

Разработка лабораторной установки для разрушения водонефтяных эмульсий

***И.Р. Нигаметзянов^{1,3}, Э.А. Вторушина^{2,3}, А.Н. Нигаметзянова¹,
В.М. Муратова^{1,3}, М.Г. Кульков¹**

¹АУ «Научно-аналитический центр рационального недропользования им. В.И. Шпилемана»,
Российская Федерация, 628007, г. Ханты-Мансийск, ул. Студенческая, 2

²ООО «Тюменский нефтяной научный центр», Российская Федерация, 625048, г. Тюмень, ул. Максима
Горького, 42

³ФГБОУ ВО «Югорский государственный университет», Российская Федерация, 628012, г. Ханты-
Мансийск, ул. Чехова, 16

*Адрес для переписки: Нигаметзянов Ильнар Ринатович, E-mail: NigametzyanovIR@nacrn.hmao.ru

Поступила в редакцию 11 декабря 2023 г., после доработки – 27 апреля 2024 г.

В статье описана разработанная авторами лабораторная установка для разрушения водонефтяных эмульсий, которую возможно применять как новое вспомогательное оборудование в испытательных химико-аналитических лабораториях для пробоподготовки сырых нефтей, являющихся водонефтяными эмульсиями, с целью получения обезвоженной нефти. Лабораторная установка включает два блока из боросиликатного стекла – нагревательный и осушающий. Нагревательный блок представлен сосудом конической формы, оснащенный нагревательным элементом для программируемого нагрева и термостатирования сосуда. Осушающий блок представлен сосудом со сливным отверстием снизу, в который по необходимости помещается водопоглощающий реагент – хлорид кальция, применяемый для более глубокого обезвоживания отделенной нефтяной фазы. Блоки соединены между собой стеклянным переходником, который снабжен двумя фторопластовыми кранами или кранами типа KxH-1 для осуществления сбора водной и нефтяной фазы в разные приемные бутылки. Целесообразность применения хлорида кальция в качестве реагента осушителя подтверждалась серией экспериментов на модельном образце нефти, в котором предварительно освобождались от фракций, выкипающих при температуре ниже 300 °С. Полученные данные подтвердили отсутствие частичной адсорбции смолисто-асфальтеновых веществ во время прохождения отделенной нефтяной фазы через слой осушающего реагента. Для оценки эффективности применения лабораторной установки были рассчитаны метрологические характеристики определения доли отделенной воды. Результатом применения разработанной лабораторной установки является полное разрушение исследуемых водонефтяных эмульсий прямого и обратного типа разной степени устойчивости, которые не поддавались деэмульсации традиционными лабораторными методами. В итоге были получены отделенные нефтяные фазы с содержанием воды менее 1 %, что дает возможность проводить лабораторные исследования нефтей по определению их состава и свойств как для характеристики самих нефтей, так и для установления причин устойчивости анализируемых эмульсий.

Ключевые слова: устойчивая водонефтяная эмульсия, лабораторная установка для обезвоживания нефтей, деэмульсация.

For citation: Analitika i kontrol' [Analytics and Control], 2024, vol. 28, no. 2, pp. 117-125

DOI: 10.15826/analitika.2024.28.2.005

Development of a laboratory setup for destruction of oil-water emulsions

***I.R. Nigametzianov^{1,3}, E.A. Vtorushina^{2,3}, A.N. Nigametzianova¹,
V.M. Muratova^{1,3}, M.G. Kul'kov¹**

¹Autonomous Institution «V.I. Shpilman Research and Analytical Centre for the Rational Use of the Subsoil», 2
Studencheskaya St., Khanty-Mansiysk, 628011, Russian Federation

²Tyumen Oil Research Center, 4 Maxim Gorky St., Tyumen, 625048, Russian Federation

³Ugra State University, 16 Chekhova St., Khanty-Mansiysk, 628012, Russian Federation

*Corresponding author: Nigametzyanov Ilnar Rinatovich, E-mail: NigametzyanovIR@nacrn.hmao.ru

