.4.8. Исследование процесса электрического обессоливания нефти на пилотной установке

5.4.8.1. Выбор параметров.

За варьируемые параметры при проведении факторного эксперимента по электрическому обессоливанию нефти принимают следующие:

время пребывания жидкости (нефть+промывная вода) в межэлектродном пространстве τ, мин;

напряженность электрического поля в межэлектродном пространстве E, кВ/см;

удельный расход реагента-деэмульгатора g, г/т;

расход промывной воды q, % масс., на исходную нефть.

Остальные выдаваемые для проектирования параметры остаются в эксперименте постоянными:

давление в системе должно обеспечивать подавление процесса газовыделения, обычно принимается на ступени электрообработки от 0,5 до 0,6 МПа (5-,6 кг/см^2) по практическим данным;

температура электрообработки эмульсии принимается на 5^{0}С ниже, чем при глубоком обезвоживании, так как изучаемый процесс следует непосредственно за обезвоживанием;

тип реагента принимают такой же, как при обезвоживании;

условия перемешивания нефти с промывной водой на пилотной установке постоянные (перемешивание обеспечивается за счет создания постоянного перепада давления на эмульгирующем вентиле 4 - см.рис.8);

обводненность сырья и исходное содержание солей (см. п.5.4.I).

При построении матрицы планирования опыта типа 2^{4-I} за выходные параметры принимают:

содержание хлористых солей в обессоленной нефти $X_к$, мг/л;

содержание воды в обессоленной нефти $W_к$, % масс.;

эти параметры определяются по ГОСТ 2477-65 и 2I534-76, соответственно, и должны отвечать ГОСТу 9975-76.

5.4.8.2. Уровни варьирования параметров приведены в табл.22.

Указанные уровни могут быть скорректированы по дополнительной информации о воздействии электрического поля на обрабатываемую нефть.

5.4.8.3. Значения параметров в кодированной форме рассчитывают по уравнениям:

время пребывания нефти в поле

Таблица 22

Уровни варьирования параметров электрообессоливания нефти на пилотной установке

Параметры	Значения параметров			Интервал варьирования, Δ
	уровень варьирования		центр плана	
	верхний	нижний		
Время пребывания нефти в межэлектродном пространстве τ, мин				
легкие нефти	I,5	2,5	2	0,5
средние нефти	2,0	4,0	3	I,0
тяжелые нефти	3,0	6,0	4,5	I,5
очень тяжелые нефти	5,0	I0,0	7,5	2,5
Напряженность электрического поля в межэлектродном пространстве, E, кВ/см	2,0	I,0	I,5	0,5
Удельный расход реагента-деэмульгатора, g, г/т (дополнительный)	I5	5	I0	5
Расход промывной воды, q, % масс.	I0	3	6,5	3,5

$$X_1 = \frac{\tau - \tau_ц}{\Delta\tau}; \qquad (65а)$$

напряженность электрического поля

$$X_2 = \frac{E - E_ц}{\Delta E}; \qquad (65б)$$

удельный расход реагента

$$X_3 = \frac{g - g_ц}{\Delta g}; \qquad (65в)$$

расход промывной воды

$$X_4 = \frac{q - q_ц}{\Delta q}, \qquad (66)$$

где $\tau_ц$, $E_ц$, $g_ц$ и $q_ц$ – значения входных параметров в центре плана;

$\Delta\tau$, ΔE, Δg и Δq – интервалы варьирования параметров.

Натуральные и кодированные значения параметров вносят в матрицу планирования эксперимента типа 2^{4-I} (табл 23).

5.4.9. Проведение опытов по электрическому обессоливанию на пилотной установке

5.4.9.I. Подготовку установки к работе проводят аналогично п.5.4.6.I. Дополнительно заполняют промывной водой емкость УП. Вывод установки на циркуляцию производят на нефти, прошедшей глубокое электрическое или теплохимическое обезвоживание. После прогревания установки начинают подачу промывной воды, регулируя ее расход вентилем 3. Эмульгирование промывной воды в нефти производят за счет создания перепада давления на вентили 4 в пределах 0,I5–0,2 МПа (I,5–2,0 кг/см^2).

5.4.9.2. Определение параметров электрического обессоливания осуществляют, как описано в п.5.4.6.2. Для этого переводят

Таблица 23

Матрица планирования эксперимента

№ опыта	Натуральные значения параметров				Кодированные значения параметров				Обводненность нефти после электрообессоливания, % масс.			Содержание хлористых солей после электрообессоливания, мг/л		
	τ, мин	E, кВ/см	q, г/т	q, % масс	X_1	X_2	X_3	$X_4=X_1X_2X_3$	w_i'	w_i''	$\bar{w}_i$	X_i'	X_i''	$\bar{X}_i$
1	$\tau_н$	$E_н$	$q_н$	$q_н$	-1	-1	-1	-1	w_1'	w_1''	$\bar{w}_1$	X_1'	X_1''	$\bar{X}_1$
2	$\tau_в$	$E_н$	$q_н$	$q_в$	+1	-1	-1	+1	w_2'	w_2''	$\bar{w}_2$	X_2'	X_2''	$\bar{X}_2$
3	$\tau_н$	$E_в$	$q_н$	$q_в$	-1	+1	-1	+1	w_3'	w_3''	$\bar{w}_3$	X_3'	X_3''	$\bar{X}_3$
4	$\tau_в$	$E_в$	$q_н$	$q_н$	+1	+1	-1	-1	w_4'	w_4''	$\bar{w}_4$	X_4'	X_4''	$\bar{X}_4$
5	$\tau_н$	$E_н$	$q_в$	$q_в$	-1	-1	+1	+1	w_5'	w_5''	$\bar{w}_5$	X_5'	X_5''	$\bar{X}_5$
6	$\tau_в$	$E_н$	$q_в$	$q_н$	+1	-1	+1	-1	w_6'	w_6''	$\bar{w}_6$	X_6'	X_6''	$\bar{X}_6$
7	$\tau_н$	$E_в$	$q_в$	$q_н$	-1	+1	+1	-1	w_7'	w_7''	$\bar{w}_7$	X_7'	X_7''	$\bar{X}_7$
8	$\tau_в$	$E_в$	$q_в$	$q_в$	+1	+1	+1	+1	w_8'	w_8''	$\bar{w}_8$	X_8'	X_8''	$\bar{X}_8$

установку на сырье необходимого качества, подключив его к насосу I либо к вентилю 3, если сырье отбирается из технологических линий или аппаратов промышленных установок с давлением не менее 0,80 МПа (8 кг/см^2). Отбираемые пробы анализируют на содержание остаточной воды и хлористых солей по ГОСТ 21534-76 и ГОСТ 2477-65 соответственно.

5.4.9.3. При проведении исследования рандомизируют порядок следования опытов согласно п.4.2.4.3. По данным параллельных опытов, проведенных согласно матрице планирования опыта (см. табл.23), вычисляют средние значения содержания остаточной воды и хлористых солей для каждой пробы по уравнениям:

$$\overline{w}_i = \frac{w_i' + w_i''}{2}; \qquad \overline{X}_i = \frac{X_i' + X_i''}{2}, \tag{67}$$

где w_i', w_i'' и $\overline{w}_i$ – остаточное содержание воды в i-той пробе соответственно в первом, и втором опыте и среднее за опыт;

X_i', X_i'' и $\overline{X}_i$ – то же самое для содержания хлористых солей.

Полученные средние значения функций отклика вносят в расчетную табл.24, раздел 5.4.9, где помещены также значения параметров в кодированной форме. По формулам (см.табл.24) производят вычисления коэффициентов и получают два интерполяционных уравнения регрессии:

$$w = a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + a_3X_3 + a_4X_4 + a_{12}X_1X_2 + a_{13}X_1X_3 + a_{14}X_1X_4;$$

$$X = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_4X_4 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{14}X_1X_4.$$

По данным параллельных опытов вычисляют дисперсию воспроизводимости:

для содержания остаточной воды

Таблица 24

Расчетная матрица коэффициентов интерполяционных уравнений содержания остаточных солей $X_к$ и воды $W_к$ в нефти после обессоливания

№	Кодированные параметры							$\bar{X}_i$	Значение произведений							$\bar{W}_i$	Значение произведений						
	X_1	X_2	X_3	X_4	X_1X_2	X_1X_3	X_1X_4		$X_1\bar{X}_i$	$X_2\bar{X}_i$	$X_3\bar{X}_i$	$X_4\bar{X}_i$	$X_1X_2\bar{X}_i$	$X_1X_3\bar{X}_i$	$X_4X_4\bar{X}_i$		$X_1\bar{W}_i$	$X_2\bar{W}_i$	$X_3\bar{W}_i$	$X_4\bar{W}_i$	$X_1X_2\bar{W}_i$	$X_1X_3\bar{W}_i$	$X_1X_4\bar{W}_i$
1	-I	-I	-I	-I	+I	+I	+I	X_1	$-\bar{X}_1$	$-\bar{X}_1$	$-\bar{X}_1$	$-\bar{X}_1$	$+\bar{X}_1$	$+\bar{X}_1$	$+\bar{X}_1$	$\bar{W}_1$	$-\bar{W}_1$	$-\bar{W}_1$	$-\bar{W}_1$	$-\bar{W}_1$	$+\bar{W}_1$	$+\bar{W}_1$	$+\bar{W}_1$
2	+I	-I	-I	+I	-I	-I	+I	X_2	$+\bar{X}_2$	$-\bar{X}_2$	$-\bar{X}_2$	$+\bar{X}_2$	$-\bar{X}_2$	$-\bar{X}_2$	$+\bar{X}_2$	$\bar{W}_2$	$+\bar{W}_2$	$-\bar{W}_2$	$-\bar{W}_2$	$+\bar{W}_2$	$-\bar{W}_2$	$-\bar{W}_2$	$+\bar{W}_2$
3	-I	+I	-I	+I	-I	+I	-I	X_3	$-\bar{X}_3$	$+\bar{X}_3$	$-\bar{X}_3$	$+\bar{X}_3$	$-\bar{X}_3$	$+\bar{X}_3$	$-\bar{X}_3$	$\bar{W}_3$	$-\bar{W}_3$	$+\bar{W}_3$	$-\bar{W}_3$	$+\bar{W}_3$	$-\bar{W}_3$	$+\bar{W}_3$	$-\bar{W}_3$
4	+I	+I	-I	-I	+I	-I	-I	X_4	$+\bar{X}_4$	$+\bar{X}_4$	$-\bar{X}_4$	$-\bar{X}_4$	$+\bar{X}_4$	$-\bar{X}_4$	$-\bar{X}_4$	$\bar{W}_4$	$+\bar{W}_4$	$+\bar{W}_4$	$-\bar{W}_4$	$-\bar{W}_4$	$+\bar{W}_4$	$-\bar{W}_4$	$-\bar{W}_4$
5	-I	-I	+I	+I	+I	-I	-I	X_5	$-\bar{X}_5$	$-\bar{X}_5$	$+\bar{X}_5$	$+\bar{X}_5$	$+\bar{X}_5$	$-\bar{X}_5$	$-\bar{X}_5$	$\bar{W}_5$	$-\bar{W}_5$	$-\bar{W}_6$	$+\bar{W}_5$	$+\bar{W}_5$	$-\bar{W}_5$	$-\bar{W}_5$
6	+I	-I	+I	-I	-I	+I	-I	X_6	$+\bar{X}_6$	$-\bar{X}_6$	$+X_6$	$-\bar{X}_6$	$-\bar{X}_6$	$+\bar{X}_6$	$-\bar{X}_6$	$\bar{W}_6$	$+\bar{W}_6$	$-\bar{W}_6$	$+\bar{W}_6$	$-\bar{W}_6$	$-\bar{W}_6$	$+\bar{W}_6$	$-\bar{W}_6$
7	-I	+I	+I	-I	-I	-I	+I	X_7	$-\bar{X}_7$	$+\bar{X}_7$	$+X_7$	$-\bar{X}_7$	$-\bar{X}_7$	$-\bar{X}_7$	$+\bar{X}_7$	$\bar{W}_7$	$-\bar{W}_7$	$+\bar{W}_7$	$+\bar{W}_7$	$-\bar{W}_7$	$-\bar{W}_7$	$-\bar{W}_7$	$+\bar{W}_7$
8	+I	+I	+I	+I	+I	+I	+I	X_8	$+\bar{X}_8$	$+\bar{X}_8$	$+X_8$	$+\bar{X}_8$	$+\bar{X}_8$	$+\bar{X}_8$	$+\bar{X}_8$	$\bar{W}_8$	$+\bar{W}_8$	$+\bar{W}_8$	$+\bar{W}_8$	$+\bar{W}_8$	$+\bar{W}_8$	$+\bar{W}_8$	$+\bar{W}_8$
								$\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i$	$\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i$	$\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i$	$\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i$	$\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i$	$\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i$	$\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i$	$\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i$	$\sum_{i=1}^{8}\bar{W}_i$	$\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i$	$\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i$	$\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i$	$\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i$	$\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i$	$\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i$

Коэффициенты уравнения регрессии:

для содержания солей $x_к = b_0 + b_1x_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_4X_4 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{14}X_4X_4$;

вычисляют по уравнениям: $b_0 = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i}{8}$; $b_1 = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i}{8}$; $b_2 = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i}{8}$; $b_3 = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i}{8}$; $b_4 = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i}{8}$; $b_{12} = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i}{8}$; $b_{13} = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i}{8}$; $b_{14} = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{X}_i}{8}$;

для содержания воды $W_к = a_0 + a_1x_1 + a_2X_4 + a_3X_3 + a_4X_4 + a_{12}X_1X_2 + a_{13}X_1X_3 + a_{14}X_1X_4$;

вычисляют по уравнениям: $a_0 = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{W}_i}{8}$; $a_1 = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{W}_i}{8}$; $a_2 = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{W}_i}{8}$; $a_3 = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{W}_i}{8}$; $a_4 = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{W}_i}{8}$; $a_{12} = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{W}_i}{8}$; $a_{13} = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{W}_i}{8}$; $a_{14} = \frac{\sum_{i=1}^{8}\bar{W}_i}{8}$.

$$S^2_{(w)} = \frac{2\sum_{i=1}^{8}(w_i' - w_i)^2}{8}; \qquad (68а)$$

для содержания остаточных солей

$$S^2_{(x)} = \frac{2\sum_{i=1}^{8}(x_i' - \bar{x}_i)^2}{8}. \qquad (68б)$$

Проверяют однородность дисперсий по критерию Кохрена:

$$G_w = \frac{(w_i' - \bar{w}_i)^2_{max}}{\sum_{i=1}^{8}(w_i - \bar{w}_i)^2}; \qquad (69а)$$

$$G_x = \frac{(x_i' - \bar{x}_i)^2_{max}}{\sum_{i=1}^{8}(x_i' - \bar{x}_i)^2}, \qquad (69б)$$

где $(w_i' - \bar{w}_i)_{max}$ и $(x_i' - \bar{x}_i)^2$ – квадрат максимального отклонения от средних значений в опыте количества остаточной воды и солей, соответственно.

Вычисленное значение критерия Кохрена сравнивают с табличным $G_{табл} = 0{,}68$ для числа степеней свободы $f_1 = 1$ и $f_2 = 8$ при уровне значимости 0,05. Если G_w и G_x меньше $G_{табл}$, то дисперсии однородны. В противном случае необходимо повторение эксперимента согласно матрице планирования (см. табл. 23).

При однородности дисперсий находят среднюю квадратичную ошибку коэффициентов уравнений регрессии по уравнениям:

$$S(a_i) = \sqrt{\frac{S^2_w}{8 \cdot 2}} = \frac{1}{8}\sqrt{2\sum(w_i - \bar{w}_i)^2}; \qquad (70а)$$

$$S(b_i) = \sqrt{\frac{S^2_x}{8 \cdot 2}} = \frac{1}{8}\sqrt{2\sum(x_i - \bar{x}_i)^2} \qquad (70б)$$

и доверительные интервалы коэффициентов уравнений регрессии:

$$\Delta a_i = \pm t \cdot S(a_i), \qquad \Delta b_i = \pm t \cdot S(b_i), \tag{71}$$

где t – табличное значение критерия Стьюдента, равное 2,31 при числе степеней свободы $f = 8$ (степени свободы, с которой определяли дисперсию воспроизводимости) и уровне значимости $\alpha = 0,05$.

Сравнивают коэффициенты уравнений регрессии с доверительным интервалом и, если абсолютное значение коэффициента больше, чем доверительный интервал, т.е. $|a_i| > \Delta a_i$ и $|b_i| > \Delta b$, то коэффициент значим. Коэффициенты, абсолютное значение которых меньше доверительного интервала, отбрасывают как незначимые. Получают скорректированное интерполяционное уравнение регрессии.

Проверяют скорректированные уравнения на адекватность, для чего по ним вычисляют количества остаточной воды $\hat{w}_i$ и солей $\hat{x}_i$ при условиях, соответствующих матрице планирования (см. табл. 23), и находят дисперсию адекватности по уравнениям:

$$S^2_{wad} = \frac{2\sum_{i=1}^{8}(\bar{w}_i - \hat{w}_i)^2}{N - \mathcal{L}}; \tag{72а}$$

$$S^2_{xad} = \frac{2\sum_{i=1}^{8}(\bar{x}_i - \hat{x}_i)^2}{N - \mathcal{L}}, \tag{72б}$$

где N – число опытов в матрице ($N = 8$);

$\mathcal{L}$ – число значимых коэффициентов в уравнении регрессии.

Вычисляют критерий Фишера по уравнениям:

$$F_w = \frac{S^2_{wad}}{S^2(w)}; \qquad F_x = \frac{S^2_{xad}}{S^2(x)}, \tag{73}$$

где дисперсия воспроизводимости содержания остаточной воды $S(w)$ и солей $S(x)$ определена по уравнениям (68а) и (68б).

Если расчетные значения F_w и F_x критерия Фишера не превышают табличных (приложение 7) при числе степеней свободы $f = N - d$ и $N = 8$ для уровня значимости $d = 0,05$, то модель адекватна.

В случае неадекватности модели повторяют эксперимент, согласно матрице планирования опыта (см. табл.23), более точно определив уровни варьирования параметров, до получения адекватного уравнения.

5.4.9.4. Полученные скорректированные интерполяционные уравнения, проверенные на адекватность, используют для оценки параметров процесса электрообессоливания. При этом используют прием, приведенный в пп. 4.2.5.1 и 4.2.5.2.

ПРИЛОЖЕНИЯ

ПРИЛОЖЕНИЕ I

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ ИСКУССТВЕННОЙ ЭМУЛЬСИИ ВОДЫ В НЕФТИ

I. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

I.I. Методика предназначена для приготовления искусственной эмульсии воды в нефти, пригодной для лабораторных исследований по технологии обезвоживания и обессоливания, при испытании и подборе деэмульгаторов для промысловой подготовки нефти, изучения состава и свойств природных стабилизаторов нефтяных эмульсий.

I.2. Сущность методики заключается в перемешивании в механической мешалке с устойчивым и контролируемым режимом нефти и пластовой воды в стандартных условиях, обеспечивающих высокую воспроизводимость агрегатичной и кинетической устойчивости эмульсии воды в нефти.

2. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

2.I. Термостатируемая мешалка со счетчиком оборотов вала мешалки.

2.I.I. Мешалка имеет следующую конструкцию (рис. П.I.I): на массивной стальной плите-основании 9 размером 400х250х20 мм установлена стойка-направляющая I2 с пазом прямоугольного сечения. По стойке крепится на кронштейне I7 электродвигатель I типа *LR* -40 мощностью I30 Вт (производство ГДР)с регулируемым числом оборотов или коллекторный двигатель серии УЛМ отечественного производства мощностью I20-300 Вт. В этом случае регулирование числа оборотов осуществляется изменением напряжения, подаваемого двигателю с помощью лабораторного автотрансформатора типа ЛАТР-2.

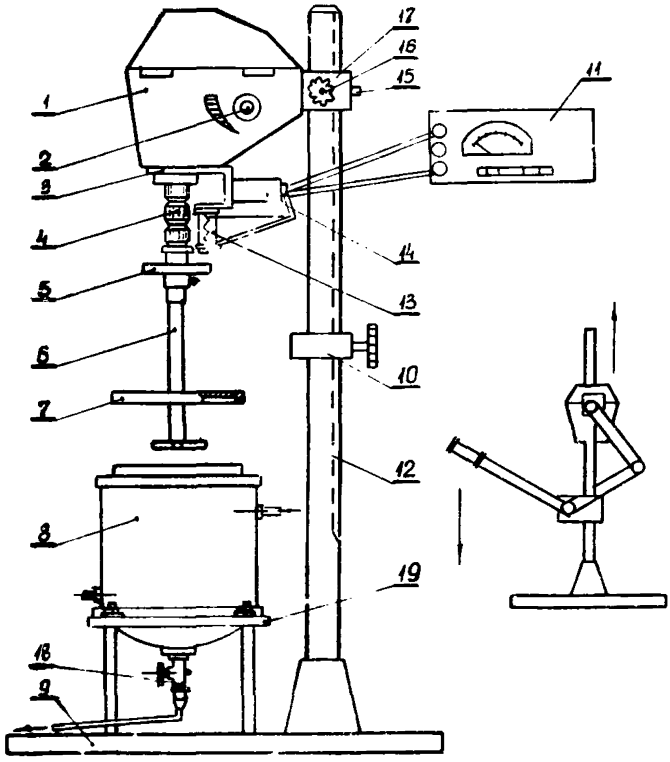


Рис. П.I.I. Мешалка для приготовления искусственной эмульсии:
I-электродвигатель; 2-регулятор числа оборотов; 3-кронштейн крепления датчика; 4-зажим цанговый; 5-диск датчика; 6-вал с лопастями; 7-крышка стакана; 8-стакан с термостатированной рубашкой; 9-плита-основание; I0-втулка-упор; II-частотомер; I2-стойка-направляющая; I3-катушка датчика числа оборотов; I4-конденсатор фильтра помех; I5-штифт направляющий; I6-винт-фиксатор; I7-кронштейн крепления электродвигателя; I8-штуцер; I9-кольцо

В кронштейн крепления двигателя ввернут направляющий штифт I5 , скользящий в пазу стойки I2 , что обеспечивает фиксацию положения оси двигателя в горизонтальной плоскости. Кронштейн с двигателем закрепляется на стойке I2 с помощью винта I6 . На вал двигателя посажен цанговый зажим 4 , в который вставлен вал (6) мешалки турбинного типа. Вал и мешалка показаны на рис.П.I.2. На стойке (I2) также находится упорная втулка I0 , положение которой по высоте регулируется. Втулка-упор фиксирует положение турбинки мешалки по вертикали и обеспечивает необходимую высоту ее расположения над дном стакана мешалки 8..

Вал мешалки 6 и цанговый зажим 4 должны обеспечить отсутствие биения турбинки при вращении с числом оборотов 5000 об/мин. Стакан мешалки (рис.П.I.2) с полусферическим днищем имеет стандартное соотношение основных размеров: диаметр стакана $Д$; высота жидкости Н/Д = I; диаметр мешалки $d_м$= Д/3; ширина лопатки $b = \frac{d_м}{5}$; длина отражательной перегородки $l \geq 2\,d_м$, ширина перегородки В = Д/I0; высота мешалки от дна стакана $h_м = d_м$; радиус полусферического днища R = Д/I,5; число лопаток z = 4; число перегородок y = 4.

Стакан имеет термостатируемую рубашку, через которую циркулирует вода от термостата типа ТС. Стакан закрыт крышкой 7 с отверстиями для прохода вала мешалки и для залива нефти и воды. В днище стакана имеется штуцер I8 с краном для слива приготовленной эмульсии. Стакан с помощью фиксирующих винтов закреплен на кольце I9 , установленном на трех стойках на плите-основании 9 . Расположение стоек и кольца на плите должно обеспечить соосность вала мешалки и стакана.

