УТВЕРЖДЕНО

МИНИСТЕРСТВО НЕФТЯНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Заместитель министра

_____ Э.М.Халимов

"18" мая 1979г.

Лабораторные методы и приборы для определения давления насыщения нефти газом. Общие технические требования. Оценка точности.

Государственный институт по проектированию и исследовательским работам в нефтяной промышленности "Гипровостокнефть"

Директор института, КТН _____ П.А.Палий

Главный инженер института, КТН _____ К.С.Каспарьянц

Заведующий отделом стандартизации _____ Ю.Д.Владимиров

Руководитель темы, заведующий отделом исследования нефтей и газов, КТН _____ М.Д.Штоф

Ответственный исполнитель, заведующий сектором _____ Б.Н.Райхман

Согласовано:

Техническое управление Миннефтепрома

Начальник Управления _____ Г.И.Григорашенко

Начальник отдела стандартизации и метрологии _____ В.М.Фролов

Управление по развитию техники, технологии и организации добычи нефти и газа

Начальник Управления _____ В.В.Гнатченко

gost.e-ecolog.ru

Начальник отдела техники
сбора и подготовки нефти Н.М.Байков

Управление разработки нефтяных
и газовых месторождений

Начальник Управления В.М.Юдин

Начальник отдела проектирования
разработки нефтяных месторождений В.Е.Гавура

Управление по автоматизации

Начальник Управления В.А.Малецкий

Начальник производственного
отдела В.Т.Дробах

Головная организация по стандартизации

Всесоюзный научно-исследовательский

институт организации управления
и экономики нефтегазовой промышленности
"ВНИИОЭНГ"

Директор Р.Ш.Мингареев

Заведующий лабораторией
стандартизации В.Н.Тучин

Головная организация по метрологии

Всесоюзное объединение
"Союзнефтеавтоматика"

Начальник объединения Ф.Р.Сейль

Начальник отдела метрологии А.М.Долгушин

29.01.73

Группа А 29

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

ЛАБОРАТОРНЫЕ МЕТОДЫ И ПРИБОРЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕНИЯ НЕФТИ ГАЗОМ.
Общие технические требования.
Оценка точности

ОСТ 39-087-79

Вводится впервые

Приказом Министерства нефтяной промышленности
от 24 мая 1979 №279 срок введения установлен с 01.01 1980 г.

Настоящий стандарт распространяется на лабораторные методы и приборы, предназначенные для определения давления насыщения нефти газом (в дальнейшем - давление насыщения). Стандарт устанавливает технические требования, которые необходимо выполнять при разработке новых и использовании существующих методов и приборов для определения давления насыщения.

Стандарт не распространяется на методы и приборы для определения давления насыщения непосредственно в скважине.

I. ОБЩИЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ К МЕТОДАМ И ПРИБОРАМ, ПРЕДНАЗНАЧЕННЫМ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕНИЯ НЕФТИ ГАЗОМ

I.I. Каждый из методов и приборов должен обеспечивать возможность определения давления насыщения пластовых нефтей с физико-химическими свойствами, изменяющимися в широком интервале. Допускается , как исключение, разработка методов и приборов для узкого набора нефтей с аномальными свойствами.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
КОМИТЕТ СТАНДАРТОВ
Совета Министров СССР
...ровано и внесено в ...
государственной регистрации
79.11.22 за № 8144838

I.2. Метод измерения и конструкция прибора должны обеспечивать безопасность и безвредность их для обслуживающего персонала.

I.3. Конструктивное оформление приборов должно соответствовать современным требованиям эстетики и эргономики.

I.4. Воздействие на пробу в процессе определения давления насыщения должно позволять проводить повторное измерение. При этом предпочтительно применение методов и приборов, разрешающих дальнейшее использование пробы для исследования других параметров нефти. Конструкция прибора должна допускать использование его в комплексе с другой аппаратурой для исследования пластовых нефтей.

I.5. Гидравлическая схема прибора, формы рабочей камеры, перемешивающее устройство, применяемая методика должны обеспечить возможность заполнения прибора нефтью с сохранением ее свойств.