Submitted 11 December 2023, received in revised form 267 April 2024

The work describes a laboratory setup developed by the authors for destruction of oil-water emulsions. The setup can be used in chemical analytical testing laboratories as new auxiliary equipment for preparing samples of crude oils, which are oil-water emulsions, for obtaining dehydrated oil. The setup includes two borosilicate glass units: heating unit and desiccating unit. The heating unit consists of a conical vessel equipped with a heating element for programmable heating and thermostating of the vessel. The desiccating unit consists of a vessel with a drain hole at the bottom, into which, if necessary, a water-absorbing reagent (calcium chloride) is placed for deeper dehydration of the separated oil phase. The units are connected to each other by a glass adapter, which is equipped with two PTFE or KhN-1 type taps, for collecting water and oil phases into different receiving bottles. Feasibility of using calcium chloride as a drying agent was confirmed by a series of experiments on a model oil sample, in which fractions that boiled away at temperatures below 300 °C were preliminarily removed. The data obtained confirmed the absence of partial adsorption of resinous-asphaltene substances during the passage of the separated oil phase through the drying reagent layer. Metrological characteristics of determining separated water fraction were calculated to assess the effectiveness of the laboratory installation. The result of using the developed laboratory setup is the complete destruction of direct and reverse type water-oil emulsions of varying degrees of stability, which could not be demulsified by known laboratory methods. As a result, separated oil phases with a water content of below 1% were obtained, which allows carrying out laboratory studies of oils to determine their composition and properties both to characterize the oils themselves and to establish the reasons for stability of analyzed emulsions.

Keywords: stable oil-water emulsion, laboratory setup for oil dehydration, demulsification.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время основной закономерностью нефтедобывающей отрасли РФ является уменьшение запасов легких и средних нефтей и увеличение доли скважин, находящихся в эксплуатации на поздних стадиях разработки. В связи с этим увеличивается объем добычи тяжелых нефтей и битумов с высокой степенью обводненности [1, 2]. Обводненность таких месторождений может достигать 80 % и более, вследствие чего разрабатываются различные методы и технологии для увеличения нефтеотдачи пласта [3 - 5]. При эксплуатации скважин, находящихся на поздней стадии разработки, извлекается высоковязкая нефть, а также битумы и вода, которые, в свою очередь, образуют устойчивые водонефтяные эмульсии. Основной причиной устойчивости образующихся эмульсий является характерное для тяжелых нефтей наличие в их составе больших концентраций природных эмульгаторов и стабилизаторов, которыми выступают асфальтены, смолы, нафтеновые углеводороды и их соли, микрокристаллы парафинов, механические примеси, глина, сульфид железа и т.д. [6 - 9]. Данные соединения входят в состав бронирующих оболочек, образуя структурно-механический барьеры, что увеличивает стабильность эмульсий благодаря адсорбции на границе раздела фаз, уменьшая свободную энергию системы, при этом препятствуя коалесценции капель [10]. Поэтому разработка способов и оборудования для разрушения водонефтяных эмульсий, позволяющих достигать максимальной эффективности при минимальных временных и материальных затратах, являются актуальными задачами.

На практике эмульсии классифицируют на три типа [11-15]:

1. эмульсии прямого типа, или нефть в воде (Н/В), легко поддаются разрушению после применения практически любого физического воздействия, крайне редко образуют устойчивые формы водонефтяных эмульсий;
2. эмульсии обратного типа, или вода в нефти (В/Н), способны образовывать очень устойчивые формы водонефтяных эмульсий;
3. эмульсии множественного типа, или вода в нефти в воде (В/Н/В) и нефть в воде в нефти (Н/В/Н), крайне тяжело разрушаются традиционными методами.

Разрушение водонефтяных эмульсий может достигаться с применением физических, химических и физико-химических способов [16 - 18].

К наиболее распространённым физическим способам разрушения водонефтяных эмульсий относятся:

- *способы механического разрушения*, которые базируются на использовании разнообразных геометрических конструкций с применением естественной силы гравитации как первостепенного фактора, разделяющего эмульсию на фазы. В качестве конструкций могут выступать резервуары, центрифуги, отстойники, сепараторы, фильтрационные, ультразвуковые установки. Процедура гравитационного отстаивания является одним из наиболее широко используемых, а также экономически выгодных методов;
- *термические способы*, которые основываются на постоянном нагревании эмульсии до ее полного разрушения. При этом происхо-

дит уменьшение прочности межфазных слоев эмульгатора на поверхности капель, что облегчает их слияние. Принцип термической обработки заключается в том, что пленка эмульгатора при нагревании увеличивается и разрывается, заставляя однородные массы объединиться в одно целое.