2.I.2. Счетчик оборотов мешалки состоит из датчика импульсов I3 и частотомера II типа Ф 433/3. Датчик импульсов выполнен из алюминиевого диска 5 с впрессованными по радиусу

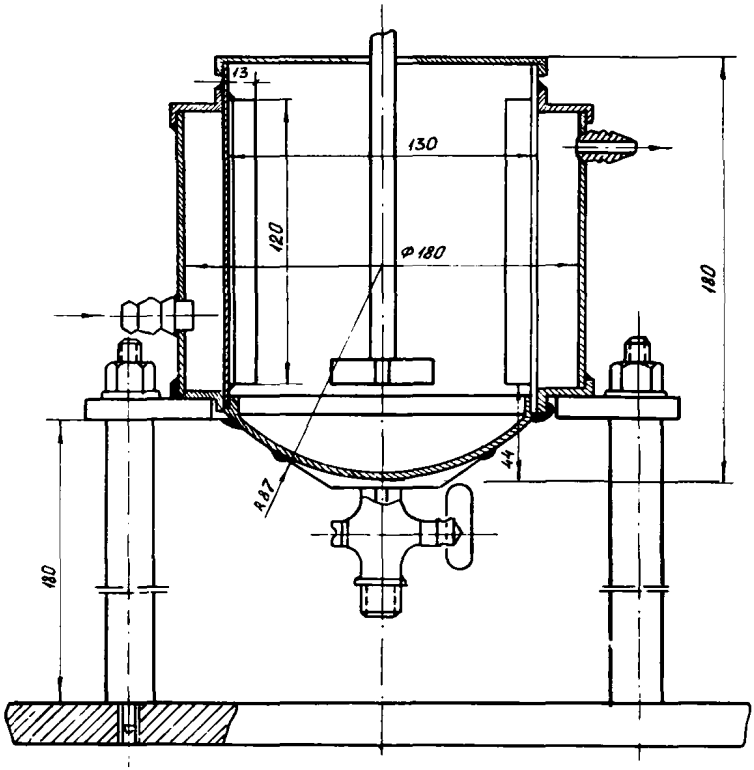


Рис. 1.1.2. Стакан с термостатируемой рубашкой.
материал - латунь и медь δ^2, мм

постоянными магнитами и катушки с сердечником I3 . Диск посажен на вал мешалки и при его вращении магнит, проходя вблизи сердечника катушки, наводит в ней эдс. Для устранения высокочастотных помех, создаваемых коллекторным электродвигателем, параллельно катушке подключен конденсатор I4 типа МБМ 20 мкФх250 В. Число оборотов рассчитывается по формуле

$$n = \frac{60f}{m}, \qquad (\text{П.I.I})$$

где n – число оборотов в минуту вала мешалки;

f – частота, измеренная по частотомеру, Гц;

m – количество магнитов, впрессованных в диск.

Примечание. Возможно использование для измерения числа оборотов мешалки других тахометров.

2.2. Термостат.

2.3. Микроскоп с фотонасадкой.

2.4. Секундомер.

2.5. Лупа измерительная(ГОСТ 8309–57).

2.6. Лабораторная посуда:

цилиндры мерные объемом 500,I000 (ГОСТ I770–74);

пипетка объемом I00 мл (ГОСТ 2I5–57);

стеклянные палочки;

предметные стекла;

термометры;

бюксы объемом I0 мл.

2.7. Реактивы:

масло МС–20;

стабилизатор обратных эмульсий (эмульгал или др.);

фильтры "синяя лента";

бензин.

3. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ НЕФТИ И ПЛАСТОВОЙ ВОДЫ

3.1. Для приготовления воспроизводимой искусственной эмульсии используют безводную нефть и пластовую воду, отобранные из одного и того же продуктивного пласта, являющегося типичным для данного нефтяного района (месторождения).

Примечание. При отсутствии проб пластовой воды с того же пласта, что и проба нефти, используют пластовую воду аналогичных геологических горизонтов других месторождений данного нефтяного района. При отсутствии таких проб воды, в крайнем случае, используют искусственную пластовую воду, растворяя в дистиллированной воде соответствующие соли, выдерживая солевой состав пластовой воды и ее pH.

3.2. Пластовую воду отбирают в пластмассовую или стеклянную емкость и хранят под слоем нефти для предотвращения контакта с воздухом и окисления кислородом воздуха неустойчивых соединений.

3.3. Срок хранения проб нефти и пластовой воды не должен превышать I месяц.

4. ПРИГОТОВЛЕНИЕ ЭМУЛЬСИИ

4.1. Для приготовления нефтяной эмульсии заданной обводненности $W_{исх}^{ГОСТ}$, %, определяемой по ГОСТ 2477-65, пересчитывают массовое содержание воды на объемное содержание пластовой воды % по уравнению.

$$W^{об} = \frac{100}{1 + \frac{100 - g_{масс} - W^{масс}}{W^{масс}} \cdot \frac{d_в}{d_н}}, \qquad (П.1.2)$$

где $d_в$ и $d_н$ – плотность воды и нефти при 20°С, кг/м³;

$g_{масс}$ – содержание солей в пластовой воде ("сухой остаток"), % масс.

4.2. В термостатируемой рубашке мешалки циркулируют воду от термостата с температурой 20 ± 0,5°С. Исходя из объема стакана мешалки и заданного содержания пластовой воды в эмульсии ($W^{об}$, % объем.) в мешалку заливают необходимые объемы нефти и пластовой воды, отмеренные измерительным цилиндром. Выдерживают нефть и воду в мешалке до установления температуры 20±0,5°С, после чего включают двигатель и перемешивают жидкости в течение 15 мин при числе оборотов, обеспечивающих необходимую дисперсность эмульсии. По окончании перемешивания двигатель останавливают и эмульсию сливают через нижний кран стакана.

Примечание. Нефть, содержащую более 3% парафина (с $t_{засг} \geqslant 20°С$), перед приготовлением эмульсии подвергают термической обработке. Для этого пробу нефти в количестве, достаточном для приготовления эмульсии, наливают в емкость, снабженную обратным холодильником и термометром, нагревают в бане до температуры, равной пластовой температуре, но не выше 80°С, выдерживают при этой температуре 15 мин, затем извлекают из бани и выдерживают при 20°С до охлаждения.

5. УСТАНОВЛЕНИЕ ИНТЕНСИВНОСТИ (ЧИСЛА ОБ/МИН) ПЕРЕМЕШИВАНИЯ НЕФТИ И ПЛАСТОВОЙ ВОДЫ, ОБЕСПЕЧИВАЮЩЕЙ ЗАДАННУЮ ДИСПЕРСНОСТЬ ЭМУЛЬСИИ

5.1. Приготавливают, как описано в п. 4, два образца эмульсии заданной обводненности. Один образец при частоте вращения мешалки n 1000 об/мин, другой - 3000 об/мин.

5.2. Определяют средний объемный диаметр $d_{об}$, мкм, капель воды в образцах эмульсии, полученных (см. п. 5.1) с помощью микрофотографирования (см.п.6) или седиментационным методом.

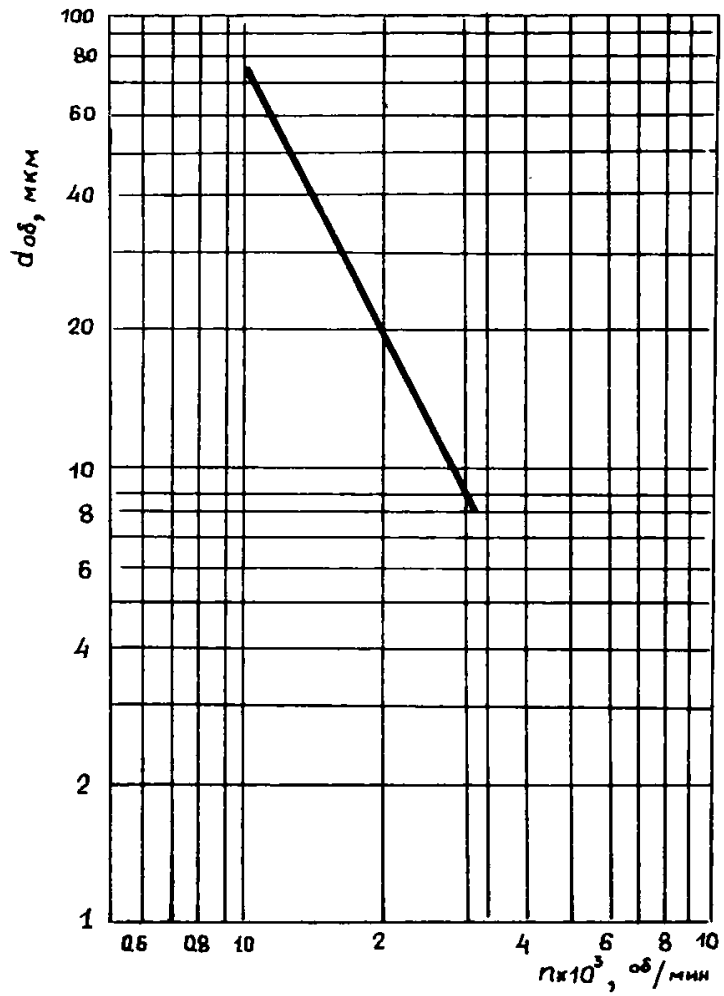


Рис. П.I.3. Нахождение значения частоты вращения мешалки, обеспечивающей получение эмульсии с $d_{об.} = 6–8$ мкм

5.3. Наносят в логарифмической системе координат значения $d_{об}$ против n, полученные в п.5.2, и проводят прямую линию через две точки на графике. Заданную дисперсность представляют средним объемным диаметром $d_{ср}$, мкм, капель эмульсии. Находят на графике $lg d_{об} - lg n$ для ординаты $lg d_{ср}$ значение абсциссы $lg n_э$, по которой определяют необходимую частоту вращения мешалки $n_э$, об/мин.

Пример I. Значения объемного диаметра капель эмульсии Речицкого месторождения при n = I000 и 3000 об/мин равны, соответственно, 76 и 8,6 мкм. Согласно рис.П.I.3, для получения эмульсии с $d_{об}$ = 7 мкм частота вращения мешалки должна быть равна 3250 об/мин.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИСПЕРСНОСТИ НЕФТЯНЫХ ЭМУЛЬСИЙ ТИПА НЕФТЬ В ВОДЕ

Определение дисперсности нефтяных эмульсий проводится для капель воды, имеющих диаметры от I00 до I мкм. Исследуемые эмульсии могут быть как природные, промысловые, так и полученные в лаборатории искусственно.

6.I. Подготовка пробы к микрофотографированию.

Оптимальной концентрацией водной фазы для микрофотографирования является I0–20% (обводненность определяется по ГОСТ 2477–65). Если обводненность эмульсии выше этого предела, необходимо разбавить эмульсию безводной нефтью.

Подготовку эмульсии к микрофотографированию можно провести также следующим образом. В бюкс емкостью I0 мл отмеривают I мл масла МС–20 и вносят в него 5–6 капель свежеприготовленной 50%-ной эмульсии. В течение I5 с перемешивают палочкой эмульсию с маслом.

Примечание. Если при приготовлении эмульсии замечают ее разрушение, то в используемое масло добавляют стабилизатор эмульсии обратного типа, например, эмультал в

количестве 1–2 весовых процента. Для стабилизации эмульсии можно использовать также гудрон, выделенный из высокосмолистой нефти. Гудрон растворяют в толуоле и смешивают с вазелиновым маслом в весовом соотношении 2:1:4 соответственно.

6.2. Микрофотографирование

Приготовленный препарат эмульсии наносят на пластинку из оргстекла и сразу же производят фотографирование 3-х полей эмульсии под микроскопом. Следующим кадром снимается объект-микрометр для проходящего света при том же увеличении. Эмульсию с диаметром капель более 20 мкм рекомендуется снимать при кратности увеличения 50^X; от 20 до 5 мкм – при 200^X; от 5 до 2 мкм – при $400–500^X$ и менее 2 мкм – при $700–800^X$. Общее число капель с замененными размерами должно быть не менее 2000–3000.

6.3. Обработка результатов.

Выбирают пределы диаметров капель на фотографии для фракций в миллиметрах, подсчитывают средний диаметр капель каждой фракции D_i в миллиметрах. Затем считают количество капель воды, входящих в каждую фракцию n_i. По изображению на фотографии объект-микрометра находят кратность увеличения C и рассчитывают фактический средний диаметр капель в микрометрах во фракции d_i по уравнению

$$d_i = \frac{D_i \cdot 10^3}{C},$$

Находят объем средней капли во фракции V_i' по уравнению

$$V_i' = \frac{\pi \cdot d_i^3}{6}$$

и объем всех капель воды в каждой фракции

$$V_i = V_i' \cdot n_i,$$

Затем находят процентное содержание капель воды в каждой фракции q_i, %, по уравнению

$$q_i = \frac{V_i}{\sum_i V} \cdot 100\%;$$

Таблица II.I.I

Расчет дисперсности для эмульсии алакаевской нефти, содержание воды 20% (увеличение 444^{x})

№ фракции i	Пределы фракции, мм	Средний диаметр капель фракции d_i, мм	d_i, мкм	Среднее из 3-х фотографий количество капель n_i, шт	Объем капли со средним диаметром $V_i' V_i'$, $мкм^3$	Объем фракции со средним диаметром $V_i' V_i$, $мкм^3$	Массовое содержание фракций q_i, %	Соотношение, %/мкм $\frac{q_i}{\Delta d_i}$	$\frac{q_i}{d_i}$	Средний объемный диаметр капель $d_{об}$, мкм	Удельная поверхность $S_{уд}$, $\frac{1}{м}$
I	I	0,5	I,I	654	I,4	920,2	0,33	0,I4	0,29		
2	I-2	I,5	3,4	662	38,3	25336,2	9,09	4,05	2,69		
3	2-3	2,5	5,6	57I	I77,5	I0I354,9	36,37	I6,I6	6,47	6,3	945600
4	3-4	3,5	7,9	2I0	487,4	I02363,0	36,75	I6,32	4,65		
5	4-5	4,5	I0,I	36	I036,5	373II,6	I3,39	5,95	I,32		
6	5-6	5,5	I2,4	6	I892,8	II356,9	4,07	I,8I	0,34		
Σ	-	-	-	2I39	-	278642,8	I00,0	-	-		

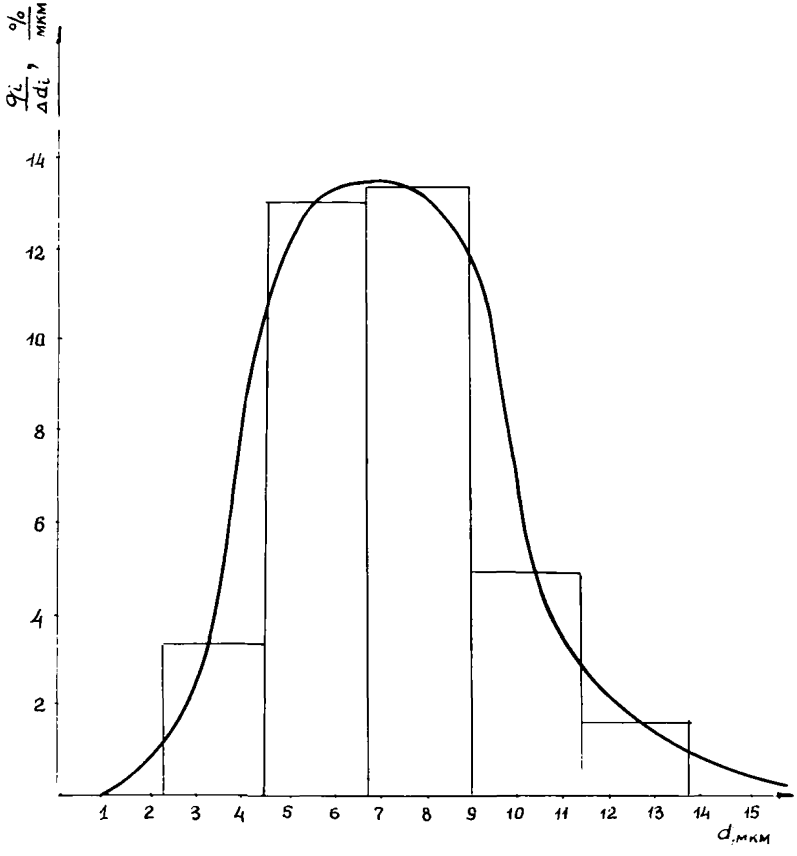


Рис. П.I.4. Дифференциальная кривая распределения

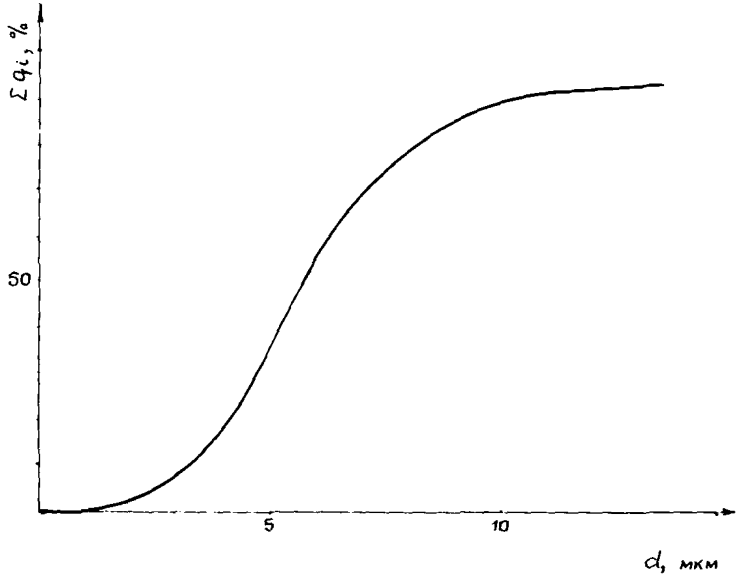


Рис. П.I.5. Интегральная кривая распределения

средний объемный диаметр капель эмульсии по уравнению

$$d_{об} = \sqrt[3]{\frac{6}{\pi} \cdot \frac{\sum_{i=1}^{n} v_i}{\sum_{i=1}^{n} n_i}};$$

удельную поверхность полученной эмульсии по уравнению

$$S_{уд} = 6 \cdot 10^{4} \sum_{i=1}^{N} \frac{q_i}{d_i} \left(\frac{1}{м}\right),$$

где N – число фракций.

Исходные данные, а также результаты вычислений заносят в таблицу. По результатам графы 9 табл. П.I.I можно построить дифференциальную кривую распределения по размерам капель в координатах $\frac{q_i}{\Delta d_i} - d_i$ (рис.П.I.4), а по результатам столбца 8-интегральную кривую распределения в координатах $\Sigma q_i - d_i$ (рис.П.I.5).

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

ИССЛЕДОВАНИЕ СОСТАВА ПОТЕНЦИАЛЬНЫХ СТАБИЛИЗАТОРОВ НЕФТЕЙ

Настоящая методика преследует цель-наиболее полно разделить потенциальные стабилизаторы нефтей, комбинируя методы экстракционного разделения на малополярных адсорбентах и силикагеле с низкотемпературной кристаллизацией.

I.I. Аппаратура и реактивы

Мерный цилиндр на I000 мл с НШ-29 - I шт.

Круглодонная колба с длинным горлом емкостью I000 мл - I шт.

Стакан химический на I50-250 мл - I шт.

Пальчиковый холодильник - I шт.

Воронка Бюхнера и колба Бунзена - I комплект.

Вакуумный или водоструйный насос - I шт.

Водяная баня - 6 шт.

Колбы плоскодонные объемом 3-5 л - 4 шт.

Фарфоровая чашка № 3-4 - I шт.

Круглодонные короткогорлые колбы с НШ-29 емкостью I л - 4 шт.

Холодильники Либиха - 4 шт.

Алонжи - 4 шт.

Экстрактор-насадка - I шт.

Воздушный холодильник на 60-70 см - I шт.

Аппараты для экстракции (Сокслетта) емкостью 500 мл - 4-7 шт.

Колбы конические емкостью на 750-I000 мл - 2 шт.

Кристаллизатор толстостенный или чашка с обручами на 250 мм - I шт.

Колба грушевидная с НШ-I4,5 и с пробкой емкостью 250 мл - I шт.

Колбы плоскодонные емкостью 100 мл – 7 шт

Секундомер – 1 шт

Колбонагреватели – 7 шт

Электроплитки закрытого типа – 6 шт

Реактивы:

Фильтры "синяя лента" и "черная лента".

Изопропиловый спирт, чда – 5 л

Петролейный эфир 40–70 – 4 л

Петролейный эфир 70–100– 3,5 л

Бензол, чда – 5,5 л

Спирт гидролизный – 1 л

Эфир серный, чда – 1 л

Силикагель активированный марки КСК – 1,5 кг.

1.2. Проведение исследований

1.2.1. Выделение гудрона

Во взвешенную колбу емкостью 1000 мл при температуре 20°С наливают 500 мл ацетон-метанольной смеси в соотношении 4:1 по объему и при непрерывном перемешивании вводят 50 г нефти, взятой для разделения. При этом в ацетон-метанольный раствор переходят все легкие углеводороды (легкое масло) и часть высокополярных компонентов. Тяжелая асфальто-смолисто-парафиновая часть (гудрон) в ацетон-метаноле быстро коагулирует и осаждается на дне и стенках колбы в виде густой черной массы. После 10–15-минутной выдержки системы экстракт легких масел в ацетон-метанольном растворе сливают через обычный фильтр в делительную воронку на 1000 мл.

Гудрон дважды промывают порциями по 50–100 мл исходной ацетон-метанольной смесью, которая также сливается через фильтр в делительную воронку. Остатки ацетон-метанольной смеси отпаривают на водяной бане, а затем высушивают путем пропускания через колбу при температуре 60°С в течение 10 мин тока инерт-

ного газа (N_2, CO_2 и других). Затем колбу с гудроном взвешивают и рассчитывают содержание гудрона по формуле

$$X_Г = \frac{a}{A} 100,$$

где $X_Г$ – содержание гудрона, %;

a – масса гудрона, г;

A – масса нефти, взятой на разделение, г.

Если при сливании ацетон-метанольного раствора легких масел на фильтр попадает гудрон, то после окончания фильтрования последний переносят горячим бензолом в тарированную колбочку объемом на 100 мл и также высушивают до постоянной массы.

Легкие масла выделяются в свободном виде из ацетон-метанольного раствора в делительной воронке путем добавления в раствор равного объема 10%-ного водного раствора хлористого натрия. При этом необходимо следить, чтобы после расслаивания системы нижний слой был прозрачным и бесцветным, это говорит о полном извлечении из раствора всех углеводородов нефти, в том числе поверхностно-активных веществ (ПАВ), содержащихся в нефти.

В том случае, когда необходимо отдельно выделить полярные компоненты (ПАВ) нефти, извлечение масел из ацетон-метанольного экстракта следует проводить не 10%-ным водным раствором хлористого натрия, а дистиллированной водой. При этом поверхностно-активные вещества остаются в водно-ацетон-метанольном растворе.

Растворитель отгоняют, а затем отпаривают на водяной бане до наиболее полного его удаления.

В том и другом случае выделенные легкие масла дважды промывают от следов раствора ацетон-метанола равным объемом дистиллированной воды. Легкие масла сушат свежепрокаленным хлористым кальцием.

Процентное содержание легких масел в нефти определяют по разности (100–X), где X – процентное содержание гудрона в нефти.