I.6. Система термостатирования рабочей камеры и перемешивающее устройство должны обеспечить во время определения давления насыщения постоянство температуры в пределах погрешности ее измерения во всем объеме исследуемой пробы.

I.7. Прибор должен быть оснащен устройствами, измеряющими PVT параметры исследуемой пробы с точностью, соответствующей точности прибора и метода измерения.

I.7.I. Погрешность определения давления насыщения, связанная с измерением и поддержанием температуры пробы, не должна превышать $\pm$ 0,5%. При этом погрешность измерения температуры не должна быть больше $\pm$ 0,5^{o}C.

I.7.2. Погрешность определения давления насыщения, связанная с измерением объема пробы, не должна превышать $\pm$ 0,2%. При этом погрешность измерения объема не должна быть больше $\pm$0,0I%.

I.7.3. Погрешность измерения давления насыщения, связанная с измерением давления, не должна превышать $\pm$I,8%. Необходимая точность измерения давления обеспечивается в основном правильным выбором манометра. Рекомендации по выбору манометров см. в приложении 2.

I.8. Погрешность определения давления насыщения , слагаемая из случайных и систематических составляющих (погрешности, связанные с отклонением температуры от заданной, измерением объема и давления, заполнением рабочей камеры пробой, отклонением от рав-

новесия в момент измерения, методикой обработки результатов измерения и др.) с надежностью не менее 95%, не должна превышать ±5%.

I.9. В момент измерения параметров, необходимых для определения давления насыщения, исследуемая проба должна находиться в состоянии, близком к равновесному; недопустимо перенасыщенное или недонасыщенное состояние пробы. Степень приближения к равновесному состоянию является одной из определяющих точности измерения давления насыщения.

I.9.I. Приборы, основанные на методах с непрерывным слежением за появлением газовой фазы (например, ультразвуковой, визуальный методы), должны быть оснащены устройствами для поддержания пробы в равновесном состоянии. Критерием равновесного состояния является сходимость результатов последовательных измерений на одной пробе в пределах погрешности прибора при изменении скорости снижения давления и интенсивности перемешивания.

I.9.2. Для методов со ступенчатым снижением давления (например, объемный метод) допускается неравновесный переход от отсчета к отсчету. Недостаточно интенсивное перемешивание может быть компенсировано его продолжительностью. Критерием равновесия при измерении является постоянство P V T - параметров пробы.

I.I0. Измерение давления насыщения необходимо проводить на нескольких пробах исходной нефти до получения сходимости; разница между результатами повторных измерений на одной пробе не должна выходить за порог чувствительности прибора; разница между результатами измерений при повторных загрузках - за предел погрешности прибора.

I.II. Результаты определения давления насыщения должны представляться с учетом точности измерения согласно ГОСТ 8.0II-72, например $P_н$ = (5,52 ± 0,06) МПа, P=0,95.

I.I2. Прибор после изготовления , модернизации, капитального ремонта, но не реже, чем раз в 2 года, должен быть поверен на возможность получения достоверных результатов с помощью калибровочных смесей. Количество смесей (не менее трех), необходимых для калибровки прибора, их свойства (газонасыщенность, плотность, вязкость и др.) выбираются исходя из необходимости охвата всего диапазона нефтей, в котором эксплуатируется прибор. В результате

калибровки устанавливается класс точности прибора (см. раздел 2 настоящего стандарта).

Калибровка прибора проводится силами исследовательских организаций. Контроль за достоверностью и своевременностью калибровки осуществляет метрологическая служба отрасли. Территориальные НИИ оказывают методическую помощь в проведении калибровки приборов, эксплуатируемых в ЦНИЛах и ЦНИПРах.

2. ОЦЕНКА ТОЧНОСТИ ПРИБОРА, ПРЕДНАЗНАЧЕННОГО ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕНИЯ

2.I. Сущность метода.