Также свою эффективность показали химические способы, основанные на применении деэмульгаторов, разбавителей, которые, главным образом, связывают уже имеющиеся в нефти эмульгаторы, отвечающие за устойчивость эмульсии. Использование деэмульгаторов и их композиций является самым простым и распространенным способом разрушения эмульсий. Деэмульгаторы, используемые на сегодняшний день, показали свою эффективность даже при незначительном расходе, именно поэтому они пользуются большим спросом в нефтедобывающей отрасли. Разрушение эмульсии с применением деэмульгаторов состоит в следующем: ПАВ, содержащиеся в деэмульгаторах, приводят к вытеснению природных эмульгаторов из адсорбционной пленки, в результате чего на поверхности глобул воды образуется гидрофильный адсорбционный слой со слабой структурно-механической прочностью.

Наибольшую эффективность при разрушении водонефтяных эмульсий принесло применение физико-химических способов:

- *термохимический способ* основан на введении специального реагента-деэмульгатора в нагретую нефть.
- *электрохимический способ* применяют для разрушения наиболее устойчивых эмульсий. Он включает в себя термический и химический способы с дополнительным воздействием электрического поля. Под действием переменного тока капли воды в нефти меняют свою форму, притягиваясь то к одному, то к другому электроду. Это уменьшает прочность бронирующих оболочек, а также заставляет капли сталкиваться и коалесцировать.

Лабораторные исследования включают полный анализ обезвоженной нефти: изучение физико-химических характеристик, фракционного, молекулярного и структурно-группового состава, а также исследование отделенной воды. По полученным результатам можно дать характеристику находящихся в составе нефти и воды компонентов, которые обуславливают устойчивость исследуемой эмульсии. Для корректного проведения исследований необходимо разрушить эмульсию и получить нефть с содержанием воды менее 1 % (в соответствии с ГОСТ Р 51858-2020 [19]), так как наличие воды в нефти приводит к недостоверности полученных результатов и может вывести из строя испытательное оборудование. В лабораторных условиях при работе с неизвестным объектом процесс деэмульгирования занимает длительный промежуток времени. Для водонефтяных

эмульсий, образованных высоковязкими нефтями, использование одного способа деэмульсации недостаточно, и операторам необходимо сначала подобрать эффективные способы, а потом последовательно применить их, что подразумевает перенос эмульсии из одного сосуда в другой, приводящий к потере исследуемого образца, частичному изменению его состава и увеличению временных затрат.

Целью данной работы является разработка лабораторной установки для разрушения водонефтяных эмульсий, позволяющей получить нефть с содержанием воды менее 1 % для проведения дальнейших лабораторных исследований по определению группового, фракционного, молекулярного состава и физико-химических характеристик.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Объекты и методы исследования

Для проведения лабораторных исследований были выбраны два образца устойчивых водонефтяных эмульсий, которые не поддавались разрушению с применением традиционных лабораторных способов, вследствие чего необходимо было подобрать способ и условия для их успешного разрушения. Образцы отобраны с месторождений Ханты-Мансийского автономного округа.

Образец № 1 – устойчивая форма обратной эмульсии (вода/масло) Ван-Еганского месторождения, образованная высоковязкой нафтенной нефтью (исходное содержание воды 40,24 %).

Образец № 2 – устойчивая форма прямой водонефтяной эмульсии (масло/вода) Пальяновского месторождения, образованная нефтью парафинового основания, в которой преобладают низкокипящие фракции (исходное содержание воды 84,80 %).

Динамическую, кинематическую вязкость и плотность определяли при помощи автоматического плотномера/вискозиметра Штабингера SVM 3001 (Anton Paar, Австрия) в соответствии с ГОСТ 33-2016 [20]. Определение содержания воды проводили методом Дина-Старка с использованием аппарата АКОВ в соответствии с ГОСТ 2477 [21]. Определение группового состава («SARA»-анализ) проводили методом колоночной жидкостно-адсорбционной хроматографии согласно ГОСТ 11851-85, метод А [22]. Фракционный состав определяли в соответствии с ГОСТ 2177, метод Б [23] на автоматическом анализаторе фракционного состава Diana 700 (Anton Paar, Австрия) и методом имитированной дистилляции с использованием газового хроматографа «Кристалл 5000.2» («Хроматэк», Россия), оснащенного пламенно-ионизационным детектором (ПИД), высокотемпературной металлической колонкой DB-HT-SIMDIS 5 м × 0,53 мм × 0,1 мкм и испарителем с программируемым нагревом. В качестве методической основы использовали ASTM 7169 (ASTM 7169, 2016).