1.2.2. Экстракционное разделение гудрона

Навеску гудрона, выделенного ацетон–метанольным методом и высушенного до постоянной массы, 3–4 г взвешивают на технических весах в стакане с точностью до 0,01 грамма. Гудрон растворяют до полного растворения в 50 мл бензола. Раствор переносят количественно в выпарительную фарфоровую чашку № 5–6. Затем бензольный раствор гудрона наносят на плотную фильтровальную бумагу размером 10x10 см. Весь процесс нанесения раствора гудрона на фильтровальную бумагу выполняют в вытяжном шкафу. Листы фильтровальной бумаги с нанесенным на них гудроном разрезают на мелкие квадраты, примерно 2x2 см, и помещают в колбу–экстрактор емкостью 1 л, снабженную обратным холодильником.

В колбу–экстрактор заливают 250–350 мл смеси изопропилового спирта с 10% петролейного эфира и на кипящей водяной бане при периодическом встряхивании содержимое в экстракторе доводят до кипения. Экстрагирование кипящей смесью производят в течение 10 мин, после чего экстракт фильтруют под вакуумом через воронку Бюхнера, снабженную обычным бумажным фильтром. В колбу–экстрактор вновь вводят свежую порцию изопропилового спирта с петролейным эфиром. Таким образом, проводят шесть экстракций кипящей смесью до получения бесцветного экстракта. Все экстракты из колбы Бунзена объединяют, смесь изопропанола с петролейным эфиром отгоняют на водяной бане из круглодонной колбы емкостью 1 л, максимально удаляя растворитель. Оставшийся в перегонной колбе продукт количественно переносят горячим бензолом в тарированную колбочку емкостью 100 мл. Растворитель от продукта вначале отгоняют на водяной бане, а затем испаряют на водяной бане до полусухого состояния (после часовой сушки на водяной бане масса продукта изменяется на 0,1–0,2 г).

После чего остаток, именуемый масляно-парафиновой фракцией, сушат до постоянной массы в вакуум-сушильном шкафу при температуре 70°С. Высушенный до постоянной массы продукт поступает для дальнейшего деления на масла, парафины и ПАВ.

После завершения этой операции в колбу-экстрактор заливают 250-300 мл петролейного эфира ($t_{кип}$ = 40-70°) для извлечения смол. Экстракцию петролейным эфиром проводят не менее 5 раз, а фильтрацию, отгонку и сушку продукта производят методом, описанным выше.

После завершения экстракции смол растворителю дают полностью стечь на фильтр воронки Бюхнера, затем в колбу-экстрактор заливают 250-350 мл бензола. Экстракцию асфальтенов I проводят кипящим бензолом и завершают после получения прозрачного экстракта. Остаток с фильтровальной бумаги снимают смесью изопропилового спирта с бензолом в соотношении I:I. Полученные экстракты отгоняют на водяной бане, продукты - асфальтены I и II - из отгонной колбы количественно переносят в тарированные колбочки, дополнительно отгоняют растворитель и сушат под вакуумом при температуре 60°С до постоянной массы.

Для всех полученных продуктов рассчитывают выход по формуле

$$X_n = \frac{a \cdot 100}{c}, \quad \% \text{ масс.},$$

где a - масса продуктов после сушки в вакуум-сушильном шкафу, г;

C - навеска гудрона, взятого на экстракционное разделение, г.

I.2.3. Экстракционное разделение масляно-парафиновой фракции

Навеску (приблизительно 3 г), высушенной до постоянной массы масляно-парафиновой фракции (снятой смесью изопропанола и петролейного эфира), разбавляют в колбе на I л 40-кратным количест-

вом петролейного эфира ($t_{кип}$ = 40–70°) и отстаивают в темном месте 16–20 ч. Отстоявшийся раствор петролейного эфира осторожно фильтруют через фильтр "синяя лента". Затем осадок возможно полнее переносят на фильтр и промывают чистым петролейным эфиром ($t_{кип}$ = 40–70°) до тех пор, пока эфир не станет совершенно прозрачным и после его испарения на фильтровальной бумаге не будет оставаться масляного пятна. Фильтр с продуктом, называемым ПАВ–I, сворачивают и помещают в экстрактор–насадку с воздушным холодильником для снятия ПАВ–I, для чего в колбу экстрактора наливают 100 мл бензола. Экстракционный аппарат помещают в водяную баню и экстрагируют до тех пор, пока не растворятся все ПАВ–I и бензол, стекающий в колбу, не станет бесцветным. После экстрагирования избыток бензола отгоняют из той же колбы через холодильник Либиха. Полученный продукт переносят количественно в тарированную колбу емкостью на 100 мл и доводят до постоянной массы под вакуумом при температуре 60–70°С.

Содержание ПАВ–I (хрупкий блестящий черно–коричневого цвета продукт) рассчитывают по формуле

$$У_{пав-I} = \frac{В_{пав-I} \cdot 100}{G_I}, \% \text{ масс},$$

где $В_{пав}$ – масса ПАВ–I, доведенная до постоянной массы, г;

G_I – навеска масляно–парафиновой фракции, г

Фильтрат, полученный после фильтрования и промывки ПАВ–I, помещают в колбу Эрленмейера емкостью 750 мл; от фильтрата отгоняют петролейный эфир на водяной бане до получения 200 мл общего объема. В эту же колбу с раствором остатка масляно–парафиновой фракции добавляют 100–кратное (по отношению к навеске фракции) количество силикагеля. Смесь загружают в экстрактор прибора Сокслетта. Дно экстрактора предварительно закрывают ватой так, чтобы она прикрывала отверстие сифонной трубки. Затем кол-

бу, где находился раствор продукта в петролейном эфире, ополаскивают несколько раз петролейным эфиром и промывную жидкость вливают в экстрактор, доводя общий объем раствора до 2/3 объема экстракционной колбы. После этого к экстрактору присоединяют шариковый холодильник. Все съемные пришлифованные части должны плотно входить друг в друга. Экстракцию проводят на колбонагревателе закрытого типа.

Извлечение масляно-парафиновых углеводородов считается законченным, когда эфир, стекающий из трубки экстрактора, не станет совершенно бесцветным. Обычно на это требуется 3-4 рабочих дня, при скорости стекания эфирного конденсата с конца холодильника до 3-4 капель в секунду. После того как из адсорбента извлечены масляно-парафиновые углеводороды, процесс экстракции прекращают, аппарат охлаждают, растворитель, оставшийся в экстракторе, весь переводят в колбу, а затем петролейно-эфирный раствор масляно-парафиновых углеводородов из экстракционной колбы переливают в перегонную колбу, а в экстракционную колбу заливают спирто-бензол I:3 по объему для извлечения ПАВ-2. Количество спирто-бензола должно быть равно количеству петролейного эфира, взятого для извлечения масляно-парафиновых углеводородов.

Процесс экстракции спирто-бензолом ведут так же, как и в случае экстракции петролейным эфиром (4-6 ч).

От полученного спирто-бензольного раствора ПАВ-2 отгоняют растворитель на водяной бане, продукт из разгонной колбы количественно переносят в тарированную колбочку, смывая остатки продукта бензолом. Затем избыток бензола упаривают на водяной бане до уменьшения массы на 0,I-0,2 грамма, после чего доводят до постоянной массы в вакуум-сушильном шкафу при температуре 60-70°С.

Процентное содержание ПАВ-2 вычисляют по формуле

$$У_{пав-2} \neq \frac{К_{пав-п} \cdot 100}{а_I}, \%$$

где $К_{пав-п}$ – масса ПАВ-П, г;

$а_I$ – навеска масляно-парафиновой фракции, г

В дальнейшем фракции ПАВ-I и ПАВ-2 объединяют, смывая остатки продукта бензолом, и вторично доводят до постоянной массы.

Из раствора масляно-парафиновых углеводородов отгоняют возможно полнее петролейный эфир на закрытом колбонагревателе. Полученные полужидкие углеводороды полностью используют для определения содержания парафина и масел. Для этого всю полученную навеску масляно-парафиновых углеводородов растворяют в небольшом количестве (5–6 мл) изопропилового спирта (для полного растворения можно даже немного подогреть), количественно переносят в грушевидную колбу емкостью 250 мл, туда же добавляют серный эфир в количестве 100 мл, после чего колбу с раствором помещают в охлаждающую смесь (смесь льда с поваренной солью) при температуре $-10^{\circ}С$ на 1 ч и периодическом перемешивании круговым движением.

При этом выпадают хлопья парафина, которые как можно быстрее необходимо отфильтровать под вакуумом через плотный фильтр, уложенный на воронку Бюхнера, при этом колба и воронка для фильтрования помещаются в охлажденную баню. Осадок на фильтре промывают охлажденным серным эфиром, причем предварительно промывают грушевидную колбу, а потом осадок на фильтре. Парафин промывается охлажденным эфиром до полного удаления желтых масляных пятен с фильтра. Если отфильтрованный раствор масел в колбе Бунзена окажется мутным, то кристаллизацию повторяют вторично. Эфир от масел отгоняют на теплой водяной бане из тарированной колбочки емкостью 100 мл и доводят до постоянной массы под вакуумом при температуре $60^{\circ}С$.

После завершения промывки парафина фильтр сворачивают и помещают в экстрактор-насадку с воздушным холодильником для снятия парафина. В колбу-экстрактор заливают 100 мл бензола и экстрагируют до тех пор, пока бензол, стекающий в колбу, не станет бесцветным. Избыток бензола из колбы-экстрактора отгоняют на водяной бане, затем парафин для доведения его до постоянной массы переводят осторожно в тарированный стаканчик для взвешивания или в маленький тигель № I.

Процентное содержание парафина и масел рассчитывают по формуле

$$У_м = \frac{К_м \cdot 100}{а_I}, \quad \%;$$

$$У_п = \frac{К_п \cdot 100}{а_I}, \quad \% \ ,$$

где $К_м$ - масса полученного масла, г;

$К_п$ - масса полученного парафина, г;

$а_I$ - навеска масляно-парафиновой, г

I.3. Пересчет содержания потенциальных стабилизаторов на исходную нефть

I.3.I. Содержание гудрона

$$У_г = Х_г, \qquad (П.2.Iа)$$

I.3.2. Содержание смол

$$У_с = \frac{Х_г \cdot Х_с}{100}, \quad \% \text{ масс.} \qquad (П.2.Iб)$$

I.3.3. Содержание асфальтенов

$$У_а = \frac{Х_г(Х_{а-1} + Х_{а-2})}{100}, \quad \% \text{ масс.} \qquad (П.2.Iв)$$

I.3.4. Содержание ПАВ

$$У_{пов} = \frac{Х_г \cdot Х_{мп}(У_{мас-1} + У_{мас-2})}{100 \cdot 100}, \% \text{ масс.} \qquad (П.2.Iг)$$

I.3.5. Содержание парафина

$$g_п = \frac{x_г \cdot x_{мп} \cdot y_п}{100 \cdot 100}, \quad \% \text{ масс.} \qquad (П.2.Iд)$$

I.3.6. Содержание масел

$$g_м = \frac{x_г \cdot x_{мп} \cdot y_м}{100 \cdot 100}, \quad \% \text{ масс.} \qquad (П.2.Iе)$$

где $x_г$ – содержание гудрона в нефти; $x_с$ – содержание смол в гудроне; $x_{а-1}$ и $x_{а-2}$ – содержание асфальтенов I и II в гудроне; $x_{мп}$ – содержание масляно-парафиновой фракции в гудроне; $y_{ПАВ-I}$ и $y_{ПАВ-2}$ – содержание ПАВ-I и ПАВ-2 в масляно-парафиновой фракции; $y_п$ и $y_м$ – содержание, соответственно, парафина и масел в масляно-парафиновой фракции.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

МЕТОДИКА ПЕРЕМЕШИВАНИЯ НЕФТЯНОЙ ЭМУЛЬСИИ С РЕАГЕНТОМ-ДЕЭМУЛЬГАТОРОМ ПРИ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ ПРОЦЕССОВ ПРОМЫСЛОВОЙ ПОДГОТОВКИ НЕФТИ

I.I. Перемешивание реагента с эмульсией при промысловой подготовке нефти, включающей предварительное обезвоживание, глубокое обезвоживание и обессоливание нефти, происходит, в случае подачи реагента в системе сбора:

в нефтесборных коллекторах и нефтепроводах, транспортирующих нефть на ЦПС;

в сепараторах при разгазировании нефти на первой ступени сепарации;

в насосах ДНС;

в случае же подачи реагента на установках подготовки нефти-на ЦПС:

при разгазировании нефти на второй ступени сепарации;

в коммуникациях, в том числе и в специальных массообменных секциях каплеобразователя;

в теплообменной аппаратуре;

в насосах, прокачивающих нефть через установку;

в специальных смесителях.

I.2. Перемешивание введенного в эмульсию реагента и доведение его до капель эмульгированной воды обеспечивается турбулентным характером потока эмульсии. Увеличение турбулентности должно приводить к более быстрому и полному контактированию реагента с каплями эмульгированной воды. Однако чрезмерное увеличение интенсивности перемешивания может вызвать дополнительное диспергирование капель эмульгированной воды и повышение устойчивости эмульсии.

I.3. Интенсивность турбулентного движения жидкости может быть охарактеризована:

средней квадратичной пульсационной скоростью;

или

средней диссипацией энергии в единице объема (в единице массы) движущейся жидкости.

Количественная оценка этих характеристик потока эмульсии в системе сбора нефти и на установках подготовки возможна только в одном случае, а именно: при движении эмульсии в промысловых нефтепроводах и коммуникациях без присутствия газовой фазы или при ее минимальном объемном содержании (менее 5%). В то же время этот метод по продолжительности контактирования капель эмульгированной воды с реагентом является преобладающим и может быть положен в основу моделирования процесса смешения эмульсии с реагентом.

2. Для моделирования смешивания реагента с эмульсией в трубопроводе используют турбинную мешалку с открытыми прямыми лопастями полной длины.

2.I. В основу моделирования кладут равенство средней диссипации энергии за единицу времени на единицу массы жидкости в трубопроводе и в мешалке, определяемое уравнениями:

для трубопровода

$$\mathcal{E}_т = \lambda \cdot \frac{v^3}{2D_т}, \text{ Вт/с;} \qquad \text{(П.3.I)}$$

для мешалки

$$\mathcal{E}_м = \frac{N}{\frac{\pi}{4}D^2 H \rho} = \frac{K_2 n^3 d_м^5}{\frac{\pi}{4}D^2 H}, \text{ Вт/с,} \qquad \text{(П.3.2)}$$

где λ – коэффициент трения, определяемый для турбулентного движения жидкости в трубопроводе при $Re \leqslant 100000$ уравнением

$$\lambda = \frac{0{,}3164}{\sqrt[4]{Re^1}}; \qquad \text{(П.3.3)}$$

D – диаметр трубопровода; U – средняя скорость движения жидкости в трубопроводе; N – мощность, потребляемая мешалкой на перемешивание; D – диаметр сосуда мешалки; H – высота жидкости в сосуде мешалки; ρ – плотность перемешиваемой жидкости; n – скорость вращения мешалки, об/с, $d_м$ – диаметр мешалки; K_2 – коэффициент мощности мешалки, зависящий от модифицированного критерия Рейнольдса для перемешивания, определяемого уравнением

$$Re'_м = \frac{n d_м^2 \rho}{\eta} = \frac{n d_м^2}{\nu}, \qquad (П.3.4)$$

где η и ν – соответственно динамическая и кинематическая вязкости перемешиваемой жидкости.

Коэффициент K_2, эквивалентный критерию Эйлера Eu, определяют по графику, приведенному на рис. П.3.1 (для мешалки с заданными соотношениями геометрических размеров; для мешалок с другими соотношениями вводят поправки).

Из равенства диссипации энергии в трубопроводе и мешалке следует уравнение, связывающее число оборотов мешалки со скоростью движения жидкости в трубопроводе:

$$n = 0{,}499 \left[\frac{D \cdot H}{K_2 d_м^2 D \sqrt{Re'}} \right]^{1/3} \cdot \nu \,. \qquad (П.3.5)$$

3. ВЫБОР КОНСТРУКЦИИ И РАЗМЕРОВ МЕШАЛКИ

3.1. Объем мешалки определяют из объема единичной пробы эмульсии, взятой для исследования. Объем единичной пробы согласно "Инструкции по исследованию нефтей и нефтяных эмульсий с целью выдачи исходных данных для проектирования установок подготовки нефти" (РД 39-30-698-83, п. 4.2.4.3) принят равным 250 мл.

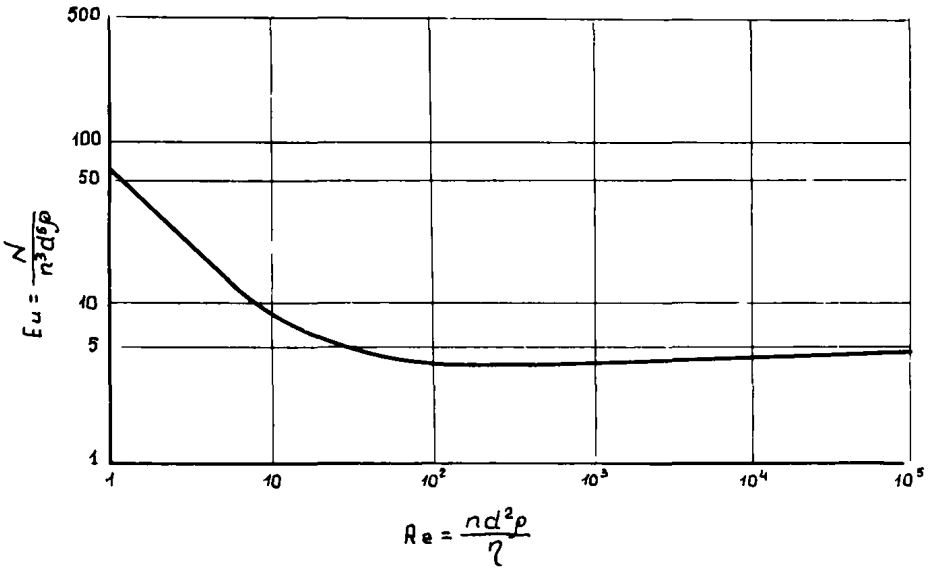


Рис. П.3.1. Зависимость $E_и = f\ (Re\ )$ для турбинных мешалок с шестью лопатками полной длины по данным Батеса, Фонды и Коппгейна (сосуд с отражательными перегородками, $Д/d = 3$, $Н/d = 3$, $J = 4$, $Б = Д/12$)

3.2. Принимают стандартизированную мешалку турбинного типа с плоским дном, с соотношениями геометрических размеров:

отношение высоты жидкости к диаметру сосуда Н:Д = 1,0;

отношение диаметра сосуда к диаметру мешалки $\frac{D}{d_м}$ = 3,0;

отношение ширины лопатки к диаметру мешалки $b/d_м$ = 1/5.

число лопаток z = 4, лопатки полной длины;

отношение высоты расположения мешалки от дна сосуда к диаметру мешалки $h_м/d_м$ = 1;

число отражательных перегородок J = 4;

отношение ширины перегородок к диаметру сосуда мешалки В/Д = 1/10;

отношение длины перегородки к диаметру мешалки, равным 2.

Исходя из объема перемешиваемой жидкости определяют размеры мешалки:

Д = 70 мм, Н = 70 мм, $d_м$ = 24 мм, b = 5 мм, $h_м$ = 24 мм,

В = 7 мм, l = 60 мм, число лопаток (полной длины) z = 4,

число отражательных перегородок J = 4.

Остальные размеры принимают из конструктивных соображений:

общая высота сосуда мешалки $H_{общ}$ = 100 мм;

диаметр вала мешалки $d_в$ = 6 мм;

толщина лопаток δ = 0,5 мм.

3.3. Определение коэффициента мощности мешалки.

Зависимость $K_2 = E_u = \frac{N}{n d^5 \rho}$ от числа Рейнольдса $Re'_м$ для стандартной мешалки с 6 лопастями полной длины и соотношениями $\frac{D}{d_м} = \frac{H}{d_м} = 3$; $\frac{h_м}{d_м} = 1$; $\frac{b}{d_м} = 1/5$; $J = 4$; $\frac{В}{Д} = 1/12$ по данным Bates R.L., Fondy P.L., Corpstein R.R. (Ind. Eng. Chem. Process Des. Develop., 2, 310, 1963) приведена на рис.П.3.1. Согласно графику (рис. П.3.1)

для $Re'_м$ от 60 до 600 K_2 = 3,5;

для $Re'_м$ от 600 до 100000 K_2 = 4,0.

Для принятой мешалки с размерами, указанными в п. 3.2, вводят поправки к коэффициенту K_z на число лопаток z (4 лопатки вместо 6)

$$f_z = \left(\frac{z}{6}\right)^{0,6} = \left(\frac{4}{6}\right)^{0,6} = 0,784.$$

Значения коэффициента K_z с поправками:

для $Re'_м$ от 60 до 600 $K_z = 3,5\ 0,784 = 2,75$;

для $Re'_м$ от 600 до I00000 $K_z = 4,0\ 0,784 = 3,I4$.

3.4. Для определения связи числа оборотов мешалки и скорости движения эмульсии с реагентом в трубопроводе подставляют известные размеры мешалки (п.3.2) в уравнение (П.3.5), получают

$$n = 0,499 \cdot \frac{0,07}{(0,024)^{0,5}} \cdot \frac{v}{(K_z D_т \sqrt{Re})^{0,5}} = \frac{17,5}{(K_z D_т \sqrt{Re'})^{0,5}}. \qquad (П.3.6)$$

Принимают для эмульсии кинематическую вязкость $\nu \sim 2,5 \cdot I0^{-5}$ $м^2/с$ (25 сСт) и вычисляют число оборотов мешалки, моделирующее по равенству диссипации энергии турбулентное движение в трубопроводах различного диаметра $Д_т$ и с различной скоростью v.

В табл.I приведены значения n, об/с, а также числа Рейнольдса для трубопровода Re' и для мешалки $Re'_м$.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ УСЛОВИЙ ПЕРЕМЕШИВАНИЯ ЭМУЛЬСИИ С РЕАГЕНТОМ НА МЕШАЛКЕ

При выборе параметров перемешивания эмульсии с реагентом на мешалке исходят из условий движения нефти на установке подготовки производительностью 3 млн. т/год.

4.I. При скорости объединенного потока эмульсии на установке от I,0 до I,5 м/с диаметры трубопроводов соответственно составят от 400 до 300 мм, значения числа Рейнольдса-от I5000 до 20000.

Этим показателям турбулентного потока нефти на установке будут соответствовать, согласно данным табл.II3I, числа оборотов мешалки от 8,87 до I4,5 об/с или 530/870 об/мин. В среднем можно принять, что интенсивность турбулентного движения нефтяной эмульсии с реагентом на установке будет моделироваться перемешиванием на мешалке при 700 об/мин, при условии равенства диссипации энергии в трубопроводе и мешалке.

4.2. Продолжительность перемешивания нефтяной эмульсии с реагентом на установке определяется ее временем движения от точки ввода реагента (обычно перед второй ступенью сепарации) до отстойника аппаратуры. Это время находится в пределах от I0 до 20 мин. Следовательно, продолжительность перемешивания эмульсии с реагентом может быть принята I5 мин.

4.3. Температура перемешивания эмульсии с реагентом на установке при подаче его перед второй ступенью сепарации в основном определяется температурой, с которой эмульсия поступает на установку. Только непосредственно перед отстойной аппаратурой температура эмульсии, смешанной с реагентом, повышается при прохождении нагревателей. Так как большую часть времени эмульсия движется с реагентом при своей естественной температуре, то температуру перемешивания эмульсии с реагентом следует принять 20°С. Если же имеются данные, что эмульсия поступает на установку при более низкой температуре (I0–I5°С), то перемешивание ее с реагентом необходимо проводить при этой температуре.