Оценка точности прибора заключается в сравнении результатов измерения давления насыщения калибровочной смеси с известной величиной давления этой смеси. Возможность использования в качестве калибра газожидкостной смеси, находившейся в состоянии термодинамического равновесия с удаленной впоследствии газовой фазой, основана на том, что практически не существует количественной разницы между давлением термодинамического равновесия смеси и давлением начала нового газовыделения при той же температуре.

2.2. Аппаратура.

Калибровочная смесь приготавливается в камере высокого давления, имеющей устройства для термостатирования и перемешивания, оснащенной устройствами для измерения PVT - параметров исследуемой системы, отвечающей требованиям первого раздела настоящего стандарта.

2.3. Составляющие калибровочной смеси.

Калибровочная смесь приготавливается из пластовой нефти разгазированием ее или насыщением азотом, метаном, природным или нефтяным газом до необходимого давления равновесия. Калибровочная смесь может быть приготовлена также из индивидуальных компонентов или сложных веществ. Соотношение газовой и жидкой составляющих зависит от их свойств и необходимых свойств калибровочной смеси.

2.4. Приготовление калибровочной смеси.

2.4.I. Составляющие загружаются в камеру в соотношении, необходимом для обеспечения насыщения жидкости газом при избранной

температуре и давлении на 5-10% выше избранного.

2.4.2. Полученная газожидкостная смесь разгазируется, двухфазная система доводится до термодинамического равновесия при избранных температуре и давлении.

2.4.3. Производится удаление газовой фазы при неизменных давлении и температуре с последующим заполнением подводящих линий жидкой фазой. Давление оставшейся жидкости поднимается на 25-50% выше давления равновесия. При этом давлении смесь передавливается в контейнер. Пример приготовления калибровочной смеси приведен в приложении 3.

2.5. Выбор класса манометров и термометров определяется предполагаемой точностью поверяемого прибора. Давление равновесия калибровочной смеси должно быть известно с погрешностью в 3-4 раза меньшей, чем погрешность поверяемого прибора. Пример расчета погрешности приготовления калибровочных смесей приведен в приложении 4.

2.6. Загрузка калибровочной смеси из контейнера в прибор, термостатирование, измерение параметра проводятся согласно принятой для поверяемого прибора методике.

2.7. Производится расчет погрешности результатов измерения, устанавливается класс точности прибора. Пример расчета погрешности измерения приведен в приложении 5.

ПРИЛОЖЕНИЕ I
Справочное

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕРМИНОВ, ПРИНЯТЫХ В СТАНДАРТЕ

Термин	Определение
I. Давление насыщения нефти газом (или давление начала парообразования).	Давление газожидкостной системы, в которой жидкая фаза находится в термодинамическом равновесии с бесконечно малым количеством газовой фазы. Примечание. Неплоскостность поверхности раздела газовой и жидкой фаз из-за малого влияния на результат измерения давления насыщения во внимание не принимается.
2. Объемный метод определения давления насыщения нефти газом.	Метод, основанный на измерении объема газожидкостной системы при ступенчатом изотермическом изменении давления. За давление насыщения принимается давление системы, соответствующее резкому изменению объема с изменением давления.
3. Визуальный метод определения давления насыщения нефти газом.	Метод, основанный на визуальном наблюдении появления газовой фазы при изотермическом снижении давления в рабочей камере. За давление насыщения принимается давление системы, при котором глаз оператора, вооруженный оптической системой, способен уловить первые признаки свободного газа.

Термин	Определение
4. Ультразвуковой метод определения давления насыщения нефти газом.	Метод, основанный на фиксировании изменения акустических свойств пробы нефти при изотермическом изменении давления. За давление насыщения принимается давление системы, соответствующее моменту резкого изменения ее акустических свойств при появлении первых признаков свободного газа.
5. Термический коэффициент давления насыщения нефти газом.	Приращение величины давления насыщения при изменении температуры нефти на один градус.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Рекомендуемое

