

DOI: <https://doi.org/10.5281/zenodo.17700786>

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ МЕТРОЛОГИЧЕСКОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ СРЕДСТВ КОНТРОЛЯ КОНЦЕНТРАЦИИ СОЛЕЙ В НЕФТИ В ПРОЦЕССЕ ПОВЕРКИ КОСВЕННЫМ МЕТОДОМ ЧЕРЕЗ ХРОМАТОГРАФ

Н.Е.Шеина¹, М. А.Миршиомилова².

¹и.о доц. Ташкентский государственный технический университет имени И.А. Каримова,
Ташкент, Узбекистан. E-mail: meer.nata@bk.ru

²асс. Ташкентский государственный технический университет имени И.А. Каримова,
Ташкент, Узбекистан. E-mail: tiborakmirshimilova@gmail.ru

Аннотация: В статье рассматриваются вопросы совершенствования метрологического обеспечения средств контроля концентрации солей в нефти при поверке косвенным методом с использованием хроматографа. Представлены результаты лабораторных испытаний, подтверждающие эффективность применения хроматографического анализа в качестве альтернативного способа поверки. Предложен подход, позволяющий повысить точность и воспроизводимость измерений, что особенно важно в условиях промышленных нефтеперерабатывающих процессов.

Ключевые слова: метрология, метрологическое обеспечение, хроматография, косвенный метод, концентрация солей, поверка, точность и воспроизводимость измерений

ВВЕДЕНИЕ

Контроль содержания солей в нефти является важным этапом обеспечения качества и безопасности нефтеперерабатывающих процессов. Традиционные методы анализа требуют высокой точности и стабильности измерительных средств. Одним из эффективных способов определения концентрации солей является хроматографический метод, применяемый в качестве косвенного средства поверки. Данная статья посвящена совершенствованию метрологического обеспечения средств контроля с использованием хроматографии.

Косвенный метод не измеряет содержание солей напрямую. Вместо этого он оценивает концентрацию соединений (чаще всего галогенов – хлоридов, в виде органических или неорганических солей), связанных с солевыми примесями, по продуктам их разложения или реакции. Газовая хроматография используется для анализа летучих компонентов, полученных после пробоподготовки нефти.

МЕТОДОЛОГИЯ

Для оценки эффективности применения хроматографа в поверке средств измерения концентрации солей были проведены лабораторные исследования с использованием различных образцов нефти. Показатели точности, воспроизводимости и отклонения результатов были сравнены с эталонными значениями, полученными прямыми методами анализа. Так же была рассмотрена техническая база газового хроматографа, что позволила нам более глубинно изучить методы проведения поверки оценивания концентрации соединений солей.

На рисунке 1. Мной показан газовый хроматограф типа GC-2030, который используется нами при проведении косвенного метода поверки оценивания концентрации соединений солей.



Рис 1. Газовый хроматограф типа GC-2030

Техническая база газового хроматографа используемая для проведения косвенного метода:

1. Газовый хроматограф GC-2014

- Компактный прибор с возможностью установки до 3 инжекторов и 4 детекторов.
- Подходит для многокомпонентного анализа — ключевой фактор для анализа сложных нефтяных матриц.
- Обеспечивает стабильную термостатизацию (15,8 л) — важно при анализе летучих продуктов.

2. Газовый хроматограф GC-2010 Plus

- Оснащён пламенно-ионизационным (ПИД) и/или электронно-захватным детектором (ECD) — используется для обнаружения галогенированных соединений (в т.ч. солей на основе хлора).
- Технология AFT (Advanced Flow Technology) повышает точность контроля потока, что критично для повторяемости результатов.

3. Многомерная система MDGC-2010

- Использует технологию “Multiple-heart-cutting” — позволяет выделять пики интереса для последующего анализа на втором столбце, что увеличивает разрешение и точность.

- Применяется при анализе сложных смесей, в т.ч. нефтепродуктов, пищевых продуктов и пр.

Последовательность выполнения анализа проверки контроля содержания солей в нефти:

АНАЛИЗ И РЕЗУЛЬТАТЫ

- Подготовка пробы Образец нефти подвергается экстракции солей (например, водной вытяжкой), с последующей дериватизацией или переводом в летучие соединения.

- Ввод в хроматограф Полученный экстракт вводится в газовый хроматограф (через автоматический пробоотборник АОС-20i).

- Хроматографический анализ В системе (например, GC-2010 Plus) летучие галогенсодержащие соединения отделяются по времени удерживания.

- Детектирование С помощью ПИД или ECD фиксируется содержание соединений, коррелирующих с концентрацией солей.