5. КОНСТРУКЦИЯ МЕШАЛКИ ДЛЯ СМЕШАНИЯ ЭМУЛЬСИИ С РЕАГЕНТОМ-ДЕЭМУЛЬГАТОРОМ

5.I. Общий вид мешалки изображен на рис.II.3.2. Конструктивно мешалки состоят из массивной плиты-основания I3 , стойки I с направляющим пазом прямоугольного сечения, в который входит направляющий штифт 2 . Система "паз–штифт" служит для предотвращения перемещения электродвигателя в горизонтальном направлении.

Таблица II.3.I

Значения чисел оборотов мешалки n, об/с, моделирующих перемешивание эмульсии с реагентом в трубопроводе по равенству диссипации энергии, для ряда значений диаметров трубопровода и скоростей движения эмульсии, а также соответствующие значения чисел Рейнольдса для мешалки $Re'_м$ и трубопровода $Re'_т$

Размеры мешалки Д = Н = 70 мм, d_N = 24 мм

Кинематическая вязкость эмульсии 2,5 10^{-5} $м^2/с$ (25 сСт)

U, м/с	Параметры	Диаметр трубопровода $Д_т$, м					Примечание
		0,200	0,250	0,300	0,400	0,500	
0,25	об/с	-	3,03	2,80	2,48	2,26	
	$Re_м$	-	70	65	57	52	
	$Re_т$	2000	2500	3000	4000	5000	
0,50	об/с	6,28	5,72	5,30	4,70	4,28	
	$Re'_м$	I45	I32	I22	I08	98	
	$Re'_т$	4000	5000	6000	8000	I0000	
I,0	об/с	II,8	I0,8	I0,0	8,87	8,08	
	$Re'_м$	272	248	230	204	I86	
	$Re'_т$	8000	I0000	I2000	I6000	20000	
I,50	об/с	I7,I	I5,6	I4,5	I2,8	II,7	
	$Re'_м$	394	360	333	296	269	
	$Re'_т$	I2000	I5000	I8000	24000	30000	
2,0	об/с	22,3	20,3	I8,8	I6,7	I5,2	
	$Re'_м$	5I4	468	434	385	350	
	$Re'_т$	I6000	20000	24000	32000	40000	

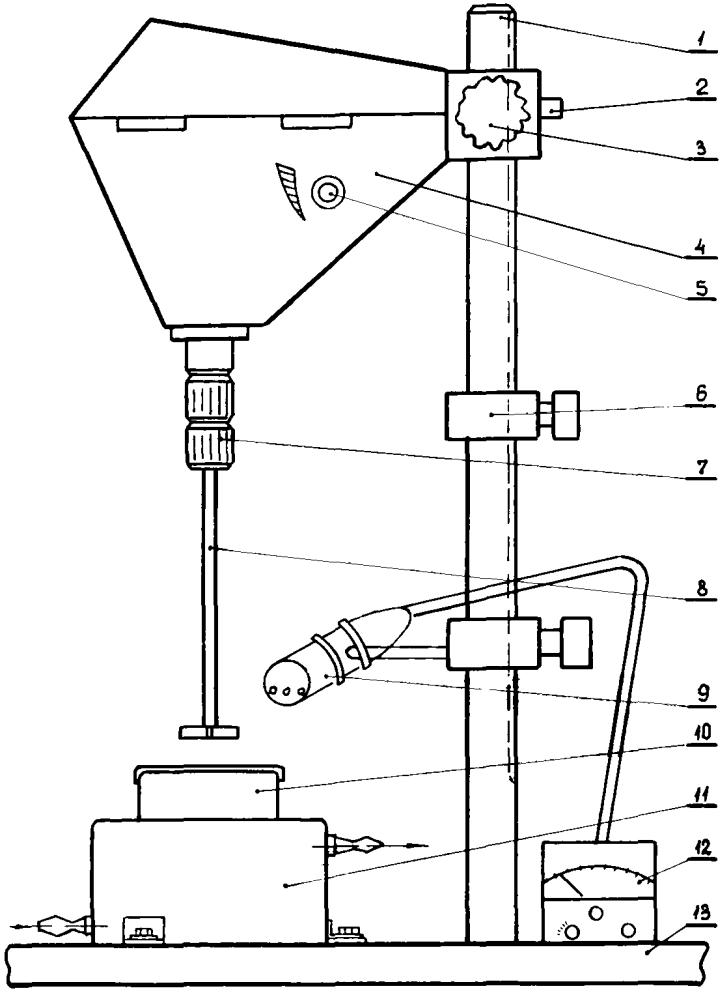


Рис. II.3.2. Мешалка для смешения нефтяных эмульсий с реагентом:
I - стойка направляющая; 2 - штифт направляющий; 3 - винт-фиксатор; 4 - электродвигатель; 5 - регулятор оборотов; 6 - втулка-упор; 7 - зажим цанговый; 8 - вал с лопастями; 9 - датчик оборотов фотоэлектрический; I0 - стакан с крашкой; II - рубашка термостатируемая; I2 - счетчик оборотов; I3 - плита-основание

Электродвигатель 4 - коллекторный, производства ГДР, типа *LR*-10. Возможно использование любого отечественного коллекторного электродвигателя мощностью 40-60 Вт (электропривод от швейной машинки типа МШ-2, электродвигатели типа УЛМ-012).

С целью регулирования числа оборотов мешалки электродвигатель подключается в сеть через лабораторный автотрансформатор типа ЛАТР-2М.

На конец вала электродвигателя насажен цанговый зажим 7, в котором зажат вал с лопастями 8. Втулка-упор 6 служит для ограничения перемещения электродвигателя по вертикали, чем достигается постоянство высоты поднятия лопастей от дна стакан-мешалки. Стакан 10 мешалки вставлен в рубашку 11, через которую прогоняется вода с термостата.

5.2. Для определения числа оборотов мешалки служит тахометр с бесконтактным фотоэлектрическим датчиком, изготовленный по известной блок-схеме:



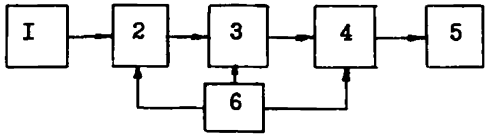
Число оборотов рассчитывают по формуле

$$n = \frac{60 \cdot f}{m}, \qquad (П.3.7)$$

где f - частота, измеренная частотомером;

m - число импульсов, получаемых с датчика за один оборот вала мешалки.

Хорошо зарекомендовал себя также тахометр, собранный по блок-схеме:



где I – датчик (фотоэлектрический, электромагнитный);

2 – усилитель постоянного тока (усилитель-ограничитель);

3 – триггер Шмидта; 4 – мультивибратор;

5 – стрелочный микроамперметр;

6 – стабилизированный источник питания.

На микроамперметр подаются с мультивибратора прямоугольные импульсы, стабилизированные по амплитуде и длительности, поэтому шкала числа оборотов получается линейной и зависит только от количества импульсов, вырабатываемых датчиком за один оборот, и постоянных времени RC – цепочек мультивибратора. Изменяя последние две величины и пользуясь при калибровке эталонным тахометром (например, типа СТ-5), можно сделать данный тахометр многопредельным.

5.3. Ввиду малых усилий, необходимых для перемешивания эмульсии с реагентом-деэмульгатором, применение механических тахометров нецелесообразно, так как это может привести к неравномерности вращения вала мешалки.

Возможно использование стробоскопического тахометра типа СТ-5, но постоянное пользование им утомительно для зрения и требует определенных навыков при отсчете истинных скоростей вращения.

5.4. На рис.П.3.3 изображен стакан, помещенный в термостатируемую баню. Стакан оборудован крышкой и мешалкой. Внутри стакана вмонтированы четыре отражательные перегородки.

Материал стакана и рубашки – латунь отожженная, медь. Материал вала мешалки и лопастей – нержавеющая сталь.

Основные размеры элементов мешалки взяты в соответствии с расчетами, приведенными в разделе П.2.3.

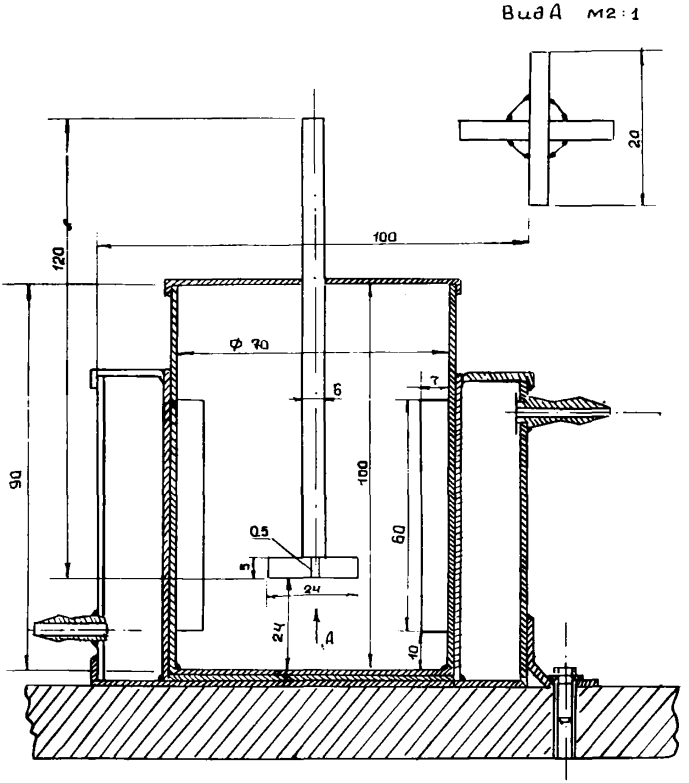


Рис.П.3.3 Вал с лопастями и стакан в термостатируемой рубашке

6. РАЗМЕРЫ МЕШАЛОК ДЛЯ СМЕШИВАНИЯ НЕФТЕЙ И НЕФТЯНЫХ ЭМУЛЬСИЙ С ПРОМЫВНОЙ ВОДОЙ И РЕАГЕНТОМ ПРИ ИССЛЕДОВАНИИ ПРОЦЕССОВ ЭЛЕКТРООБЕССОЛИВАНИЯ В КАПЛЕОБРАЗОВАТЕЛЯХ

6.I. При исследовании отдельных процессов подготовки нефтей объемы смешиваемой нефти и нефтяной эмульсии с реагентом или промывной водой могут отличаться от объема 250 мл, принятого в п.3.I при определении размеров мешалки.

6.2. Принимая конструкцию мешалки и соотношения ее геометрических размеров в соответствии с п.3.2 настоящей Методики, получают ее размеры:

диаметр сосуда	$\mathcal{D} = 92$ мм
высота жидкости в сосуде	$H = 92$ мм
диаметр мешалки	$d_м = 3I$ мм
ширина лопасти мешалки	$b = 6$ мм
число лопаток мешалки (полной длины)	4
расстояние мешалки от дна	$h_м = 32$ мм
ширина отражательных перегородок	$B = 9$ мм
длина отражательных перегородок	$\ell = 80$ мм
число отражательных перегородок	$J = 4$
расстояние перегородки от дна	I5 мм
общая высота сосуда мешалки	I20 мм
диаметр вала мешалки	6 мм
толщина лопаток	0,5 мм

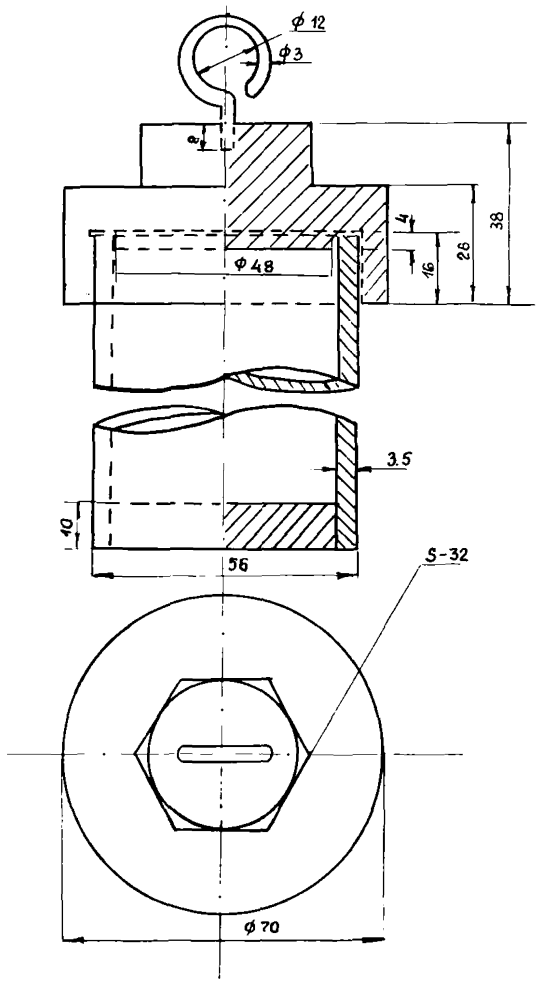
6.3. Подставляя размеры мешалки в уравнение (П.3.5), получают уравнение, связывающее число оборотов мешалки с характеристиками трубопровода

$$n = \frac{17{,}6}{(K_2 \mathcal{D}_т \sqrt{Re})^{4/3}}. \qquad (П.3.8)$$

6.4. Для установки подготовки нефти производительностью 3 млн.т/год и скорости движения эмульсии от I,0 до I,5 м/с диаметры трубопроводов находятся соответственно в пределах от 400 до 300 мм, значения числа Рейнольдса - от I5000 до 20000. Этим показателям, согласно уравнению (7), соответствуют скорости вращения мешалки от 7,6 до I2,5 об/с, или 460 до 750 об/мин. В среднем для моделирования турбулентного движения эмульсии в трубопроводе число оборотов мешалки с размерами, определенными в п. 6.3, принимают равным 600 об/мин.

Остальные условия перемешивания остаются теми же, как определено в разделе 4 настоящей методики.

ПРИЛОЖЕНИЕ 4



Отстойник стальной для температур 80–120°С

ПРИЛОЖЕНИЕ 5

Плотность водных растворов хлорида натрия ($NaCl$)

Содержание $NaCl$		Плотность d_4^{20}
% масс.	г/л	
I	I0,I	I,005
2	20,3	I,0I3
3	30,6	I,020
4	4I,0	I,027
5	5I,7	I,034
6	62,5	I,04I
7	73,4	I,049
8	84,5	I,056
9	95,6	I,063
I0	I07,I	I,07I
II	II8,0	I,078
I2	I30,0	I,086
I3	I42,0	I,093
I4	I54,0	I,I0I
I5	I66,0	I,I09
I6	I79,0	I,II6
I7	I9I,0	I,I24
I8	204,0	I,I32
I9	2I7,0	I,I40
20	230,0	I,I48
2I	243,0	I,I56
22	256,0	I,I64
23	270,0	I,I72
24	284,0	I,I80
25	295,0	I,I89
26	3II,0	I,I97

Таблица случайных чисел

56	66	25	32	38	64	70	26	27	67	77	40	04	34	63	98	99	89	3I	I6	I2	90	50	28	96
88	40	52	02	29	82	69	34	50	2I	74	00	9I	27	52	98	72	03	45	65	30	89	7I	45	9I
87	63	88	23	62	5I	07	69	59	02	89	49	I4	98	53	4I	92	36	07	76	85	37	84	37	47
32	25	2I	I5	08	82	34	57	57	35	22	03	33	48	84	37	37	29	38	37	89	76	25	09	69
44	6I	88	23	I3	0I	59	47	64	04	99	59	96	20	30	87	3I	33	69	45	58	48	00	83	48
94	44	08	67	79	4I	6I	4I	I5	60	II	88	83	24	82	24	07	78	6I	89	42	58	85	22	I6
I3	24	40	09	00	65	46	38	6I	I2	90	62	4I	II	59	85	I8	42	6I	29	88	70	04	2I	80
78	27	84	05	99	85	75	67	80	05	57	05	7I	70	3I	3I	99	99	06	96	53	99	25	I3	63
42	39	30	02	34	99	46	68	45	I5	I9	74	I5	50	I7	44	80	I3	86	38	40	45	82	I3	44
04	52	43	96	38	I3	83	80	72	34	20	84	56	I9	49	59	I4	85	42	99	7I	I6	34	33	79
82	85	77	30	I6	69	32	46	46	30	84	20	68	72	98	94	62	63	59	44	00	89	06	I5	87
38	48	84	88	24	55	46	48	60	06	90	08	83	83	98	40	90	88	25	26	85	74	55	80	85
9I	I9	05	68	22	58	04	63	2I	I6	23	38	25	43	32	98	94	65	35	35	I6	9I	07	I2	43
54	8I	87	2I	3I	40	46	I7	62	63	99	7I	I4	I2	64	5I	68	50	60	78	22	69	5I	98	37
65	43	75	I2	9I	20	36	25	57	92	33	65	95	48	75	00	06	65	25	90	I6	29	34	I4	43
49	98	7I	3I	80	59	57	32	43	07	85	06	64	75	27	29	I7	06	II	30	68	70	97	87	2I
03	98	68	89	39	7I	87	32	I4	99	42	I0	25	37	30	08	27	75	43	97	54	20	69	93	50
56	04	2I	34	92	89	8I	52	I5	I2	84	II	I2	66	87	48	2I	06	86	08	35	39	52	28	09
48	09	36	95	36	20	82	53	32	89	92	68	50	88	I7	37	92	02	23	43	63	24	69	80	9I
23	97	I0	96	57	74	07	95	26	44	93	08	43	30	4I	86	45	74	33	78	84	33	38	76	73
43	97	55	45	98	35	69	45	96	80	46	26	39	96	33	60	20	73	30	79	I7	I9	03	47	28
40	05	08	50	79	89	58	I9	86	48	27	98	90	24	08	94	I9	I5	8I	29	82	I4	35	88	03
66	97	I0	69	02	25	36	43	7I	76	00	67	56	I2	69	07	89	55	63	3I	50	72	20	33	36
I5	62	38	72	92	03	76	09	30	75	77	80	04	24	54	67	60	I0	79	26	2I	60	03	48	I4
77	8I	I5	I4	67	55	24	22	20	55	36	93	67	69	37	72	22	43	46	32	56	I5	75	25	I2
I8	87	05	09	96	45	I4	72	4I	46	I2	67	46	72	02	59	06	I7	49	I2	73	28	23	52	48
08	58	53	63	66	I3	07	04	48	7I	39	07	46	96	40	20	86	79	II	8I	74	II	I5	23	I7
I6	07	79	57	6I	42	I9	68	I5	I2	60	2I	59	I2	07	04	99	88	22	39	75	I6	69	I3	84

Адлер Ю.П., Маркова Е.В., Грановский Ю.В. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. М., Наука, 1976, с. 279.

ПРИЛОЖЕНИЕ 7

Значения критерия F Фишера для уровня значимости $\alpha = 0{,}05$*

Число степеней свободы для знаменателя	Число степеней свободы для числителя																				
	I	2	3	4	5	6	7	8	9	I0	II	I2	I5	20	24	30	40	50	I00	200	500	∞
I	I6I	200	2I6	225	230	234	237	239	24I	242	243	244	246	248	249	250	25I	252	253	254	254	254
2	I8,5	I9,0	I9,2	I9,2	I9,3	I9,3	I9,4	I9,4	I9,4	I9,4	I9,4	I9,4	I9,4	I9,4	I9,5	I9,5	I9,5	I9,5	I9,5	I9,5	I9,5	I9,5
3	I0,I	9,55	9,28	9,I2	9,I0	8,94	8,89	8,85	8,8I	8,79	8,76	8,74	8,70	8,66	8,64	8,62	8,59	8,58	8,55	8,54	8,53	8,53
4	7,7I	6,94	6,59	6,39	6,26	6,I6	6,09	6,04	6,00	5,96	5,94	5,9I	5,86	5,80	5,77	5,75	5,72	5,70	5,66	5,65	5,64	5,63
5	6,6I	5,79	5,4I	5,I9	5,05	4,95	4,88	4,82	4,77	4,74	4,7I	4,68	4,62	4,56	4,53	4,50	4,46	4,44	4,4I	4,39	4,37	4,36
6	5,99	5,I4	4,76	4,53	4,39	4,28	4,2I	4,I5	4,I0	4,06	4,03	4,00	3,94	3,87	3,84	3,8I	3,77	3,75	3,7I	3,69	3,68	3,67
7	5,59	4,74	4,35	4,I2	3,97	3,87	3,79	3,73	3,68	3,64	3,60	3,57	3,5I	3,44	3,4I	3,38	3,34	3,32	3,27	3,25	3,24	3,23
8	5,32	4,46	4,07	3,84	3,69	3,58	3,50	3,44	3,39	3,35	3,3I	3,28	3,22	3,I5	3,I2	3,08	3,04	3,02	2,97	2,95	2,94	2,93
9	5,I2	4,26	3,86	3,63	3,48	3,37	3,29	3,23	3,I8	3,I4	3,I0	3,07	3,0I	2,94	2,90	2,86	2,83	2,80	2,76	2,73	2,72	2,7I
I0	4,96	4,I0	3,7I	3,48	3,33	3,22	3,I4	3,07	3,02	2,98	2,94	2,9I	2,85	2,77	2,74	2,70	2,66	2,64	2,59	2,56	2,55	2,54
II	4,84	3,98	3,59	3,36	3,20	3,09	3,0I	2,95	2,90	2,85	2,82	2,79	2,72	2,65	2,6I	2,57	2,53	2,5I	2,46	2,43	2,42	2,40
I2	4,75	3,89	3,49	3,26	3,II	3,00	2,9I	2,85	2,80	2,75	2,72	2,69	2,62	2,54	2,5I	2,47	2,43	2,40	2,35	2,32	2,3I	2,30
I3	4,67	3,8I	3,4I	3,I8	3,03	2,92	2,83	2,77	2,7I	2,67	2,63	2,60	2,53	2,46	2,42	2,38	2,34	2,3I	2,26	2,23	2,22	2,2I
I4	4,60	3,74	3,34	3,II	2,96	2,85	2,76	2,70	2,65	2,60	2,57	2,53	2,46	2,39	2,35	2,3I	2,27	2,24	2,I9	2,I6	2,I4	2,I3
I5	4,54	3,68	3,29	3,06	2,90	2,79	2,7I	2,64	2,59	2,54	2,5I	2,48	2,40	2,33	2,29	2,25	2,20	2,I8	2,I2	2,I0	2,08	2,07
I6	4,49	3,63	3,24	3,0I	2,85	2,74	2,66	2,59	2,54	2,49	2,46	2,42	2,35	2,28	2,24	2,I9	2,I5	2,I2	2,07	2,04	2,02	2,0I
I7	4,45	3,59	3,20	2,96	2,8I	2,70	2,6I	2,55	2,49	2,45	2,4I	2,38	2,3I	2,23	2,I9	2,I5	2,I0	2,08	2,02	I,99	I,97	I,96
I8	4,4I	3,55	3,I6	2,93	2,77	2,66	2,58	2,5I	2,46	2,4I	2,37	2,34	2,27	2,I9	2,I5	2,II	2,06	2,04	I,98	I,95	I,93	I,92
I9	4,38	3,52	3,I3	2,90	2,74	2,63	2,54	2,48	2,42	2,38	2,34	2,3I	2,23	2,I6	2,II	2,07	2,03	2,00	I,94	I,9I	I,89	I,88
20	4,35	3,49	3,I0	2,87	2,7I	2,60	2,5I	2,45	2,39	2,35	2,3I	2,28	2,20	2,I2	2,08	2,04	I,99	I,97	I,9I	I,88	I,86	I,84
22	4,30	3,44	3,05	2,82	2,66	2,55	2,46	2,40	2,34	2,30	2,26	2,23	2,I5	2,07	2,03	I,98	I,94	I,9I	I,85	I,82	I,80	I,78
24	4,26	3,40	3,0I	2,78	2,62	2,5I	2,42	2,36	2,30	2,25	2,2I	2,I8	2,II	2,03	I,98	I,94	I,89	I,86	I,80	I,77	I,75	I,73
26	4,23	3,37	2,98	2,74	2,59	2,47	2,39	2,32	2,27	2,22	2,I8	2,I5	2,07	I,99	I,95	I,90	I,85	I,82	I,76	I,73	I,7I	I,69
28	4,20	3,34	2,95	2,7I	2,56	2,45	2,36	2 29	2,24	2,I9	2,I5	2,I2	2,04	I,96	I,9I	I,87	I,82	I,79	I,73	I,69	I,67	I,65
30	4,I7	3,32	2,92	2,69	2,53	2,42	2,33	2,27	2,2I	2,I6	2,I3	2,09	2,0I	I,93	I,89	I,84	I,79	I,76	I,70	I,66	I,64	I,62
40	4,08	3,23	2,84	2,6I	2,45	2,34	2,25	2,I8	2,I2	2,08	2,04	2,00	I,92	I,84	I,79	I,74	I,69	I,66	I,59	I,55	I,53	I,5I
60	4,00	3,I5	2,76	2,53	2,37	2,25	2,I7	2,I0	2,04	I,99	I,95	I,92	I,84	I,75	I,70	I,65	I,59	I,56	I,48	I,44	I,4I	I,39
I20	3,92	3,07	2,68	2,45	2,29	2,I7	2,09	2,0I	I,96	I,9I	I,87	I,83	I,75	I,66	I,6I	I,55	I,50	I,46	I,37	I,32	I,28	I,25
200	3,89	3,04	2,65	2,42	2,26	2,I4	2,06	I,98	I,93	I,88	I,84	I,80	I,72	I,62	I,57	I,52	I,46	I,4I	I,32	I,26	I,22	I,I9
	3,84	3,00	2,60	2,37	2,2I	2,I0	2,0I	I,94	I,88	I,83	I,79	I,75	I,67	I,57	I,52	I,46	I,39	I,35	I,24	I,22	I,I7	I,II