ВЫБОР МАНОМЕТРОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕНИЯ

Погрешность определения давления насыщения нефти газом, связанная с определением давления, с учетом погрешности, вносимой связью манометра с исследуемой средой (разделитель, вес столба жидкости при разнице уровней среды и манометра или др.), практически равна погрешности применяемого манометра. Поэтому, принятая для прибора, допустимая погрешность измерения давления δP является определяющей величиной при выборе манометра. Выбор манометра, т.е. его номинала при заданном классе, нужно вести по формуле:

$$N \leqslant \frac{\delta P}{K_м} \cdot P_н ,$$

где N – номинал манометра, МПа;
δP – допустимая погрешность измерения давления , % ;
$K_м$ – класс манометра, % ;
$P_н$ – измеряемая величина давления, МПа,

Пример

Для прибора класса I предельная погрешность измерения давления $\delta P = 0,8\%$. Выбрать номинал манометра класса $K_м = 0,4\%$ для измерения давления насыщения $P_н = 13,72$ МПа.

$$N \leqslant \frac{\delta P}{K_м} \cdot P_н = \frac{0,8}{0,4} \cdot 13,72 ;$$

$$N \leqslant 27,44 \ (\text{МПа}).$$

Для измерения величины 13,72 МПа с погрешностью не более 0,8% можно использовать манометры класса 0,4 номиналом не более 27,44 МПа.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3
Рекомендуемое

ПРИМЕР ПРИГОТОВЛЕНИЯ КАЛИБРОВОЧНОЙ СМЕСИ

I. Смесь приготавливается в модернизированной, согласно требованиям первого раздела настоящего стандарта, установке УИПН-2.

Циркуляционный блок, включающий измерительный пресс, циркуляционный насос, манифольды, теплоизолирован общим чехлом. Электроконтактный термометр (ЭКТ) помещен в термостатирующую рубашку пресса. Температура пробы измеряется контрольным термометром сопротивления непосредственно по нефти с погрешностью, не превышающей $\pm$ 0,2°С.

Давление контролируется сменным манометром через разделитель. Манометр с разделителем может быть отсечен от системы вентилем . Перепад давления на мембране разделителя не превышает $\pm$ 0,001 МПа. Циркуляционный насос (ЭЦН) после модернизации имеет производительность до 400 см3/мин на бензине.

2. Приготавливается калибровочная смесь с давлением насыщения I2-I3 МПа при температуре 60°С. Исходным материалом для смеси служит пластовая нефть Ново-Ключевского ($Пласт\ Д_{II}$, скв. 26) месторождения в контейнере КЖ-3 (пластовое давление I9,5 МПа, пластовая температура 72,5°С, давление насыщения I4 МПа).

3. Приготовление смеси.

3.I. Циркуляционный блок (ЦБ) промывается, сушится, вакуумируется ;

3.2. В ЦБ вводится нефть до отметки на шкале пресса I50 см3, давление по манометру на буфере поджимного насоса (НЖР) - 20 МПа;

3.3. Включается ЭЦН, контролируется давление в ЦБ, давление должно быть не меньше 20 МПа.

3.4. Контакт ЭКТ устанавливается на 60°С, включается термостатирование, контролируется давление , оно должно быть не более рабочего, т.е. 30 МПа.

3.5. Через 40 мин, а затем через каждые 20 мин проверяется температура пробы нефти по контрольному термометру, корректируется положение контакта ЭКТ;

3.6. При закрытом отсечном вентиле на разделитель устанавливается заполненный маслом контрольный манометр класса 0,16, номинала 15,7 МПа (160 кГс/см2).

3.7. После установления температуры пробы (60 ± 0,2)°С давление (по манометру на буфере НЖР) в ЦБ снижается до 12 МПа.

3.8. Открытием отсечного вентиля подключается контрольный манометр;

3.9. После установления постоянного давления по контрольному манометру и температуры по контрольному термометру выключается ЭЦН;

3.10. После выдержки смеси в рановесном состоянии в течение часа снимаются показания с контрольного манометра, давление равновесия системы при температуре (60 ± 0,2)°С оказалось равным 13,08 МПа.