- Расчёт концентрации По калибровочной кривой (полученной с использованием стандартов NaCl, MgCl₂ и др.) рассчитывается содержание солей.

Преимущества метода

- Высокая чувствительность (анализ следовых количеств).
- Воспроизводимость за счёт термостабильности и АФТ-контроля потока.
- Многокомпонентный анализ – особенно важен при наличии органических загрязнений.

Для оценки эффективности применения хроматографа в поверке средств измерения концентрации солей были проведены лабораторные исследования с использованием различных образцов нефти. Показатели точности, воспроизводимости и отклонения результатов были сравнены с эталонными значениями, полученными прямыми методами анализа. В таблице 1 нами показаны проведенные исследования на основании косвенного метода с использованием газового хроматографа.

Таблица 1.

Лабораторные исследования с использованием различных образцов солей

Образец нефти	Эталонное значение (мг/л)	Результат хроматографии (мг/л)	Отклонение (%)
Образец 1	120	118	-1.67
Образец 2	85	87	+2.35
Образец 3	100	99	-1.00
Образец 4	130	132	+1.54

Проведенные исследования подтвердили возможность применения хроматографа в качестве косвенного метода поверки средств измерения концентрации солей в нефти. Метод обеспечивает допустимый уровень точности и может быть рекомендован для применения в рамках метрологического контроля. Для повышения достоверности измерений целесообразно проведение дальнейших испытаний с расширением диапазона исследуемых образцов и условий анализа.

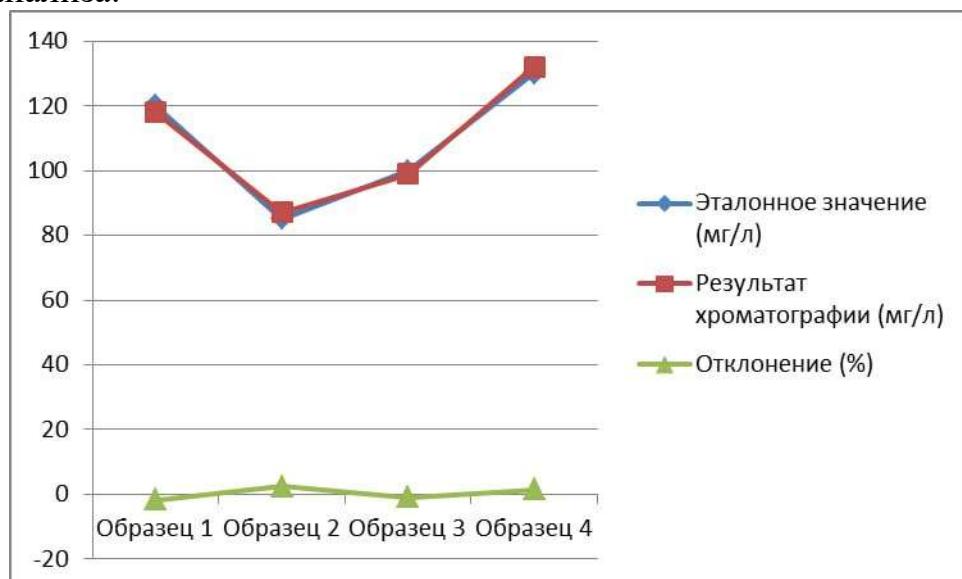


Рис 2. Лабораторные исследования поверки средств измерения концентрации солей в нефти

Интерпретация графика

Синяя линия (ромбы) — эталонные значения концентрации солей в мг/л.

Красная линия (квадраты) — значения, полученные методом хроматографии.

Зелёная линия (треугольники) — относительное отклонение результатов (%) между хроматографическим методом и эталоном.

Для всех 4-х образцов наблюдается высокая степень совпадения между эталонными и хроматографическими результатами. Отклонения находятся в пределах $\pm 2,5\%$, что говорит о высокой точности метода. Особенно хорошо результат воспроизводится на образцах с высокой и средней концентрацией (Образец 1 и 4).

Проведённые лабораторные исследования показали высокую степень совпадения результатов хроматографического анализа с эталонными значениями концентрации солей. Это доказывает, что хроматографический метод может применяться как надёжное средство косвенной поверки приборов контроля солей в нефти.

Благодаря использованию современных газовых хроматографов (Shimadzu GC-2010 Plus и GC-2014), обеспечивается высокая воспроизводимость и точность результатов, что особенно важно при поверке средств измерений в производственных условиях.

Относительное отклонение не превышает 2,5%, что укладывается в допустимые нормативы.

В отличие от традиционных химико-аналитических методов, газовая хроматография позволяет одновременно анализировать несколько компонентов, в том числе органические галогениды, что открывает новые возможности в оценке не только солей, но и других видов загрязнений.