* Седлецидзе И.Л. планирование эксперимента для исследования многокомпонентных систем. М., Наука, I976, с. 390

ПРИЛОЖЕНИЕ 8

Значения критерия G Кохрена для уровня значимости $\alpha = 0{,}05$*

Число степен. свободы	I	2	3	4	5	6	7	8	9	I0	I6	36	I44	∞
2	0,9985	0,9750	0,9392	0,9057	0,8772	0,8534	0,8332	0,8I59	0,80I0	0,7880	0,734I	0,6602	0,58I3	0,5000
3	0,9669	0,8709	0,7977	0,7457	0,707I	0,677I	0,6530	C,6338	0,6I67	0,6025	0,5466	0,4748	0,403I	0,3333
4	0,9065	0,7679	0,684I	0,6287	0,5895	0,5598	0,5365	0,5I75	0,50I7	0,4884	0,4366	0,3720	0,3093	0,2500
5	0,84I2	0,6838	0,598I	0,544I	0,5065	0,4783	0,4564	0,4387	0,424I	0,4II8	0,3645	0,3066	0,25I3	0,2000
6	0,7808	0,6I6I	0,532I	0,4803	0,4447	0,4I84	0,3980	0,38I7	0,3682	0,3568	0,3I35	0,26I2	0,2II9	0,I667
7	0,727I	0,56I2	0,4800	0,4307	0,3974	0,3726	0,3535	0,3384	0,3259	0,3I54	0,2756	0,2278	0,I833	0,I429
8	0,6798	0,5I57	0,4377	0,39I0	0,3595	0,3362	0,3I85	0,3043	0,2926	0,2829	0,2462	0,2022	0,I6I6	0,I250
9	0,6385	0,4775	0,4027	0,3584	0,3286	0,3067	0,290I	0,2768	0,2659	0,2568	0,2226	0,I820	0,I446	0,IIII
I0	0,6020	0,4450	0,3733	0,33II	0,3029	0,2823	0,2666	0,254I	0,2439	0,2363	0,2032	0,I655	0,I308	0,I000
I2	0,54I0	0,3924	0,3264	0,2880	0,2624	0,2439	0,2299	0,2I87	0,2098	0,2020	0,I737	0,I403	0,II00	0,0833
I5	0,4709	0,3346	0,2758	0,24I9	0,2I95	0,2034	0,I9II	0,I8I5	0,I736	0,I67I	0,I429	0,II44	0,0889	0,0667
20	0,3894	0,2705	0,2205	0,I92I	0,I735	0,I602	0,I50I	0,I422	0,I357	0,I303	0,II08	0,0879	0,0675	0,0500
24	0,3434	0,2354	0,I907	0,I656	0,I493	0,I374	0,I286	0,I2I6	0,II60	0,III3	0,0942	0,0743	0,0567	0,04I7
30	0,2929	0,I980	0,I593	0,I377	0,2I37	0,II37	0,I06I	0,I002	0,0958	0,092I	0,077I	0,0604	0,0457	0,0333
40	0,2370	0,I576	0,I259	0,I082	0,0968	0,0887	0,0827	0,0780	0,0745	0,07I3	0,0595	0,0462	0,0347	0,0250
60	0,I737	0,II3I	0,0895	0,0765	0,0682	0,0623	0,0583	0,0552	0,0520	0,0497	0,04II	0,03I6	0,0234	0,0I67
I20	0,0998	0,0632	0,0495	0,04I9	0,037I	0,0337	0,03I2	0,0292	0,0279	0,0266	0,02I8	0,0I65	0,0I20	0,0083
∞	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0

*Зедгинидзе И.Г. Планирование эксперимента для исследования многокомпонентных систем. М.: Наука, I976, с. 390

ПРИЛОЖЕНИЕ 9

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ ПОВЕРХНОСТНОГО (МЕЖФАЗНОГО) НАТЯЖЕНИЯ НА ГРАНИЦЕ РАЗДЕЛА НЕФТЬ–РАСТВОР ПАВ МЕТОДОМ ВЗВЕШИВАНИЯ КАПЛИ

I. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

I.I. Метод применяется для измерения поверхностного (межфазного) натяжения на границе раздела углеводородных жидкостей и водных растворов.

I.2. Метод основан на том, что капля жидкости, образующаяся на горизонтально срезанном конце капилляра круглого сечения (радиуса r), отрывается в тот момент, когда сила поверхностного натяжения, удерживающая каплю, уравновешивается силой тяжести, т.е.

$$\sigma \cdot r \cdot F = V(d_в - d_н) \cdot g, \qquad (П.9.I)$$

где σ – поверхностное (межфазное) натяжение на границе раздела нефть–вода, Н/м; r – радиус капилляра, м; V – объем капли, м^3; $d_в$ и $d_н$ – плотность воды и нефти при температуре измерения, кг/м^3; g – ускорение силы тяжести, 9,8I м/с^2; F – поправочный коэффициент на неидеальность капли, зависящий от отношения $\frac{V}{r^3}$.

I.3. Значения F даны в табл. П.9.I. Для интерполяции значения F в интервале отношения V/r^3 от 50 до 5000, где в таблице приведено недостаточное количество данных, используют интерполяционную формулу:

$$\frac{1}{F} = 5,8I40 - 3,I066 \left(\frac{r}{V^{1/3}} - 0,05848\right)^{0,6I}, \qquad (П.9.2)$$

I.4. В методе непосредственно измеряется объем капли, образованной по внутреннему периметру горизонтального среза конца

Таблица II.9.I

Значения поправочного коэффициента F на неидеальность капли

V/r^3	F	V/r^3	F	V/r^3	F	V/r^3	F	Литература
	0,I59	4,65	0,2542	I,3I0	0,2650	0,658	0,2482	Спр. Технич. Энцикло-
5000	0,I72	3,98	0,2566	I,2II	0,2640	0,626	0,2464	педии, ОГИЗ, М.,
250	0,I98	3,43	0,2587	I,I24	0,2632	0,597	0,2445	I933, с. 9.
58,I	0,2I5	3,00	0,2606	I,048	0,26I7	0,570	0,2430	
24,6	0,2256	2,64	0,2622	0,980	0,2602	0,54I	0,2430	
I7,7	0,2305	2,34	0,2635	0,9I2	0,2585	0,5I2	0,244I	
I3,28	0,2352	2,09	0,2645	0,865	0,2570	0,483	0,2460	
I0,29	0,2398	I,884	0,2652	0,8I6	0,2550	0,455	0,249I	
8,I9	0,2440	I,706	0,2656	0,77I	0,2534	0,428	0,2526	
6,66	0,2479	I,554	0,2657	0,729	0,25I7	0,403	0,2559	
5,52	0,25I4	I,424	0,2654	0,692	0,2499			

капилляра, в момент ее отрыва.

2. ОБОРУДОВАНИЕ, ПОСУДА, РЕАКТИВЫ

2.I. Сталагмометр, оборудованный медицинским шприцем с микрометрическим винтом.

2.I.I. Сталагмометр, схематически показанный на рис.П.9.I, состоит из изогнутого стеклянного капилляра I, припаянного через переходную трубку 2 к медицинскому шприцу 3. В средней части переходной трубки имеется шар 4 объемом приблизительно I мл, который служит для выравнивания температуры углеводородной жидкости, заполняющей шприц и капилляр. Шприц с помощью муфты 5 закреплен в скобе 6 микрометра. К поршню 7 шприца приклеивается пластмассовый диск 8. В центре диска имеется небольшая лунка, в которой помещается стальной шарик 9 (от шарикоподшипника). На этот шарик опирается ось микрометра I0. Между пластмассовым диском 8 и муфтой 6 находится стальная пружина II, прижимающая поршень через шарик к оси микрометра, что обеспечивает подвижное соединение поршня с осью без люфта. Скоба микрометра с помощью муфты I2 может перемещаться по стойке I3. Стойка закреплена на основании I4, установленном на трех опорных винтах I5, обеспечивающих горизонтальное положение плоскости среза конца капилляра. Капилляр вместе с переходной трубкой погружается в исследуемый водный раствор в стакане I6, который располагается в водяной бане I7 с прозрачными стенками.

2.I.2. Рабочий срез капилляра должен быть перпендикулярен оси и тщательно отполирован. Внутренний край среза капилляра должен быть острым и не иметь сколов и трещин. Отбор капилляров и проверку состояния среза осуществляют с помощью лупы $I0^{X}$. Для измерения межфазного натяжения в пределах от $5 \cdot I0^{-3}$ до $50 \cdot I0^{-3}$ Н/м следует пользоваться капиллярами с внутренним диаметром 0,6–0,8 мм.

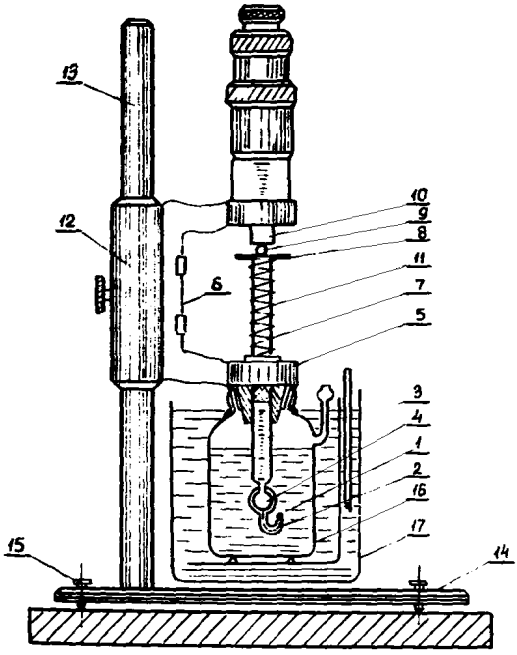


Рис. П.9.1 Сталагмометр для определения поверхностного натяжения

2.I.3. Для изготовления прибора используют медицинские шприцы на 2–5 мл, выполненные целиком из стекла. Шприцы еще до припаивания переходной трубки калибруют.

Калибровку выполняют с помощью индивидуальных углеводородов C_{I0}, C_{I2} или очищенного газойля. В шприц, вмонтированный в микрометр, набирают углеводород, затем поворачивают головку микровинта, медленно выдавливают определенное число капель углеводорода (от I0 до 20 капель) через иглу в предварительно взвешенный с точностью до 0,2 мг сухой бюкс, при этом замечают отсчет по шкале барабана микрометра до и после выдавливания углеводорода. Бюкс с газойлем вновь взвешивают. По разнице взвешиваний бюкса определяют массу выдавленного углеводорода, а по показанию микрометра-ход поршня в делениях микрометра. Вычисляют цену деления в $м^3$, т.е. объем жидкости, приходящийся на одно деление микрометра, путем деления массы углеводорода в бюксе на плотность углеводорода и количество делений головки микрометра. Плотность углеводородов берут по литературным данным (индивидуальные углеводороды) или определяют по ГОСТ 3900–47 с точностью ± 4 в четвертом знаке при температуре калибровки шприца. Операцию калибровки повторяют не менее трех раз и вычисляют среднее значение цены деления микрометра и среднюю квадратичную ошибку, которая не должна превышать I% от цены деления. В случае, если ошибка превышает указанное значение, калибровку повторяют.

2.2. Лупы 5^X и $I0^X$.

2.3. Бюксы СВ по ГОСТ 7I48–79, 30/45.

2.4. Стаканы химические ВН по ГОСТ I0394–72, по 250 мл.

2.5. Бензол, хч или чда по ГОСТ 5955–68.

2.6. Декан (или ундекан, додекан), чда или хч.

2.7. Оборудование для определения плотности по ГОСТ3900–47.

3. ПОДГОТОВКА ПРИБОРА К ОПРЕДЕЛЕНИЮ

3.1. Перед каждой серией определений с новой углеводородной жидкостью (нефтью) стеклянные части прибора – цилиндр шприца с припаянным капилляром и поршнем-тщательно отмывают от остатков жидкости, с которой работали ранее (бензином или бензолом), сначала хромовой смесью, затем дистиллированной водой и высушивают. После просушивания прибор собирают, и в шприц через капилляр засасывают исследуемую углеводородную жидкость. Если в шприце оказался пузырек воздуха, то его удаляют, снимая микрометр вместе со шприцем со стойки прибора, переворачивая его капилляром вверх и, закручивая головку микрометра, выгоняют пузырек из капилляра.

3.2. После заполнения шприца углеводородной жидкостью, шлифованный срез капилляра гидрофилизуют, протирая его фильтровальной бумагой, смоченной бензолом, предварительно засосав углеводородную жидкость внутрь капилляра на 2–3 мм, чтобы углеводородная жидкость не растекалась по поверхности среза. На гидрофилизованную поверхность после испарения бензола наносят каплю дистиллированной воды и погружают капилляр в стакан с водным раствором исследуемого вещества, помещенного в водяную баню.

4. ПРОВЕДЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЙ

4.1. Межфазное натяжение поверхностно-активного вещества на границе раздела вода-углеводород (нефть) зависит от времени существования поверхности. При недостаточном времени выдерживания равновесное количество ПАВ в поверхностном слое может быть не достигнуто и значение межфазного натяжения оказывается завышенным. Скорость достижения равновесного состояния в основном определяется диффузией вещества из объема раствора к поверхности.

При малых концентрациях ПАВ диффузия сильно замедляется, и для установления равновесия требуется больший промежуток времени, чем при повышенных концентрациях.

Для поверхностно-активных веществ с молекулярной массой до 1000 равновесное состояние между поверхностным слоем и объемом раствора (водного) с концентрацией не менее 10 мг/л достигается за 120 с.

4.2. Поверхностно-активные вещества могут в большей или меньшей степени растворяться как в воде, так и в углеводородных жидкостях. При измерении межфазного натяжения, когда ПАВ растворено только в одной из жидкостей, будет происходить в той или иной степени его переход в другую жидкость в зависимости от равновесного распределения ПАВ между объемами жидкостей. Это может привести к неравновесному состоянию между поверхностным слоем и объемом раствора и повышению межфазного натяжения.

При измерении равновесного межфазного натяжения необходимо также обеспечить равновесное распределение ПАВ между обеими фазами. Это достигается путем перемешивания при температуре, при которой предполагают определять межфазное натяжение, необходимых объемов обеих жидкостей и количества ПАВ, обеспечивающих заданную его концентрацию в системе, и последующего полного разделения (отстаиванием или центрифугированием) образующейся эмульсии на отдельные фазы. При неполном разделении в оставшейся неразложенной эмульсии может находиться значительное количество ПАВ, что ведет к понижению его концентрации в разделенных жидкостях, используемых для определения межфазного натяжения. Равновесное распределение ПАВ между жидкостями также может быть получено длительным настаиванием (несколько недель) его раствора в одной жидкости с другой жидкостью при температуре определения межфазного натяжения. В этом случае ПАВ следует растворять в той жидкости, в сторону которой

сдвинуто его распределение.

4.3. После того как прибор подготовлен к определению (см.п.3), для выравнивания температуры водный раствор ПАБ выдерживают в бане в течение 30 мин и, медленно вращая головку микрометра на некоторое число делений, выдавливают каплю. Проверяют с помощью 5-кратной лупы правильность формы капли, обращая главное внимание на форму ножки капли - она должна образоваться точно по внутреннему периметру среза капилляра. Натекание углеводородной жидкости на поверхность среза капилляра или искажение цилиндричности ножки из-за прилипания капель водного раствора ПАВ к внутренней поверхности капилляра недопустимо. При таких нарушениях формы капли шлифованный срез капилляра еще раз очищают с помощью бензола и фильтровальной бумаги (см.п.3.2) и снова проверяют форму капли.

Добившись получения капли правильной формы, продолжают медленно закручивать головку микрометра до отрыва капли. В этот момент прекращают дальнейшее выдавливание жидкости из капилляра и выдерживают прибор в течение 10 мин, проверяя герметичность шприца - уровень углеводородной жидкости на уровне среза капилляра не должен изменяться. Изменение уровня указывает на негерметичность поршня шприца; возможно также смещение уровня из-за колебания температуры.

Убедившись в герметичности шприца, выдавливают каплю, вращая головку микрометра. Одновременно с началом выдавливания включают секундомер. Скорость вращения головки такова, что капля формировалась за 5-10 с и оставалась висеть. Если висящая капля отрывается ранее чем через 120 с с начала формирования, то выдавливание повторяют, закручивая головку на меньшее число делений (на 1-2 деления). Таким образом добиваются такого объема капли, при котором она "живет" не менее 120 с, в то же время при увеличении объема капли на 1-2 деления она отрывается через

промежуток времени менее 120 с.

Отсчет объема капли в делениях производят по показаниям на шкале микрометра. Каждое определение объема повторяют не менее 6 раз и фиксируют среднее значение объема капли.

5. ВЫЧИСЛЕНИЕ МЕЖФАЗНОГО НАТЯЖЕНИЯ

5.1. Пересчитывают полученное значение объема капли в делениях микрометра в $м^3$ по уравнению

$$V = n \cdot V, \qquad (П.9.3)$$

где n – объем капли в делениях микрометра; V – цена одного деления микрометра в $м^3$ (см.п.2.1.3).

Вычисляют величину отношения (V/r^3) и находят значения поправочного коэффициента, используя табл. П.9.1 или уравнение (П.9.2).

Вычисляют значение межфазного натяжения σ, Н/м, по уравнению

$$\sigma = \frac{V(d_в - d_н) \cdot F \cdot g}{r}, \qquad (П.9.4)$$

где V – объем капли, $м^3$; $d_в$ и $d_н$ – плотности, соответственно, водного раствора и углеводородной жидкости (нефти) при температуре измерения межфазного натяжения в $кг/м^3$, определенные по ГОСТ 3900–47 с точностью до ± 4 в четвертом знаке; F – поправочный коэффициент (см. табл.П.9.1); g – ускорение силы тяжести, равное 9,81 $м/с^2$; r – радиус капилляра, м.

5.2. Измерение межфазного натяжения повторяют не менее трех раз, каждый раз с новым заполнением шприца-углеводородной жидкостью, стакана – водным раствором. Отклонение отдельных измерений от их среднего значения не должно превышать $0,5 \cdot 10^{-3}$ Н/м

(средняя квадратичная ошибка отдельного измерения). В случае, если результаты отдельных измерений превышают это значение, необходимо увеличить число параллельных измерений, тщательно соблюдая условия, определенные настоящей методикой (герметичность прибора, постоянство температуры, время формирования капли и др.).

6. ДОПОЛНЕНИЕ К МЕТОДИКЕ

6.1. Для ориентировочных оценок межфазного натяжения может быть использована упрощенная методика, основанная на сравнении объемов капель, формирующихся в одних и тех же условиях для исследуемой и эталонной систем с известным межфазным натяжением.

6.2. Производят измерение объема капли в делениях микрометра для исследуемой и эталонной систем, как указано в п.4.3, на одном приборе и в одинаковых условиях. Тогда, согласно уравнениям (П.9.1) и (П.9.3),

для исследуемой системы:

$$\sigma \cdot r \cdot F_c = n_c \cdot V(d_в - d_н) \cdot g;$$

для эталонной системы:

$$\sigma_э \cdot r \cdot F_э = n_э \cdot V(d_в - d_н) \cdot g,$$

где σ и $\sigma_э$ – межфазные натяжения исследуемой и эталонной систем соответственно; F_c и $F_э$ – поправочные коэффициенты для систем; n_c и $n_э$ – объемы капель в делениях микрометра для систем; $d_н$ и $d_в$ – плотность углеводородной и водной фазы исследуемой системы; $d_э$ и $d_в$ – плотность, соответственно, эталонной углеводородной жидкости и дистиллированной воды; r – радиус капилляра; V – цена делений микрометра; $g = 9{,}81$ м/с^2 – ускорение силы тяжести.

Делением одного уравнения на другое получают

$$\frac{\sigma}{\sigma_э} \cdot \frac{F_c}{F_э} = \frac{n_c}{n_э} \cdot \frac{d_{бр} - d_н}{d_б - d_э},$$

откуда

$$\sigma = \sigma_э \cdot \frac{F_э}{F_c} \cdot \frac{d_{бр} - d_н}{d_б - d_э}.$$

6.3. Для приборов с радиусами капилляров r, лежащими в пределах от 0,03 до 0,04 см, при измерении систем с межфазными натяжениями σ, находящимися между $5 \cdot 10^{-3}$ и $40 \cdot 10^{-3}$ Н/м, значения поправочных коэффициентов F лежат в интервале от 0,190 до 0,200. Принимая значения F одинаковыми для измеряемой системы и эталона, т.е. $F_э = F_c$, получают уравнения для вычисления межфазного натяжения системы:

$$\sigma = \sigma_э \cdot \frac{n_c}{n_э} \cdot \frac{\Delta d_c}{\Delta d_э}, \qquad (П.9.5)$$

где Δd_c и $\Delta d_э$ – разность плотностей жидкостей для измеряемой системы и эталона, соответственно. Объединяя все величины, относящиеся к эталону, в один коэффициент:

$$\frac{\sigma_э}{n_э \cdot \Delta d_э} = K, \qquad (П.9.6)$$

получают уравнение

$$\sigma = K \cdot \frac{n_c}{\Delta d_c}, \qquad (П.9.7)$$

которым пользуются для приближенной оценки межфазного натяжения.

6.4. Для определения значения коэффициента К в качестве эталона выбирают углеводород с высоким межфазным натяжением, например, бензол, толуол, гексан. В табл.П.9.2 приведены значения межфазного натяжения некоторых углеводородов на границе с

Таблица П.9.2

Значения межфазного натяжения $\sigma \times 10^3$, Н/м*

Углеводород	Температура, °С				
	10	20	25	30	40
Бензол	35,56	34,96	34,7	34,34	33,84
Гексан	51,25	51,10	-	50,66	50,48
Гептан	-	-	50,39	-	-
Ксилол	-	-	-	36,4	-
Октан	51,01	50,81	-	-	49,58
Толуол	-	-	-	34,6	-

Краткий справочник химика, Киев, изд-во АН УССР, 1962, с. 277

водой.