3.11. При постоянном, равном давлению равновесия, давлении в ЦБ через нижний вентиль сливается ~ 5 $см^3$ жидкости. Затем при тех же условиях через верхний вентиль ЦБ удаляется газовая шапка и ~ 5 $см^3$ жидкости.

3.12. Записывается показание шкалы пресса 131,38 $см^3$, включается ЭЦН, давление поднимается до 20 МПа. Через 15 мин выключается ЭЦН, давление снижается до 14 МПа (на (0,5-1) МПа выше давления равновесия). Записывается показание шкалы пресса 131,37 $см^3$. Разница между отсчетами не превышает 0,02 $см^3$, следовательно разделение системы газ-жидкость проведено четко.

3.13. Давление в ЦБ поднимается до 20 МПа, при этом давлении смесь передавливается в контейнер.

4. Рассчитывается погрешность приготовления калибровочной смеси С12 (см. приложение 4).

ПРИЛОЖЕНИЕ 4
Рекомендуемое

ПРИМЕР РАСЧЕТА ПОГРЕШНОСТИ ПРИГОТОВЛЕНИЯ КАЛИБРОВОЧНЫХ СМЕСЕЙ ДЛЯ ПОВЕРКИ ПРИБОРА С ПРЕДПОЛАГАЕМЫМ КЛАССОМ ТОЧНОСТИ I%

Шифр смеси	Давление равновесия, U, МПа	Класс манометра, %	Предел измерения манометра, МПа	Абсолютная погрешность манометра, МПа	Температура равновесия, °С	Погрешность измерения температуры равновесия, °С	Термический коэффициент давления насыщения $f_{P_H}^t$, МПа/°С	Температурная составляющая погрешности измерения давления равновесия, МПа	Погрешность измерения давления равновесия ΔU, МПа	Погрешность приготовления калибровочной смеси $\frac{\Delta U \cdot 100}{U}$, %
I	2	3	4	5	6	7	8	9	I0	II
C4	3,94	0,I6	5,88	±0,0I0	20	±0,2	+0,0I6	±0,003	±0,0I3	±0,32
C6	5,55	0,I6	9,80	±0,0I6	60	±0,2	+0,0I2	±0,002	±0,0I8	±0,32
C8	7,5I	0,I6	9,80	±0,0I6	I00	±0,2	+0,0I2	±0,002	±0,0I8	±0,24
CI0	9,30	0,I6	I5,78	±0,026	20	±0,2	−0,0I0	±0,002	±0,028	±0,30
CI2	I3,08	0,I6	I5,78	±0,026	60	±0,2	−0,032	±0,006	±0,032	±0,24
CI6	I4,85	0,I6	24,67	±0,040	I00	±0,2	−0,025	±0,005	±0,045	±0,30
C20	I8,83	0,I6	24,67	±0,040	20	±0,2	−0,0II	±0,002	±0,042	±0,22
C25	23,96	0,I6	39,47	±0,063	60	±0,2	+0,033	±0,007	±0,070	±0,29
C30	28,I5	0,I6	39,47	±0,063	60	±0,2	+0,040	±0,008	±0,07I	±0,25
C35	33,98	0,I6	39,47	±0,063	I00	±0,2	+0,063	±0,0I3	±0,076	±0,22

Примечания :

I. Значение графы 5 представляет собой сотую долю от произведения

значений граф 3 и 4.

2. Величины термического коэффициента $f^{t}_{P_H}$ в графе 8 получены из обработки результатов измерений.

$$f^{t}_{P_H} = \frac{P_H^{t_1} - P_H^{t_2}}{t_1 - t_2},$$

где $P_H^{t_1}$ и $P_H^{t_2}$ – результаты измерения давления насыщения при температурах t_1 и t_2 соответственно.

3. Значения графы 9 получено умножением значений граф 7 и 8.

4. В графу I0 занесены величины , равные суммам абсолютных значений граф 5 и 9.

5. В графе II частные от деления значений граф I0 и 2 (соответственно), выраженные в процентах.