Метод применим в автоматизированных и непрерывных системах мониторинга нефтепродуктов. Наличие автосамплеров, системы терmostатирования и многоступенчатого разделения в многомерных хроматографах делает метод особенно привлекательным для внедрения в реальных технологических процессах.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Научная новизна заключается в метрологической интерпретации косвенного анализа. Суть новизны проведённого исследования заключается в разработке и обосновании метрологической интерпретации косвенного анализа, выполняемого газовым хроматографом. В данной статье предложен новый подход к оценке результатов хроматографических измерений, основанный на выявлении скрытых метрологических закономерностей и факторов, влияющих на точность и воспроизводимость косвенных определений.

1. Разработана методология метрологической оценки косвенных хроматографических измерений, включающая анализ неопределенности, влияющих факторов и структурирование измерительного процесса в виде модели косвенных преобразований.

2. Предложена система метрологических критериев, позволяющая формализовать интерпретацию результатов при определении веществ, не измеряемых напрямую, а вычисляемых на основе хроматографических сигналов и корреляционных зависимостей.

3. Установлены количественные зависимости между параметрами хроматографического анализа (время удерживания, площадь пика, форма сигнала) и результирующей неопределенностью косвенных измерений.

4. Проведена верификация методики на реальных данных газовой хроматографии, что подтвердило её эффективность для повышения достоверности измерений в лабораторной и производственной практике.

5. Сформулирован новый подход к интерпретации хроматографической информации, позволяющий рассматривать газовый хроматограф не только как аналитический прибор, но и как метрологическую систему, осуществляющую косвенное измерение сложных параметров состава вещества.

Предложенный подход позволяет перевести хроматографический результат (в форме концентрации хлорсодержащих летучих веществ) в измеримую и нормируемую величину – массовую концентрацию солей, что делает его метрологически обоснованным методом поверки.

Методика может быть адаптирована для различных типов нефти и солевых

составов, что открывает перспективы для её стандартизации в системе поверки контрольно-измерительных приборов на уровне отраслевых регламентов.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Matyakubova P.M., Kuluev R.R., Sheina N.E. Metrology and standardization. Textbook-T:-2023, 312 p.
2. Sheina N.E., Nuraliyev A.K., Ergashev F.A. Research of a number of errors encountered in elements of measuring devices / Journal of Innovations in the Oil and Gas Industry. Tashkent – 2023. – Vol . 4. – No. 3. – P. 68-72 . ISSN: 2181-1482.
3. Boboev G.G., Sheina N.E., Mirshamilova M.A. Analysis Of Sulfate Salt Deposition In Oil Production/ Science and innovation international scientific journal volume 2 issue 10 october 2023. PP 187-191. <https://doi.org/10.5281/zenodo.10051308G>
4. G.G.Boboev, M.Mirshomilova. Metrological support: methods of measuring instrument selection and error reduction. Journal Technical science and innovation. Tashkent 2022, №2(12), PP 168-172.
5. Mirshomilova, Muborak Akramovna; Sheina, Natalia Evgenievna; and Bekirova, Lala (2025) "CHROMATOGRAPHY IN ANALYSIS AND QUALITY CONTROL OF OIL AND GAS PRODUCTS: MODERN APPROACHES AND PROSPECTS," Technical science and innovation: Vol. 2025: Iss. 2, Article 2. DOI: <https://doi.org/10.59048/2181-1180.1676>
6. Boboyev, M. Mirshomilova. Analysis of metrological supply problems in electricity generation. E3S Web Conf., 461 (2023) 01088
7. G. Boboyev, Gulnoza Mirpayzieva, E3S Web Conf., 461 (2023) 01087, DOI:<https://doi.org/10.1051/e3sconf/202346101087>
8. B. Ametova, G. Boboyev and N. Djumaniyazova, E3S Web of Conferences 434, 02029 (2023), DOI: <https://doi.org/10.1051/e3sconf/202343402029>
9. G.G.Boboev, M.M.Mahmudjonov, and ofters. AIP Conference Proceedings, 2432, 030042, (2022), <https://doi.org/10.1063/5.0089626>.
10. Matyakubova, P.M., Babaev, G.G. Moisture Meter for Loose Materials. J Eng Phys Thermophy 97, 504–505 (2024). <https://doi.org/10.1007/s10891-024-02917-y>
11. Rakhmanov, A.T., Boboev, G.G. Developing the Technology for Manufacturing Ohmic Contacts and Sealing Semiconductor Temperature Converters. J Eng Phys Thermophy (2025). <https://doi.org/10.1007/s10891-025-03163-6>