Допускаемое равенство значений поправочных коэффициентов F измеряемой системы и эталона может дать максимальную ошибку 5% от измеряемой величины, что дает абсолютную ошибку в отдельных случаях до $2 \cdot 10^{-3}$ Н/м. Однако эта ошибка может быть значительно уменьшена.

Так как нижнее значение F (0,190) относится к верхнему пределу измеряемого межфазного натяжения ($40 \cdot 10^{-3}$) Н/м), то выбор в качестве эталона углеводорода с высоким межфазным натяжением снизит возможную ошибку в области высоких значений измеряемого натяжения ($20–40 \cdot 10^{-3}$ Н/м) до 1–2%. В области же малых значений измеряемого межфазного натяжения ($5–8 \cdot 10^{-3}$ Н/м) ошибка останется в пределах до 5%. В итоге абсолютная погрешность оценки межфазного натяжения, если не вводить поправочный коэффициент на неидеальность капли, не превысит $\pm 0{,}5 \cdot 10^{-3}$ Н/м. С учетом общей абсолютной ошибки отдельного измерения $\pm 0{,}5 \cdot 10^{-3}$ Н/м (см. п.5.2) погрешность ориентировочной оценки межфазного натяжения составит $\pm 1 \cdot 10^{-3}$ Н/м.

6.5. Измерение межфазного натяжения производят в следующем порядке.

6.5.1. Согласно указаниям в пп. 3.1, 3.2 и 4.3 настоящей методики определяют объем капли углеводорода (принятого за эталон) в дистиллированной воде. Предварительно углеводород и вода должны быть взаимно насыщены при температуре измерения путем перемешивания или длительного настаивания. Температуру измерения выбирают с учетом имеющихся литературных данных по межфазному натяжению эталонного углеводорода. Желательно, чтобы эта температура была близка к температуре, при которой должно быть измерено натяжение исследуемой системы. Измерение объема капли эталона производят не менее трех раз, каждый раз снова заполняя прибор жидкостью.

6.5.2. По уравнению (П.9.6) вычисляют постоянную прибора для выбранного эталона. Значения межфазного натяжения эталона $\sigma_э$, Н/м, и разность плотностей воды и эталона при температуре измерения берут по литературным данным.

6.5.3. В соответствии с пп.3.1, 3.2 и 4.3 определяют объем капли углеводородной жидкости в водном растворе для исследуемой системы в делениях микрометра. Измерение также повторяют три раза и по среднему значению объема вычисляют по уравнению (П.9.7) межфазное натяжение σ, Н/м. Плотность углеводородной жидкости $d_н$, кг/м^3, и водного раствора $d_{в_р}$, кг/м^3, необходимую для вычисления разности плотностей $\Delta d_c = d_{в_р} - d_н$, определяют по ГОСТ 3900–47 ареометром с точностью до $\pm$ 1 в третьем знаке при температуре определения межфазного натяжения.

ПРИЛОЖЕНИЕ IO

ПРИМЕРЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ ТЕПЛОХИМИЧЕСКОГО ОБЕЗВОЖИВАНИЯ В ЛАБОРАТОРНЫХ УСЛОВИЯХ

Ниже приведены примеры определения параметров предварительного обезвоживания (два примера) и глубокого обезвоживания (один пример), в которых оценка параметров, обеспечивающих заданную глубину обезвоживания, выполнена в соответствии с указаниями п.4.2.4.8 или п.4.2.4.9.

I. ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЕ ОБЕЗВОЖИВАНИЕ

I.I. Проведено исследование процесса предварительного обезвоживания теплохимическим способом промысловой эмульсии с содержанием воды $W_{исх}^{пост}$ = 45,3% масс.; плотность безводной нефти d_4^{20} = 875 кг/м^3, плотность эмульгированной воды II65 кг/м^3, содержание солей в воде 22,I% масс. Первый опыт ставили с параметрами, приведенными в табл.7, которые выбирались в соответствии с п.4.2.4.2. Реагент-деэмульгатор вводили в виде раствора в ксилоле концентрацией I г/I00 мл. Опыт проводят, как указано в п п.4.2.4.3 и 4.2.4.4. Полученные данные по количеству отделившейся воды в процентах к исходному содержанию $W_{отд}$,%, показаны в графической форме в зависимости от температуры отстаивания t,°С, при постоянном удельном расходе реагента q, г/т эмульсии (рис.П.I0.Iа) и от удельного расхода q при постоянной температуре t (рис.П.I0.Iб). Из этих графиков следует (см.п.4.2.4.6), что основной процесс обезвоживания нефти проходит в интервале температур от I5 до 25°С и при удельных расходах реагента от 20 до 50 г/т. Эти значения параметров и выбраны за нижний и верхний уровни матрицы планирования опыта типа 2^2. В этом случае значения параметров в центре плана будут: $q_ц$ = 35г/т и $t_ц$ = 20°С; интервалы варьирования Δq = I5 г/т и Δt =5°С.

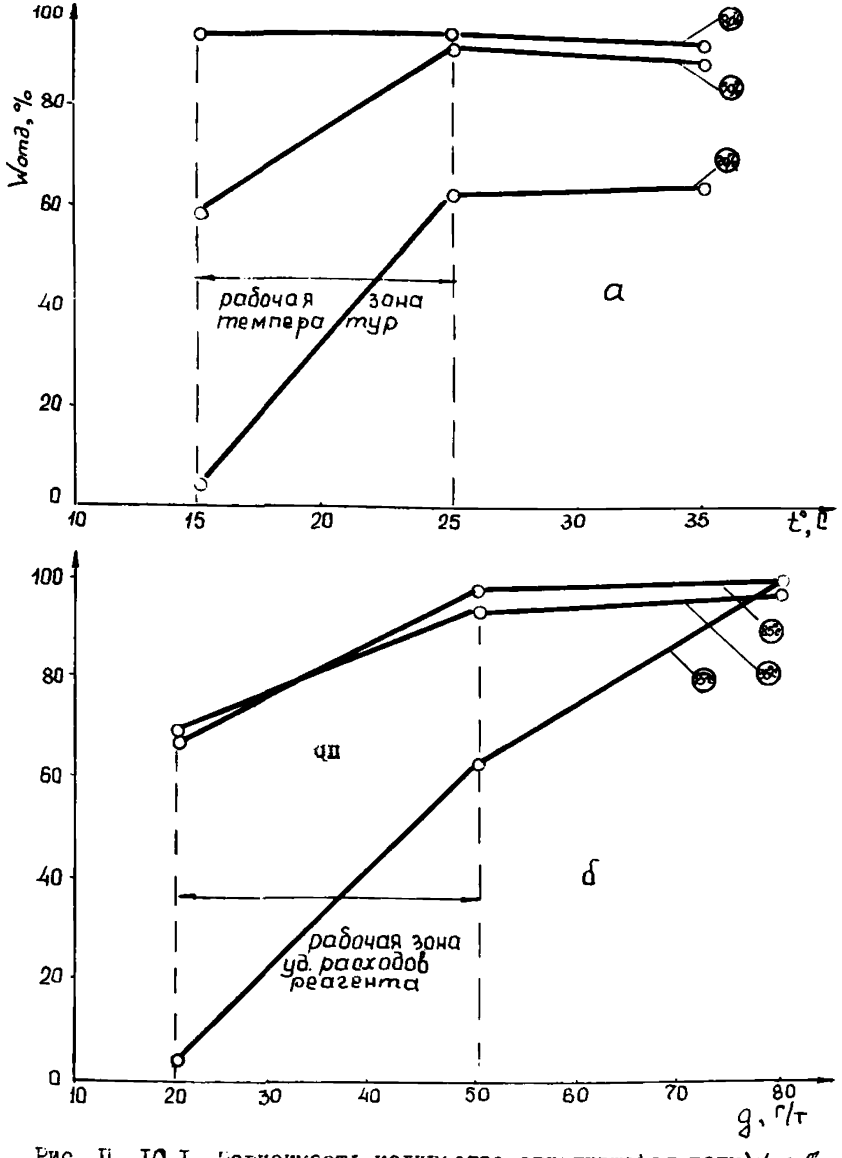


Рис. II. IO.I. Зависимость количества отделившейся воды $W_{отд}$ %, из эмульсии с исходным содержанием воды $W_{исх}^{гост}$ = = 45,3% масс. и полностью обезводной нефти 875 кг/м, продолжительность отстаивания I20 мин: а - от температуры отстаивания t ,°С, при постоянным расходе реагента g , г/т; б - от удельного расхода реагента g , г/т, при постоянной температуре отстаивания t , С

Кодированные значения параметров рассчитываются по уравнениям (I2):

$$X_1 = \frac{q-35}{15}; \qquad X_2 = \frac{t-20}{5}.$$

I.2. Для выбранных значений параметров q и t опыт повторен. В табл.П.I0.I приведены усредненные количества отделившейся воды $W_{отд}$, %, полученные в параллельных пробах двух опытов при времени отстаивания 30, 60, 90 и I20 мин. По этим данным в соответствии с уравнением $lg\, W_{отд} = A - B\theta$ (см.п.4.2.4.I) построены линейные графики в координатах $lg\, W_{отд} - \theta$, приведенные на рис. П.I0.2, где θ представляет кодированное значение времени отстаивания (см.уравнение (I7).

Примечание. Введение кодированного значения для времени отстаивания облегчает вычисления.

Уравнения, связывающие количество отделившейся воды и время отстаивания при постоянных значениях q и t, полученные из линейных графиков на рис. П.I0.2, суть:

I) $lg\, W_{отд} = 0{,}940 - 0{,}480$ при $q = 20$ г/т, $t = I5^{\circ}C$;
2) $lg\, W_{отд} = 2{,}II5 - 0{,}309$ при $q = 50$ г/т, $t = I5^{\circ}C$;
3) $lg\, W_{отд} = I{,}892 - 0{,}062$ при $q = 20$ г/т, $t = 25^{\circ}C$;
4) $lg\, W_{отд} = I{,}996 - 0{,}0062$ при $q = 50$ г/т, $t = 25^{\circ}C$.

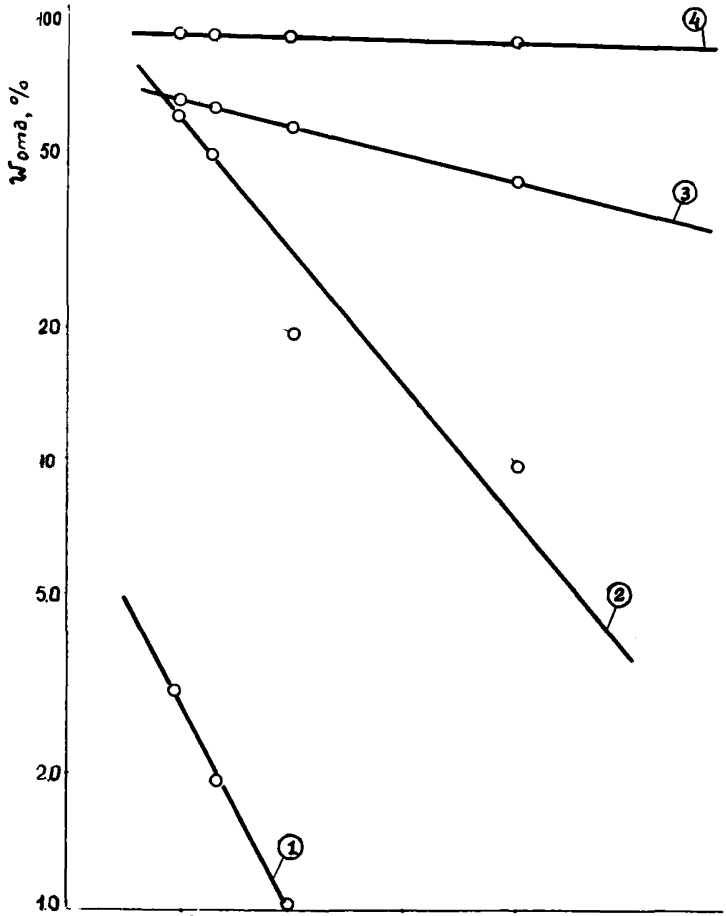
(П.I0.I)

I.3. Выбранные значения уровней удельных расходов реагента и температур отстаивания в натуральном и кодированном виде даны в табл.9. В этой же таблице приведены величины A и B из вышеприведенных уравнений (П.I0.I), являющиеся функциями параметров q и t, и выполнен расчет их интерполяционных уравнений. Подставляя полученные уравнения для величин A и B в уравнение $lg\, W_{отд} = A - B\theta$, получают интерполяционное уравнение для определения количества отделившейся воды в зависимости от пара-

Таблица II.IO.I

Параметры предварительного обезвоживания нефти плотностью 875 кг/м^3, с содержанием воды $W_{исх}^{гост}$ = 45,3% масс (I опыт)

Параметр	Номера проб								
	I	2	3	4	5	6	7	8	9
Удельный расход реагента, г/т эмульсии	20	20	20	50	50	50	80	80	80
Температура отстаивания t °С	I5	25	35	I5	25	35	I5	25	35
Продолжительность отстаивания τ, мин	–	30	–	60	–	90	–	I20	–



№	I	2	3	4
g г/т	20	50	20	50
t °С	I5	I5	25	25

Рис. П.I0.2. Количество отделившейся воды, $w_{отв}$, %, из эмульсии обводненностью $w_{исх}^{пос}$ = 45,3 % и плотностью безводной нефти 875 кг/м3 в зависимости от времени отстаивания τ, мин, при различных температурах отстоя t, °С, и удельном расходе реагента g, г/т

метров обезвоживания q, t и z (в кодированной форме):

$$\lg W_{org} = 1{,}736 + 0{,}320X_1 + 0{,}208X_2 - 0{,}268X_1X_2 - (0{,}2143 - 0{,}0567X_1 - 0{,}1802X_2 + 0{,}0288X_1X_2)\cdot\theta , \qquad (П.10.2)$$

При анализе интерполяционного уравнения необходимо учитывать пределы значений параметров, в которых были определены его коэффициенты. В данном случае, как это следует из табл.П.10.2, эти пределы составляют:

для удельного расхода реагента-от 20 до 50 г/т;

для температуры отстаивания-от 15 до 25°С;

для времени отстаивания-от 30 до 120 мин.

Экстраполяция за указанные пределы нежелательна, так как снижается достоверность полученных данных.

Для анализа интерполяционного уравнения и оценки параметров предварительного обезвоживания нефти определяют по уравнениям (П.10.2) количество отделившейся воды, соответствующее содержанию остаточной воды в обезвоженной нефти 10 и 20% масс. (см.табл.П.10.3)

$$W_{org}^{10} = \frac{45{,}3-10}{45{,}3}\cdot\frac{100-22{,}1}{100-10-22{,}1}\cdot 100 = 89{,}4\% \;;\quad \lg W_{org}^{10} = 1{,}9513;$$

$$W_{org}^{20} = \frac{45{,}3-20}{45{,}3}\cdot\frac{100-22{,}1}{100-20-22{,}1}\cdot 100 = 75{,}14\% \;;\quad \lg W_{org}^{20} = 1{,}8758.$$

По интерполяционному уравнению (П.10.2) вычисляют количество отделившейся воды при различных значениях параметров и сопоставляют его с количеством, соответствующим заданной глубине обезвоживания (10 и 20% остаточной воды). Для этого задаются значениями параметров в пределах их интервалов, пересчитывают их в кодированную форму по уравнениям (12) и (17), подставляют в уравнение (П.10.2), находят значение $\lg W_{org}$, по которому определяют W_{org} при выбранных значениях параметров. Полученные таким образом данные приведены в табл.П.10.4.

Таблица II.IO.2

Матрица планирования опыта предварительного обезвоживания нефти и осредненные данные количества отделившейся воды W_{org} в пробах двух параллельных опытов

№ проб	Параметры				Количество отделившейся воды W_{org} за время, мин				Примечание
	натуральные		кодированные						
	q, г/т	t, °С	X_1	X_2	30	60	90	I20	
I	20	I5	-I	-I	0	0	2	4	При построении линейных графиков (см. рис. II.IO.2) значение $\ell g\, W_{org}$ в пробах, где вода не выделилась, принимают равным нулю.
2	50	I5	+I	-I	I0	20	52	64	
3	20	25	-I	+I	45	58	65	68	
4	50	25	+I	+I	94	94	97	98	

Таблица II.10.3

Вычисление коэффициентов интерполяционных уравнений для величин A и B в уравнении $\lg W_{org} = A - B\theta$ как функции g и t

№ кривых	Параметры натур. g, г/т	t, °C	кодиров. x_I	x_2	$x_I x_2$	Расчет коэффиц. для A: A	A_{xI}	Ax_2	$Ax_I x_2$	Расчет коэффиц. для B: B	Bx_I	Bx_2	$Bx_I x_2$	$\hat{A}$	$\hat{B}$
I	20	I5	-I	-I	+I	0,940	-0,940	-0,940	+0,940	0,480	-0,480	-0,480	+0,480	0,940	0,480
2	50	I5	+I	-I	-I	2,II5	+2,II5	-2,II5	-2,II5	0,309	+0,309	-0,309	-0,309	2,II6	0,309I
3	20	25	-I	+I	-I	I,892	-I,892	-I,892	-I,892	0,062	-0,062	+0,062	-0,062	I,892	0,062
4	50	25	+I	+I	+I	I,996	+I,996	+I,996	+I,996	0,0062	+0,0062	+0,0062	+0,0062	I,996	0,0062
Сумма						6,943	I,279	0,833	-I,07I	0,8572	-0,2268	-0,7208	0,II52	-	-

Вычисление коэффициентов уравнений:

для величины A

$$a_0 = \frac{6,943}{4} = 1,736; \quad a_1 = \frac{1,279}{4} = 0,320; \quad a_2 = \frac{0,833}{4} = 0,208; \quad a_{12} = \frac{1,071}{4} = 0,268;$$

для величины B

$$b_0 = \frac{0,8572}{4} = 0,2143; \quad b_1 = -\frac{0,2268}{4} = -0,0567; \quad b_2 = -\frac{0,7208}{4} = -0,1802; \quad b_{12} = \frac{0,1152}{4} = 0,0288.$$

Интерполяционные уравнения

$$A = 1,736 + 0,320x_I + 0,208x_2 - 0,268x_I x_2;$$
$$B = 0,2143 - 0,0567x_I - 0,1802x_2 + 0,0288x_I x_2.$$

Примечание. В последних столбцах даны значения величин $\hat{A}$ и $\hat{B}$, вычисленные по интерполяционным уравнениям.

Таблица П.10.4

Определение параметров процесса предварительного обезвоживания нефти плотностью d_4^{20} = 875 кг/м^3, обеспечивающих необходимую глубину обезвоживания: $W_к^{ост} \leq 10\%$ или $W_к^{ост} \leq 20\%$ масс. (количество отделившейся воды составляет $W_{отд}^{10} = 89,4\%$; $W_{отд}^{20} = 75,1\%$)

№ режимов	Параметры						Количество отделившейся воды, %		Остаточная вода	Примечание
	натуральные			кодированные						
	q	t	τ	X_1	X_2	θ	$\lg W_{отд}$	$W_{отд}$	$W_к^{ост}$, %	
I	50	25	I20	+I	+I	I	I,9898	97,7	<I0	Изменяется время отстаивания τ
2	50	25	60	+I	+I	2	I,9836	96,3	<I0	
3	50	25	30	+I	+I	4	I,97I2	93,6	<I0	
4	50	20	I20	+I	0	I	I,8984	79,I	I0–20	Изменяется температура отстаивания t
5	50	I5	I20	+I	-I	I	I,8069	64,I	>20	
6	50	I9	I20	+I	-0,I5	I	I,8758	75,I	≈20	
7	35	25	I20	0	+I	I	I,9099	8I,3	I0–20	Изменяется удельный расход реагента q
8	20	25	I20	-I	+I	I	I,8300	67,6	>20	
9	29	25	I20	-0,42	+I	I	I,8758	75,I	≈20	
I0	50	20	90	+I	0	I,5	I,8I96	66,0	>20	Изменяется t и τ
II	35	20	I20	0	0	I	I,52I7	33,2	>20	Изменяется t при пониженном q

Окончание табл.II.I0.4

№ режимов	Параметры						Количество отделившейся воды, %		Остаточная вода $W_{ж}^{ост}$, %	Примечание
	натуральные			кодированные						
	q	t	z	X_1	X_2	Θ	$lg\, W_{отд}$	$W_{отд}$		
I2	35	25	90	0	+I	I,5	I,8925	78,I	I0–20	Изменяется z при пониженном q
I3	35	25	60	0	+I	2,0	I,8758	75,I	~20	
I4	50	20	I80	+I	0	0,67	I,95I3	89,4	~I0	Изменяется t при повышенном z
I5	50	II	I80	+I	-I,8	0,67	I,8758	75,I	=20	

Выбор параметров – удельный расход реагента q, г/т; температура отстаивания t, °С, и продолжительность отстаивания z, мин, т.е. показателей режима процесса предварительного обезвоживания проводят в следующем порядке:

1) определяют w_{org} при максимальных значениях параметров q, t и z (режим I, см. табл.П.I0.4);

2) снижают ступенчато время отстаивания z до нижнего предела, не изменяя другие параметры и контролируя на каждой ступени w_{org} (режимы 2,3; табл.П.I0.4);

Примечание. Ступени снижения времени отстаивания принимают 30 или 60 мин.

3) находят наименьшее значение z, при котором содержание остаточной воды удовлетворяет требованиям режима 3 (табл.П.I0.4);

4) снижают ступенчато температуру отстаивания t при максимальных значениях q и z (режимы I,4,5; табл.П.I0.4);

Примечание. Ступени снижения температуры, а также и удельного расхода реагента принимают равными интервалам варьирования, т.е. 5°С и I5 г/т соответственно.

5) находят наименьшее значение температуры, при котором содержание остаточной воды удовлетворяет требованиям (режим 6, табл.П.I0.4);

6) снижают ступенчато удельный расход реагента q при максимальных значениях t и z (режимы I,7,8; табл.П.I0.4);

7) находят наименьший расход реагента, при котором содержание остаточной воды удовлетворяет требованиям режима 9 (табл. П.I0.4);

8) проверяют одновременное ступенчатое снижение z и t при максимальном значении q (режимы I и I0; табл.П.I0.4);

9) проверяют снижение t при максимальном значении z и пониженном значении q (режимы 7,II; табл.П.I0.4) и снижение z

при максимальном t и пониженном значении q (режимы I,I2, I3, табл.П.I0.4);

I0) проверяют снижение t при повышенном сверх верхнего предела значении τ = I80 мин (режимы I4 и I5, табл.П.I0.4).

Из данных, приведенных в табл.П.I0.4, следует, что предварительное обезвоживание исследуемой нефти возможно при определенных режимах (см. табл. П.I0.5).