ПРИЛОЖЕНИЕ 5
Рекомендуемое

ПРИМЕР РАСЧЕТА ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕНИЯ КАЛИБРОВОЧНЫХ СМЕСЕЙ

Шифр смеси	Давление равновесия U, МПа	Результаты измерения a_i, МПа	Число измерений n	Среднее арифметическое результатов измерения $\bar{A}$, МПа	Абсолютная погрешность определения среднего арифметического δ, МПа	Средняя квадратичная погрешность определения среднего арифметического $S_{\bar{A}}$, МПа	Коэффициент Стьюдента $t_{0,95}$ I0	Доверительный интервал определения среднего арифметического ($\Delta_{\bar{A}}$) P=0,95, МПа	Погрешность измерения давления равновесия ΔU, МПа	Суммарная погрешность измерения давления насыщения, δ, МПа	Относительная погрешность измерения давления насыщения δ, %
I	2	3	4	5	6	7	8	9	I0	II	I2
C4	3,94	3,96 3,94 3,96 3,97 3,96 3,94 3,96 3,96 3,94 3,95	I0	3,96	+0,0I4	+0,003	2,3	+0,007	±0,0I3	0,034	0,86
C6	5,55	-	I0	5,57	+0,02	±0,004	2,3	±0,009	±0,0I8	0,05	0,92
C8	7,5I	-	I0	7,55	+0,04	±0,004	2,3	±0,009	±0,0I8	0,07	0,88
CI0	9,30	-	I0	9,34	+0,04	±0,005	2,3	±0,0I2	±0,028	0,08	0,80
CI2	I3,08	-	I0	I3,I6	+0,08	±0,004	2,3	±0,009	±0,032	0,I2	0,9I
CI6	I4,85	-	I0	I4,8I	-0,04	±0,006	2,3	±0,0I4	±0,045	0,I0	0,60
C20	I8,83	-	I0	I8,80	-0,03	±0,008	2,3	±0,0I8	±0,042	0,09	0,47
C25	23,96	-	I0	23,93	-0,03	±0,0I0	2,3	±0,023	±0,070	0,I2	0,5I
C30	28,I5	-	I0	28,32	+0,I8	±0,0I0	2,3	±0,023	±0,07I	0,27	0,96
C35	33,98	-	I0	33,78	-0,20	±0,0I0	2,3	±0,023	±0,076	0,30	0,87

Примечания к таблице

I. Данные графы 5 получены в результате обработки результатов отдельных измерений графы 3 по формуле :

$$\bar{A} = \frac{\Sigma_i a_i}{n} .$$

2. В графу 6 внесена разница между значениями граф 5 и 2.

$$\bar{\varrho} = \bar{A} - U$$

3. Среднеквадратичные ошибки определения среднего арифметического, приведенные в графе 7, рассчитываются по формуле:

$$S_{\bar{A}} = \sqrt{\frac{\Sigma_n (a_i - \bar{A})^2}{n(n-1)}} .$$

4. Приведенные в графе 8 коэффициенты Стьюдента соответствуют числу измерений n =I0 и надежности P=0,95 (см. А.Н. Зайдель Элементарные оценки ошибок измерений , "Наука " Л., I968, стр. 86-87).

5. В графе 9 произведение значений граф 7 и 8:

$$(\Delta \bar{A})_{P=0,95} = t^{0,95}_{10} \cdot S_{\bar{A}}$$

6. Значения графы I0 взяты из приложения 4.

7. Значения графы II получены суммированием абсолютных значений граф 6, 9, I0:

$$S = |\bar{\varrho}| + |\Delta U| + |\Delta \bar{A}|_{P=0,95} .$$

8. Значения графы I2 представляют собой частное от деления значений графы II на значения графы 2, выраженное в %:

$$\delta = \frac{S}{U} \cdot 100\ \%$$

Из графы I2 следует, что относительная погрешность измерения давления насыщения калибровочных смесей, δ , не превышает I% с надежностью не менее 0,95. Класс прибора принят К=I. Выбранному классу соответствует надежность не менее 0,95.

gost.e-ecolog.ru