2. ГЛУБОКОЕ ОБЕЗВОЖИВАНИЕ

2.I. На промысловой эмульсии с содержанием воды $W_{исх}^{пост}$=I9,2% поставлен опыт по определению параметров глубокого теплохимического обезвоживания. Плотность безводной нефти $d_н^{20}$ = 873 кг/м^3, эмульгированной воды $d_в^{20}$ = II95 кг/м^3, содержание солей в воде 25,8% масс. Исследование проводилось в соответствии с п п.4.2.4.2, 4.2.4.3 и 4.2.4.4. Первый опыт ставился при параметрах, приведенных в табл.П.I0.6. Реагент-деэмульгатор вводился в эмульсию в ксилольном растворе I г/I00 мл. Полученные результаты представлены на рис.П.I0.3, а,б в виде зависимости количества отделившейся воды $W_{отд}$ (в процентах к исходному ее содержанию) от температуры отстаивания при постоянном удельном расходе реагента (см.рис.П.I0.3а) и от удельного расхода при постоянной температуре (см.рис.П.I0.3б). Продолжительность отстаивания I20 мин. На основании анализа графиков (см.п.4.2.4.6) выбраны рабочие интервалы параметров:

температура-от 20 до 50°С,

удельный расход реагента-от 60 до 90 г/т эмульсии,

принятые за уровни в матрице планирования эксперимента типа 2^2 со значениями в центре плана удельного расхода реагента $q_ц$ = 75 г/т и температуры $t_ц$ = 35°С и интервалами варьирования, соответственно, $q_ц$ = I5 г/т и $t_ц$ = I5°С. Кодированные значения параметров рассчитаны по уравнениям (I2):

Таблица П.I0.5

Режимы, обеспечивающие заданную глубину предварительного обезвоживания нефти плотностью 875 кг/м^3

№ режимов	Содержание остаточной воды $W_к^{гост}$, %	Параметры		
		уд.расход реагента q, г/т эмульсии	температура отстаивания t, °С	время отстаивания τ, мин
I	I0	50	25	30
2	I0	50	20	I80
3	I0–20	50	20	I20
4	20	50	II	I80
5	I0–20	35	25	90

Таблица П.10.6

Параметры глубокого обезвоживания нефти плотностью 873 кг/м^3, с содержанием воды $W_{исх}^{Рост}$ = 19,2% (I опыт)

Параметр	Номера проб								
	I	2	3	4	5	6	7	8	9
Удельный расход реагента q, г/т эмульсии	30	30	30	60	60	60	90	90	90
Температура отстаивания t, °С	20	50	80	20	50	80	20	50	80
Продолжительность отстаивания z, мин	-	30	-	60	-	90	-	I20	-

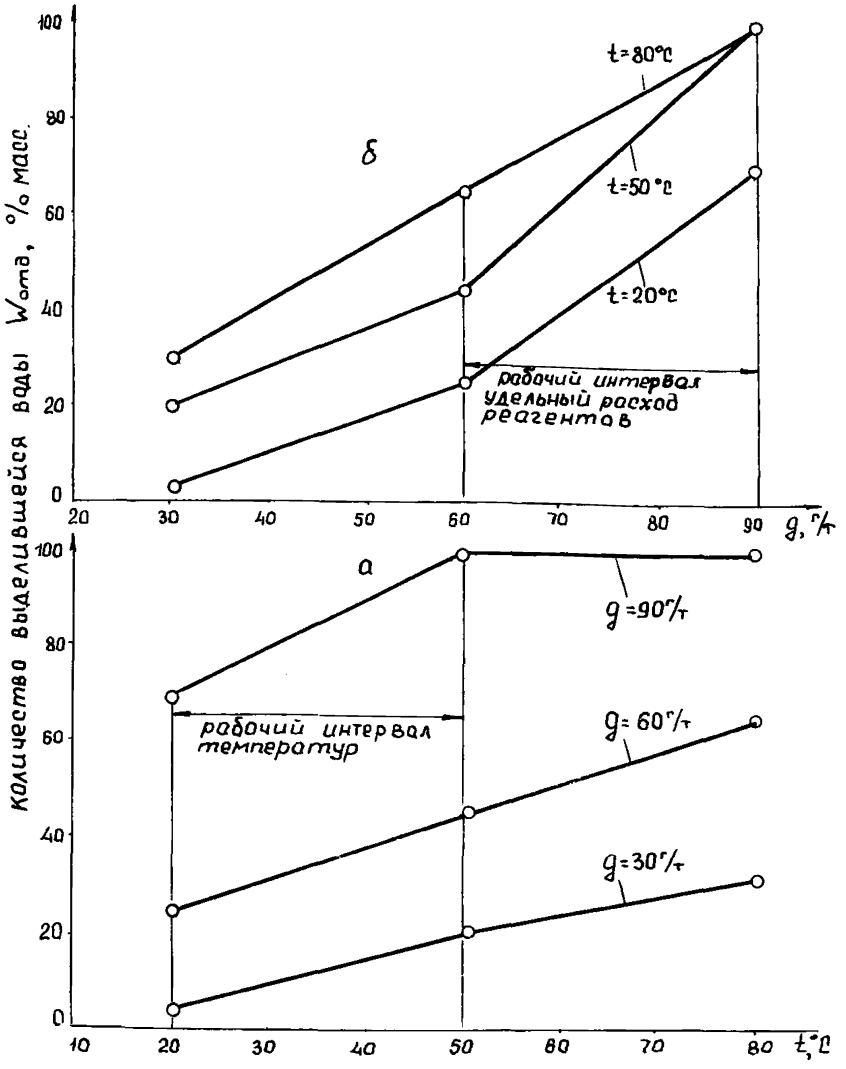


Рис. II.10.3. Зависимость количества отделившейся воды $W_{отв}$ за 120 мин отстаивания при глубоком обезвоживании нефти обводненностью $W_{исх}^{пост}$ = 19,2%:
а – от удельного расхода реагента q, г/т, при постоянной температуре отстаивания t, °С; б – от температуры отстаивания t, °С, при постоянном удельном расходе реагента q, г/т

$$X_1 = \frac{q-75}{15}; \qquad X_2 = \frac{t-35}{15}.$$

2.2. Для выбранных значений параметров опыт повторяют по плану 2^2 и средние значения количества отделившейся воды в пробах двух параллельных опытов при времени отстаивания 30, 60, 90 и 120 мин представлены в табл.П.10.7. По этим данным построены линейные графики $lg\, w_{org} = A - B\theta$ в координатах $lg\, w_{org} - \theta$ (см.п.4.2.4.1), приведенные на рис.П.10.4, где $\theta = \frac{120}{\tau}$ представляет кодированное значение времени отстаивания τ, мин (введение кодированного параметра для времени отстаивания облегчает вычисления). Уравнения линий на рис. П.10.4. будут:

$$\begin{aligned}
&1) \quad lg\, w_{org} = 1{,}66 - 0{,}240\,\theta\,; \\
&2) \quad lg\, w_{org} = 1{,}98 - 0{,}100\,\theta\,; \\
&3) \quad lg\, w_{org} = 1{,}173 - 0{,}073\,\theta\,; \\
&4) \quad lg\, w_{org} = 2{,}041 - 0{,}034\,\theta.
\end{aligned} \qquad (П.10.3)$$

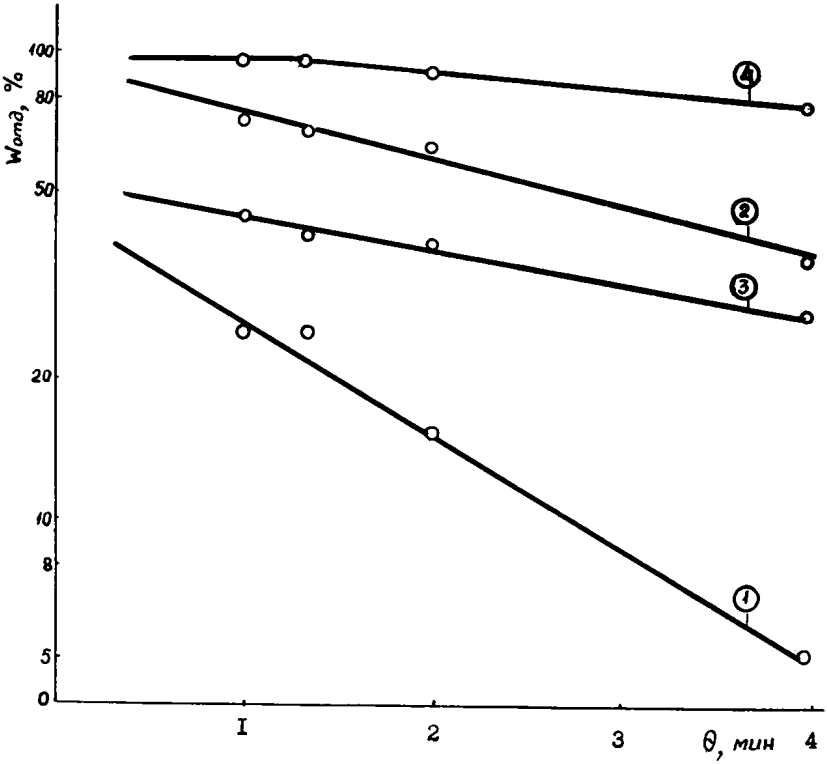
2.3. В табл.П.10.8 помещены значения уровней удельного расхода реагента и температуры в натуральном и кодированном виде и значения коэффициентов A и B из уравнений (П.10.3), являющихся функциями параметров t и q. В табл.П.10.8 также дан расчет коэффициентов интерполяционных уравнений для величин A и B. Подставляя их в уравнение $lg\, w_{org} = A - B\theta$, получают интерполяционное уравнение для количества отделившейся воды в зависимости от всех трех параметров - удельного расхода реагента, температуры и времени отстаивания, взятых в кодированном виде:

$$lg\, w_{org} = 1{,}851 + 0{,}160X_1 + 0{,}031X_2 - 0{,}001X_1X_2 - (0{,}112 - 0{,}045X_1 - 0{,}058X_2 + 0{,}025X_1X_2)\,\theta\,. \qquad (П.10.4)$$

Таблица II.I0.7

Матрица планирования опыта глубокого обезвоживания нефти и осредненные данные двух параллельных опытов по количеству отделившейся воды в пробах $w_{отд}$,%

№ проб	Параметры				Количество отделившейся воды $w_{отд}$, %, за время, мин.			
	натуральные		кодированные					
	g, г/т	t, °С	X_1	X_2	30	60	90	I20
I	60	20	-I	-I	5	5	25	25
2	90	20	+I	-I	35	65	70	70
3	60	50	-I	+I	30	40	40	45
4	90	50	+I	+I	80	95	I00	I00



№	I	2	3	4
g г/т	60	90	60	90
t оС	20	20	50	50

Рис.П.IO.4, Зависимость количества отделившейся воды $W_{отд}$,%, от времени отстаивания, τ, мин, при глубоком обезвоживании нефти с исходным содержанием воды $W_{исх}^{раст}$ = I9,2 % (масс.) при различных значениях удельных расходов реагента g,г/т, и температурах отстаивания t,оС

Таблица П.I0.8

Вычисление коэффициентов интерполяционных уравнений для величин A и B в уравнении $\lg w_{отр} = A - B\frac{I20}{z}$

№ кривых	Параметры					Расчет коэффициента для A				Расчет коэффициента для B				$\hat{A}$	$\hat{B}$
	натур.		кодирован.			A	Ax_1	Ax_2	A_{x1x2}	B	Bx_1	Bx_2	Bx_1x_2		
	g, г/ч	t, °C	x_1	x_2	x_1x_2										
I	60	20	-I	-I	+I	I,660	-I,660	-I,660	+I,660	0,240	-0,240	-0,240	+0,240	I,660	0,240
2	90	20	+I	-I	-I	I,980	+I,980	-I,980	-I,980	0,I00	+0,I00	-0,I00	-0,I00	I,980	0,I00
3	60	50	-I	+I	-I	I,723	-I,723	+I,723	-I,723	0,073	-0,073	+0,073	-0,073	I,723	0,074
4	90	50	+I	+I	+I	2,04I	+2,04I	+2,04I	+2,04I	0,034	+0,034	+0,034	+0,034	2,04I	0,034
	Сумма					7,404	0,638	0,I24	-0,002	0,447	-0,I79	-0,233	0,I0I		

Вычисление коэффициентов уравнений:

для величины A

$$a_0 = \frac{7,404}{4} = I,85I; \quad a_1 = \frac{0,638}{4} = 0,I60; \quad a_2 = \frac{0,I24}{4} = 0,03I; \quad a_{12} = -\frac{0,002}{4} = 0,00I;$$

для величины B

$$b_0 = \frac{0,447}{4} = 0,II2; \quad b_1 = \frac{-0,I79}{4} = -0,045; \quad b_2 = -\frac{0,233}{4} = -0,058; \quad b_{12} = \frac{0,I0I}{4} = 0,025.$$

Интерполяционные уравнения

$$A = I,85I+0,I60x_1+0,03Ix_2-0,00Ix_1x_2 \; ; \quad B = 0,II2-0,045x_1-0,058x_2+0,025x_1x_2 \, .$$

Примечание. В последних столбцах даны значения величин $\hat{A}$ и $\hat{B}$, вычисленные по интерполяционным уравнениям.

2.4. Для анализа интерполяционного уравнения определяют по уравнению (I5) количество отделившейся воды, соответствующее содержанию остаточной воды в обезвоженной нефти $W_{ост}^{1\%} \leq 1\%$ масс.

$$W_{ост}^{\prime} = \frac{W_{исх}^{пост} - 1}{W_{исх}^{пост}} \cdot \frac{100 - q_{исх}}{99 - q_{исх}} \cdot 100 = \frac{19,2-1}{19,2} \cdot \frac{100-25,8}{99-25,8} \cdot 100 = 96,1.$$

Подставляют полученное значение $W_{ост}^{\prime}$ в интерполяционное уравнение (15) и получают уравнение

$$0,1317 = (0,160+0,045\theta)X_1+(0,031+0,058\theta)X_2 - (0,001+0,025\theta)X_1X_2, - 0,112\theta$$

связывающие параметры, выраженные в кодированной форме, для процесса глубокого обезвоживания нефти до содержания остаточной воды $W \leq 1\%$ масс. С помощью уравнений (I2) и (I5) пересчитывают параметры в натуральную форму. Получают уравнение

$$1.0157 = 0,01082q + 0,0024t - 4,44\ 10^{-6}qt - (91,68-0,8267q-1,464t+0,01333qt)\frac{1}{\tau} \cdot \quad (П.10.5)$$

Задаваясь значением времени отстаивания τ, мин, получают уравнения, связывающие удельный расход реагента q, г/т сырой нефти и температуру отстаивания t, °С, обеспечивающие получение обезвоженной нефти с содержанием остаточной воды $W_к^{пост} \leq 1\%$. В графической форме эти уравнения для τ = 90 и 120 мин приведены на рис.П.10.5.

Точки значений t и q, обеспечивающих необходимую глубину обезвоживания ($W_к^{пост} \leq 1\%$), лежат в рабочей зоне, ограниченной линиями связи q и t при данном выбранном τ. и принятыми верхними уровнями для них, т.е. q = 90 г/т и t=50°С. На рисунке эти зоны заштрихованы. Выбирая точку, лежащую внутри рабочей зоны, получают значения всех трех параметров, удельного расхода реагента q, г/т исходной нефти, температуры отстаивания

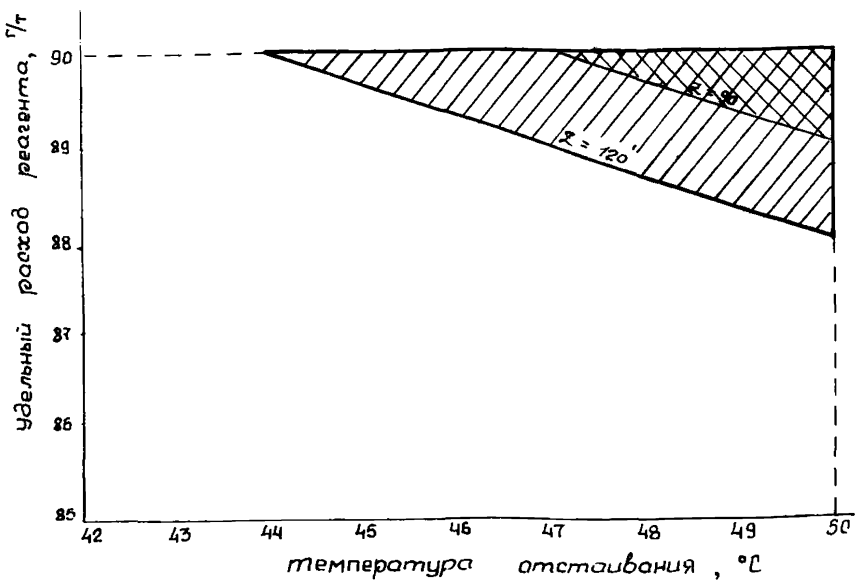


Рис.П.10.5. Рабочие зоны глубокого теплохимического обезвоживания нефти плотностью d_4^{20} = 873 кг/м^3, исходная обводненность $w_{исх}^{гост}$ = 19,2 %, обеспечивающие содержание остаточной воды $w_к^{гост} \leq$ 1 %

▨ – зона продолжительности отстаивания 120 мин;

▩ – зона продолжительности отстаивания 90 мин

t °С и продолжительности отстаивания τ мин, при которых содержание остаточной воды в обезвоженной нефти будет менее I% масс.

Удельный расход реагента пересчитывают на обезвоженную нефть ($W_к^{тост}$ = I%) по уравнению (15).

$$q_{тех} = q_{сир} \cdot \frac{100 - I}{100 - 19{,}2} = q_{сир} \cdot 1{,}225 \text{ г/т},$$

Конкретно: если выбирают удельный расход реагента $q_{сир}$ =90 г/т, то при продолжительности отстаивания I20 мин температуру необходимо поддерживать в пределах 44–47°С; если уменьшить время отстаивания до 90 мин, то температуру необходимо повысить до 48–50°С.

Минимальное время отстаивания получают при значениях удельного расхода и температуры на верхних уровнях. Тогда при q = 90 г/т и t = 50°С (или $X_1 = X_2 = +1$), подставляя эти значения в уравнение (II.I0.5), получают время отстаивания 68 мин.

3. ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЕ ОБЕЗВОЖИВАНИЕ

3.I. На промысловой эмульсии с содержанием воды $W_{исх}^{тост}$ =47% поставлен опыт по определению параметров предварительного обезвоживания с помощью деэмульгатора. Плотность безводной нефти $d_н^{20}$ = 855 кг/м^3, плотность эмульгированной воды $d_в^{20}$ = II75 кг/м^3, содержание солей в воде 23,4% масс. Первый опыт ставился с параметрами, выбранными в соответствии с п.4.2.4.2. Значения параметров приведены в табл.II.I0.9. Опыт проводился, следуя указаниям в п п.4.2.4.3 и 4.2.4.4. Полученные количества отделившейся воды в процентах к исходному содержанию для времени отстаивания 30,60 и I20 мин приведены также в табл.II.I0.9.

По результатам этого опыта построены графики зависимости количества отделившейся воды при τ = I20 мин от удельного расхода реагента при постоянной температуре отстаивания

Таблица П.10.9

Результаты опытов по предварительному теплохимическому обезвоживанию нефти с исходным содержанием воды 47% масс.

№ опытов	Параметры проб		Количество отделившейся воды, $W_{отд}^{1\%}$, % масс.								
			через τ мин			от начала отстаивания					
			I- й опыт			2- й опыт			среднее из двух опытов		
	t, °С	q, г/т	30′	60′	I20′	30′	60′	I20′	30′	60′	I20′
I	I5	20	0	0	I,5	0	0	I,0	0	0	I,25
2	I5	40	0	9,6	30,8	7,7	I9,2	26,9	3,8	I4,4	28,8
3	I5	60	0	7,7	23,I	-	-	-	-	-	-
4	25	20	30,8	48,I	67,3	-	-	-	-	-	-
5	25	40	7I,2	86,5	90,5	-	-	-	-	-	-
6	25	60	2I,2	30,8	77,0	-	-	-	-	-	-
7	35	20	7I,2	79,0	82,7	58,4	73,0	8I,2	64,8	76,0	82,0
8	35	40	98,2	I00,0	I00,0	8I,0	94,5	98,2	89,6	97,2	99,I

(рис.П.10.6,а) и от температуры отстаивания при постоянном удельном расходе реагента (рис.П.10.6,б). Из этих графиков видно, что повышение удельного расхода реагента свыше 40 г/т приводит к уменьшению количества выделившейся воды. Увеличение же температуры приводит к непрерывному нарастанию количества выделившейся воды. Таким образом, для исследуемой нефти рабочим интервалом для реагента следует принять удельные расходы q от 20 до 40 г/т и температуру t от 15 до 35°С. Выбранные значения параметров q и t представляют верхние и нижние уровни матрицы планирования типа 2^2 со значениями в центре плана удельного расхода реагента q_4 = 30 г/т и температуры отстаивания t_4 = 25°С и с интервалом варьирования Δq =10 г/т и Δt = 10°С. Кодированные значения параметров рассчитываются по уравнениям (12)

$$x_1 = \frac{q-30}{10}; \qquad x_2 = \frac{t-25}{10}.$$

3.2. Для выбранных значений расхода реагента и температуры отстаивания опыт повторяют. В табл.П.10.10 приведены полученные данные и рассчитаны средние значения количества отделившейся воды в пробах двух параллельных опытов для времени отстаивания 30,60 и 120 мин. По этим данным построены линейные графики в координатах $\lg W_{отд} - \theta$ (рис. П.10.7), которым соответствуют следующие уравнения:

$$\begin{aligned}
&1)\ \lg W_{отд} = 0{,}091 - 0{,}023\,\frac{120}{\tau};\\
&2)\ \lg W_{отд} = 1{,}75 - 0{,}295\,\frac{120}{\tau};\\
&3)\ \lg W_{отд} = 1{,}948 - 0{,}0340\,\frac{120}{\tau};\\
&4)\ \lg W_{отд} = 2{,}011 - 0{,}014\,\frac{120}{\tau}.
\end{aligned} \qquad (П.10.6)$$

Выбранные значения уровней удельных расходов реагента и температур отстаивания в натуральном и кодированном виде даны в табл.П.10.11. В этой же таблице даны значения коэффициентов А и В

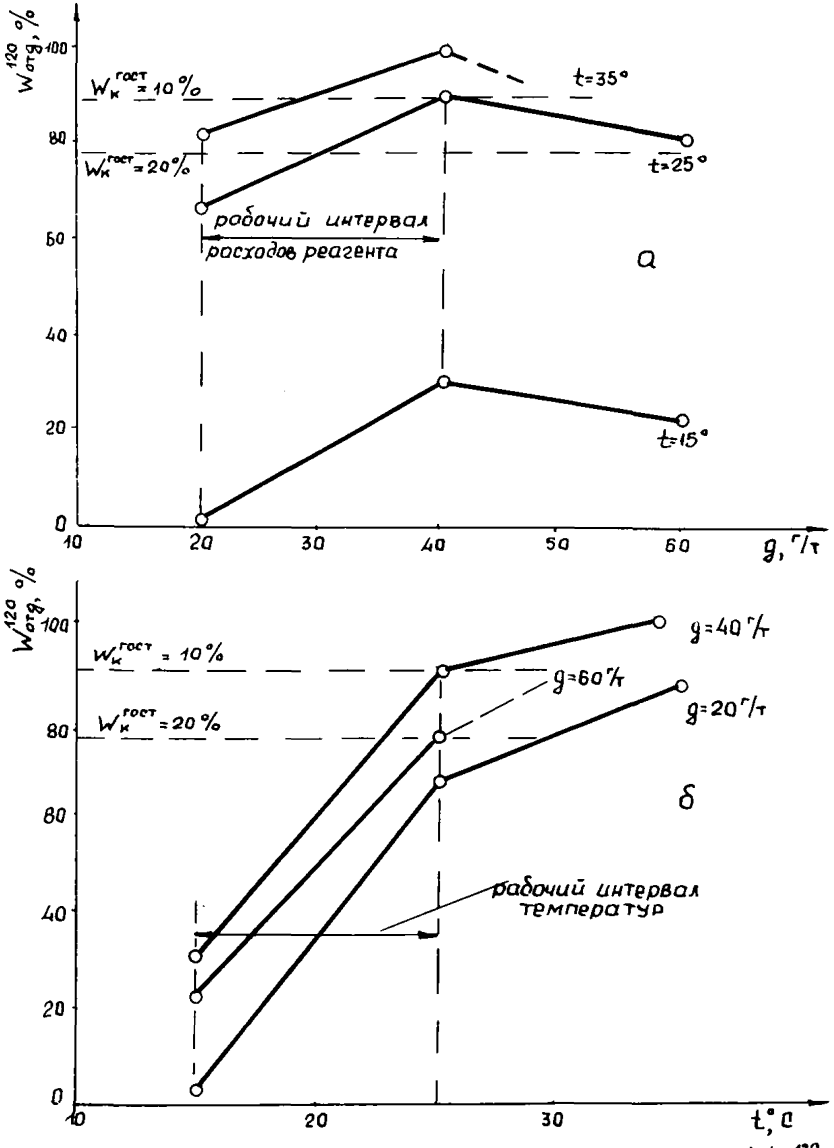
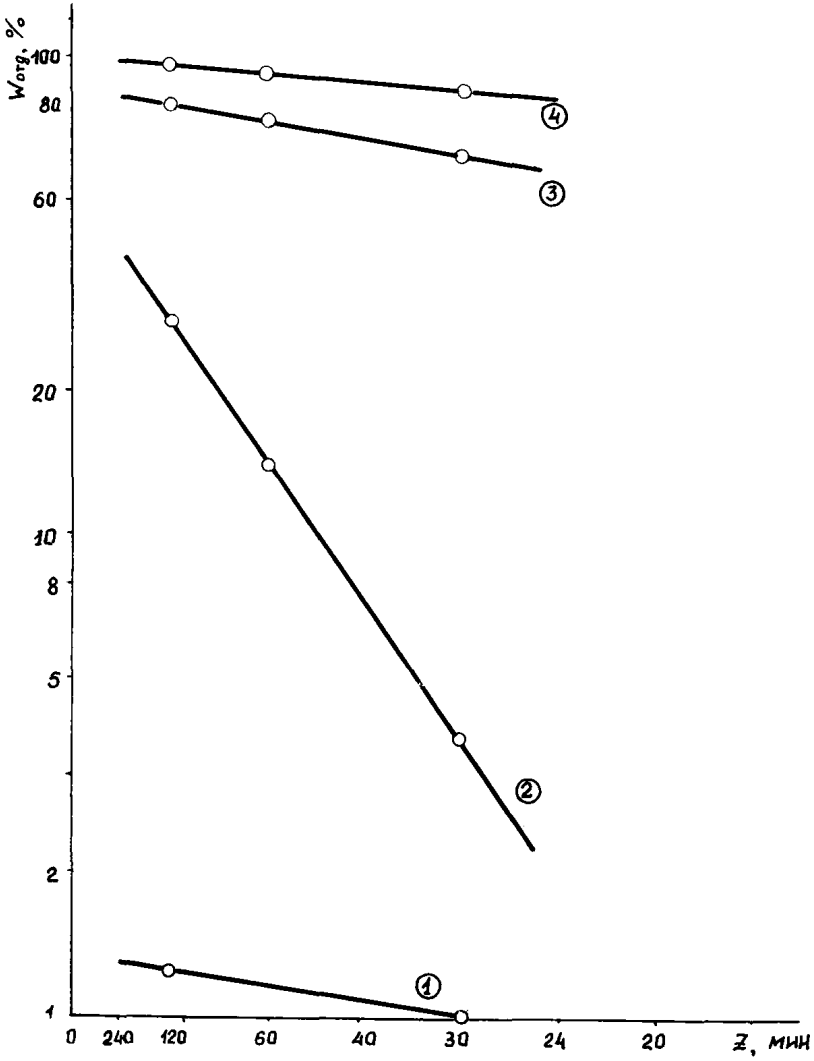


Рис. II. 10.6. Зависимость количества отделившейся воды $W_{отg}^{120}$ за 120 мин отстаивания от промысловой эмульсии: а – от удельного расхода реагента g, г/т, при постоянной температуре отстаивания t, °С; б – от температуры отстаивания t, °С, при постоянном удельном расходе реагента g, г/т

Таблица II.I0.I0

Определение параметров технологического режима процесса глубокого обезвоживания нефти плотностью d_4^{20} = 873 кг/м³, обеспечивающих необходимую глубину обезвоживания $w_к^{гост} \leq I,0\%$ (количество отделившейся воды $w_{отд}^{1\%} = 96,09$; $lg\, w_{отд}^{1\%} = I,9827$)

№ режимов	Параметры						Количество отделившейся воды, %		Остаточная вода $w_к^{гост}$, %	Примечание
	натуральные			кодированные						
	q, г/т	t, °С	τ, мин	X_I	X_2	θ	$lg\, w_{отд}$	$w_{отд}$		
I	90	50	I20	+I	+I	I	2,0070	I00	< I,0	Изменяется время отстаивания τ
2	90	50	90	+I	+I	I,5	I,9900	97,8	< I,0	
3	90	50	60	+I	+I	2	I,9730	94,0	> I,0	
4	90	53	60	+I	I,2	2	I,9827	96,I	~ I,0	
5	90	35	I20	+I	0	I	I,9440	87,9	> I,0	Изменяется температура отстаивания t
6	90	44	I20	+I	0,62	I	I,9830	96,I	~I,0	
7	75	50	I20	0	+I	I	I,8280	67,3	>> I,0	Изменяется удельный расход реагента q
8	88	50	I20	0,82	+I	I	I,9830	96,I	~I,0	



№	I	2	3	4
t, °C	I5	I5	35	35
g, г/т	20	40	20	40

Рис.II.I0.7. Зависимость количества отделившейся воды W_{org} от времени отстаивания z при постоянном удельном расходе реагента g и температуре отстаивания t

Таблица П.IO.II

Вычисление коэффициентов интерполяционных уравнений для величин A и B в уравнении $lg\ w_{org} = A - B\frac{120}{T}$

№ проб	Значения параметров					Коэффициенты уравнений		Вычисление коэффициентов интерполяционных уравнений						$\hat{A}$	$\hat{B}$
	натур.		кодирован.					для величины A			для величины B				
	q, г/т	t,°C	x_1	x_2	x_1x_2	A_i	B_i	x_1A_i	x_2A_i	$x_1x_2A_i$	x_1B_i	x_2B_i	$x_1x_2B_i$		
I	20	I5	-I	-I	.I	0,09I	0,023	-0,09I	-0,09I	+0,09I	-0,023	-0,023	+0,023	0,09I	0,023
2	40	I5	+I	-I	-I	I,750	0,295	+I,750	-I,750	-I,750	+0,295	-0,295	-0,295	I,749	0,295
3	20	35	-I	+I	-I	I,948	0,034	-I,948	+I,948	-I,948	-0,034	+0,034	-0,034	I,949	0,034
4	40	35	+I	+I	+I	2,0II	0,0I4	+2,0II	+2,0II	+2,0II	+0,0I4	+0,0I4	+0,0I4	2,0II	0,0I4
						5,800	0,366	I,722	2,II8	-I,597	0,252	-0,270	-0,292		

Коэффициенты интерполяционных уравнений:

для величины A $a_0 = \frac{5,80}{4} = I,45$; $a_1 = \frac{I,722}{4} = 0,4305$; $a_2 = \frac{2,II8}{4} = 0,5295$; $a_{12} = -\frac{I,597}{4} = -0,3992$;

для величины B $b_0 = \frac{0,369}{4} = 0,09I5$; $b_1 = \frac{0,252}{4} = 0,0630$; $b_2 = -\frac{0,270}{4} = -0,0675$;

$b_{12} = -\frac{0,292}{4} = -0,073$.

из вышеприведенных уравнений (П.10.6), являющихся функциями параметров g и t, и дан расчет их интерполяционных уравнений.

Подставляя полученные уравнения для коэффициентов А и В в уравнение $\lg W_{отд} = A - B\,\theta$, получают интерполяционное уравнение:

$$\lg W_{отд} = 1{,}450 + 0{,}430X_1 + 0{,}530X_2 - 0{,}399X_1X_2 - (0{,}0915 + 0{,}0630X_1 - 0{,}0675X_2 - 0{,}0730X_1X_2)\cdot\theta, \qquad (П.10.7)$$

связывающее количество отделившейся воды с параметрами процесса: расходом реагента, температурой и продолжительностью отстаивания, выраженными в кодированной форме.

При анализе интерполяционного уравнения необходимо учитывать пределы значений параметров, в которых определены коэффициенты уравнения. В данном случае, как это следует из табл. 1, эти пределы составят:

для удельного расхода реагента-от 20 до 40 г/т;

для температуры отстаивания-от 15 до 35°С;

для продолжительности отстаивания-от 30 до 120 мин.

Экстраполяция за указанные пределы нежелательна, а иногда просто недопустима. В частности, в данном примере экстраполяция в сторону увеличения расхода используемого реагента с 40 до 60 г/т, наоборот, приводит к снижению глубины обезвоживания.

Для анализа интерполяционного уравнения и оценки параметров предварительного обезвоживания нефти определяют по уравнениям (3,а, б) количество отделившейся воды, соответствующее 10 и 20% масс. содержания остаточной воды в обезвоженной нефти:

$$W_{отд}^{10} = \frac{47-10}{47}\cdot\frac{100-23{,}4}{100-10-23{,}4}\,100 = 90{,}6\%; \quad \lg W_{отд}^{10} = 1{,}9571;$$

$$W_{отд}^{20} = \frac{47-20}{47}\cdot\frac{100-23{,}4}{100-20-23{,}4}\,100 = 77{,}7\%; \quad \lg W_{отд}^{20} = 1{,}8904.$$

Подставляют в интерполяционное уравнение (П.10.7) полученные значения количества отделившейся воды при заданной глубине обезвоживания и выводят уравнения, связывающие значения параметров, обеспечивающих получение нефти с требуемым содержанием остаточной воды:

при $W_к^{ост} \leq 10\%$ масс.

$$0,430X_I+0,530X_2-0,399X_IX_2-(0,0915+0,0630X_I-0,0675X_2 - 0,0730X_IX_2)\cdot\Theta \leq 0,5071;$$

при $W_к^{ост} \leq 20\%$ масс.

$$0,430X_I+0,530X_2-0,399X_IX_2-(0,0915+0,0630X_I-0,0675X_2 - 0,0730X_IX_2)\cdot\Theta \leq 0,4404.$$

Принимая удельный расход реагента равным 30 и 40 г/т эмульсии, чему соответствуют значения в кодированной форме X_I, равные 0 и +1, подставляют последние в уравнения, приведенные выше. Получают уравнения, связывающие температуру и время отстаивания, выраженные в кодированной форме:

1) $0,530X_2-(0,0915-0,0675X_2)\cdot\Theta \leq 0,5071$

для $W_к^{ост} \leq 10\%$; $q = 30$ г/т;

2) $0,530X_2-(0,0915-0,0675X_2)\cdot\Theta \leq 0,4404$

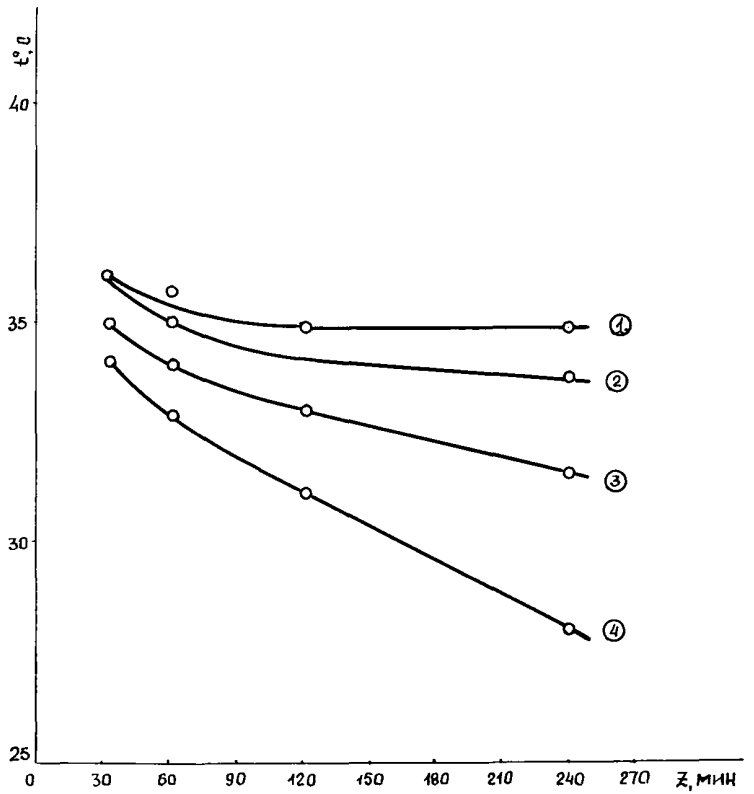
для $W_к^{ост} \leq 20\%$; $q = 40$ г/т;

3) $0,131X_2-(0,1545-0,1405X_2)\cdot\Theta \leq 0,9771$

для $W_к^{ост} \leq 10\%$; $q = 30$ г/т;

4) $0,131X_2-(0,1545-0,1405X_2)\cdot\Theta \leq 0,0104$

для $W_к^{ост} \leq 20\%$; $q = 40$ г/т.



№	I	2	3	4
g, г/т	30	30	40	40
$w_к^{гост}$	I0	20	I0	20

Рис.II.I0.8. Зависимость продолжительности отстаивания τ мин от температуры отстаивания t, оС, при заданном расходе реагента g, г/т, обеспечивающие предварительное обезвоживание промысловой эмульсии до содержания остаточной воды $w_к^{гост}$, I0 и 20 % масс.

$w_{исх}^{гост}$ = 47 % масс.

Графики этих уравнений, пересчитанные на натуральную форму параметров по уравнениям: $x_2 = \frac{t-35}{10}$ и $\theta = \frac{120}{z}$, показаны в координатах $t - z$ на рис.II.10.8. По этим графикам можно определить для данного времени отстаивания нефти минимальную температуру, необходимую для достижения заданной глубины обезвоживания и выбранного расхода реагента. Так, при времени отстаивания 120 мин для того, чтобы получить обезвоженную нефть с содержанием остаточной воды 20% и менее, необходима минимальная температура отстаивания $t_{мин} = 31^{\circ}C$ при расходе реагента 40 г/т эмульсии, при исходной обводненности нефти $w_{исх}^{ГОСТ} = 47\%$.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ

I. ГОСТ 9965-76. Нефть. Степень подготовки для нефтеперерабатывающих предприятий . Технические условия.

2. ВСН 22-79. Временные указания по составлению схем развития и размещения нефтяной промышленности нефтедобывающего района.

3. ВСН I0-72. Временная инструкция по разработке технико-экономических обоснований (ТЭО), рабочих чертежей и смет для строительства объектов обустройства нефтяных, газовых и газоконденсатных месторождений .

4. ВНТП 3-77. Нормы технологического проектирования объектов сбора, транспорта, подготовки нефти, газа и воды нефтяных месторождений.

5. РД 39-I-I59-79. Унифицированные технологические схемы комплексов сбора и подготовки нефти, газа и воды нефтедобывающих районов .

6. ОСТ 39-06I-78. Установки подготовки нефти. Параметрические ряды.

7. Самков А.Н., Шабашев Е.Ф. Пилотная установка для определения технологических параметров процессов обезвоживания нефти. Тр. Гипровостокнефти, Куйбышев, 1977, вып. XXX, с. 80.

8. Баймухаметов Д.С., Федорищев Т.И., Ларионов А.А. Пилотная установка для изучения процессов деэмульгирования нефти: Тр. Гипротюменнефтегаза, 1974, вып. 41, с. 117.

9. Петров А.А., Афанасьев В.М., Валяев Б.Г. и др. Сбор, подготовка нефти и очистка сточных вод. Куйбышев: Кн. изд. -во, 1969.

I0. А.с. 912203 (СССР). Устройство для обработки нефти в электрическом поле/ А.I. Соколов, Е.Ф. Шабашев, А.А. Петров. -

Заявл. 08.07.80г., Опубл. в Б.И., 1982, № 10.

11. Моисейков С.Ф., Ракинцева В.Е., Солодков В.Н. Выбор технологии и режима обезвоживания и обессоливания нефтей: Тр. Туркменского филиала ВНИИ, 1969, вып.XI, с. 339.

12. Методика определения деэмульгирующей способности ПАВ. Куйбышев, Гипровостокнефть, 1971.

13. Федорищев Т.И., Баймухаметов Д.С., Латыпов В.Х. Совершенствование методов определения активности деэмульгаторов и степени дисперсности водонефтяных эмульсий: Тр. Гипротюменнефтегаза, 1972, вып.34, с. 25.

14. Скипин В.С. Исследование кинетики отстоя при разрушении водонефтяных эмульсий в электрическом поле : Тр.СибНИИНП, 1976, вып.5, с. 86.

15. Хожайлов Н.К., Петров А.А., Борисова Н.П. Лабораторная электрообезвоживающая и электрообессоливающая установка: Тр.Гипровостокнефти, Куйбышев, 1971, вып. XIII.

16. А.с. 256144 (СССР). Устройство для моделирования процесса движения и обработки нефти в промысловых электродегидраторах./ А.А. Петров, Н.К. Хожайлов. - Заявл. 20.12.65; Опубл. в Б.И. 1969, № 34.

17. Веретенникова И.В., Петров А.А., Борисов С.И. и др. Разделение и характеристика фракций тяжелой асфальтово-смолистой части нефти, как стабилизатора нефтяных эмульсий:- Тр. Гипровостокнефти, Куйбышев, 1975, вып. XXIV.

18. Веретенникова И.В., Петров А.А., Валяев Б.Г. Состав потенциальных стабилизаторов нефтяных эмульсий и их связь с параметрами обезвоживания при низких температурах: - Тр. Гипровостокнефти, Куйбышев, 1975, вып. XXVI, с. 124.

19. Мансуров Р.И., Позднышев Г.Н., Панченков Г.П. О количественном критерии оценки эмульгирующих свойств нефтей: Тр

ВНИИСПТнефть, 1973, вып.XI, с. 260.

20. Маринин Н.С., Аржанов Ф.Г., Каган Я.М. и др. Сбор, сепарация и деэмульсация нефти на месторождениях Западной Сибири: Обзор ВНИИОЭНГа, ер.нефтепромысловое дело, М., 1976,с. 21-22.

21. Пелевин Л.А., Позднышев Г.Н., Байков Н.М. и др. Разработка принципиальных технологических схем центральных пунктов подготовки нефти с учетом специфических особенностей продукции скважин. - В кн.: Состояние и перспективы развития техники и технологии сбора, подготовки нефти, газа и воды в отрасли. Материалы докл. Всесоюзн. координационного совещания, сентябрь 1974г, Уфа, 1974, с. 22.

22. Каспарьянц К.С., Кузин В.И., Петров А.А. К вопросу стандартизации и унификации установок подготовки нефти. - Нефтепромысловое строительство, 1973, № 4, с. 17.

23. Борисов С.И., Петров А.А., Веретенникова И.В. и др. Оценка параметров деэмульсации нефтей для новых нефтяных месторождений.-Нефтяное хозяйство, 1974, № 7, с. 38.

24. Позднышев Г.Н., Мансуров Р.И., Ручкина Р.М. и др. Прогнозирование свойств промысловых эмульсий и подбор эффективных деэмульгаторов для их разрушения. - В кн.: Опыт и перспективы подготовки Западно-Сибирских нефтей. Материалы конференции. Свердловск, 1976.

25. Meigs. F.H and R.W. Mitchell. Journ. Petrol. Techn. May, 1974, p.563. Оптимизация условий коалесценции нефтепромысловых эмульсий .

26. Стренк Ф. Перемешивание и аппараты с мешалками , Пер. с польск. Л.: Химия, 1975, с. 384.

27. РД 39-1-401-80. Руководство по применению реагентов-деэмульгаторов при деэмульсации нефти на месторождениях Западной Сибири .

28. Тронов В.П. Разрушение эмульсий при добыче нефти. М.: Недра, 1974.

29. Временная инструкция по методике расчета секционных каплеобразователей и отстойной аппаратуры при обезвоживании и обессоливании нефти./ТатНИПИнефть,-Бугульма, 1975 .

30. Антипьев В.Н., Каган Я.М., Никитинская Ю.К. Теоретические предпосылки моделирования процесса внутритрубопроводной деэмульсации нефти. - Тр. Гипроткменнефтегаза, 1971, вып.26, с. 56.

31. Антипьев В.П. Моделирование процесса трубной деэмульсации нефти в лабораторных условиях. - Нефтепромысловое строительство, 1977, № 1, с. 24.

32. Адлер Ю.П., Маркова Е.В., Грановский Ю.В. Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий. М.: Наука 1976.

33. Зедгенидзе И.Г. Планирование эксперимента для исследования многокомпонентных систем. М.: Наука, 1976.

34. Протасова Л.А., Емков А.А., Позднышев Г.Н. и др. Определение эффективности и оптимальных условий применения деэмульгатора при разрушении нефтяных эмульсий.-Нефтепромысловое дело, 1976, № 10, с. 19.

35. Каминский В.А., Степаненко А.Н. О разделении эмульсий типа "вода в масле" в восходящем потоке в электрическом поле .- Коллоид. журнал, 1975, XXXУП, вып. 6.

36. Маринин Н.С., Скипин В.С., Молодкин Н.Г. Выявление зависимостей, характеризующих процесс разрушения водонефтяной эмульсии в электрических полях.-Проблемы нефти и газа Тюмени, 1978, вып.37.

37. Смирнов Ю.С., Позднышев Г.Н., Петров А.А. Измерение поверхностного натяжения на границе нефть-раствор ПАВ методом взвешивания капли. - Тр.Гипровостокнефти, 1967, вып.X

6. СОДЕРЖАНИЕ

	Стр.
I. Общие положения	3
2. Объекты исследования	6
3. Методика оценки параметров подготовки на основе свойств безводных нефтей	8
3.I. Оценка по общим физико-химическим свойствам безводных нефтей	8
3.2. Оценка параметров подготовки нефтей по содержанию потенциальных стабилизаторов нефтяных эмульсий в безводных нефтях	I3
4. Определение параметров подготовки нефтей по результатам лабораторных исследований их эмульсий	I8
4.I. Объекты исследования	I8
4.2. Определение параметров предварительного и глубокого обезвоживания нефтей теплохимическим способом в лабораторных условиях	I9
4.3. Определение параметров электрического обезвоживания и обессоливания нефтей	37
5. Методика получения исходных данных для проектирования установок подготовки нефти на пилотных установках	66
5.I. Общие положения	66
5.2. Пилотная установка для приготовления газонасыщенных эмульсий	67
5.3. Методика определения параметров процессов предварительного и глубокого теплохимического обезвоживания нефти на пилотной установке	79
5.4. Методика определения параметров процессов глубокого электрического обезвоживания и	

Стр.

электрического обессоливания нефтей на пилотной установке 95

Приложения

I. Методика приготовления искусственной эмульсии воды в нефти I26

2. Исследование состава потенциальных стабилизаторов нефтей I40

3. Методика перемешивания нефтяной эмульсии с реагентом-деэмульгатором при лабораторных исследованиях процессов промысловой подготовки нефти I50

4. Отстойник стальной для температур 80-I20° I64

5. Плотность водных растворов хлористого натрия I65

6. Таблица случайных чисел I66

7. Значения критерия Фишера I67

8. Значения критерия Кохрена I68

9. Методика измерения поверхностного (межфазного) натяжения на границе раздела нефть-раствор ПАВ методов взвешивания капли I69

I0. Примеры определения параметров теплохимического обезвоживания в лабораторных условиях I83

II. Список использованных материалов 2I5

Содержание 2I9

gost.e-ecolog.ru