Возможность частичной адсорбции смолисто-асфальтеновых веществ из нефти хлоридом кальция определяли дополнительным экспериментом, сравнив групповой состава до и после взаимодействия с данным реагентом. Групповой состав определяли методом тонкослойной хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием (ТСХ-ПИД) с использованием анализатора IATROSCAN MK-6S и автоматического споттера (SES GmbH (Ltd) Analysesysteme», Германия) в соответствии с нормативным документом IP 469/01 [24]. Данный метод описывает аналитическую процедуру определения количественного содержания четырех групп компонентов – насыщенные углеводороды, ароматические соединения, полярные I (смолы) и полярные II (асфальтены), в нефтяных остатках от перегонки, вакуумных газойлях, битумах и иных нефтепродуктах, фракционный состав которых в процессе атмосферной перегонки характеризуется 5 % отгона при температуре минимум 300 °С.

Описание лабораторной установки

Детальная схема разработанной лабораторной установки представлена на рис. 1.

Лабораторная установка состоит из двух блоков: нагревательный блок 1 и осушающий блок 7,

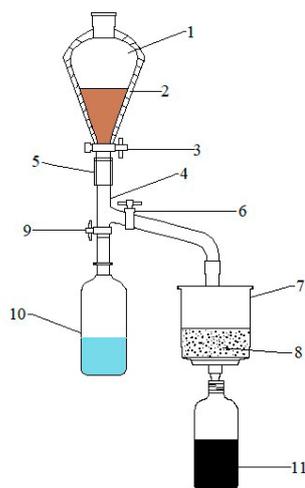


Рис. 1. Лабораторная установка для разрушения водо-нефтяных эмульсий: 1 – нагревательный блок; 2 – нагревательный кожух или нагревательная лента; 3 – фторопластовый кран для подачи эмульсии; 4 – переходник; 5 – шлиф; 6 – фторопластовый кран для подачи нефти; 7 – осушающий блок; 8 – осушающий реагент; 9 – фторопластовый кран для подачи воды; 10 – приемная бутылка для воды; 11 – приемная бутылка для нефти

Fig. 1. Laboratory setup for destruction of water-oil emulsions: 1 – heating unit; 2 – heating jacket or heating tape; 3 – PTFE tap to supply emulsion; 4 – adapter; 5 – ground glass joint; 6 – PTFE tap to supply oil; 7 – desiccating unit; 8 – desiccating reagent; 9 – PTFE tap to supply water; 10 – receiving bottle for water; 11 – receiving bottle for oil



Рис. 2. Накопление водной фазы в нижней части нагревательного сосуда

Fig. 2. Accumulation of water phase at the bottom of the heating vessel

которые соединены друг с другом переходником 4. Нагревательный блок представлен сосудом конической формы из боросиликатного стекла; данная форма обеспечивает быстрый и удобный сбор отделенных фаз. Блок оснащен фторопластовым краном 3 (или краном типа КxH-1) и шлифом 5 для плотного прилегания к переходнику. Также нагревательный блок оснащен термическим кожухом или термической лентой 2, которые способны программируемо нагревать и удерживать температуру до 100 °С. При повышении температуры снижается вязкость нефти и повышается кинетическая энергия, что способствует более эффективному столкновению капель воды. Благодаря этому, капли воды начинают коалесцировать и отделяться от нефтяной фазы в нижней части сосуда (рис. 2).

Нагревательные элементы должны термостатировать сосуд на протяжении всего времени проведения процедуры разрушения.

Переходник состоит из боросиликатного стекла, оснащен шлифом для плотного соединения с нагревательным блоком, а также двумя фторопластовыми кранами 6 и 9, или кранами типа КxH-1, для контроля слива водной и нефтяной фаз. После окончательного сбора воды в нижней части нагревательного сосуда открывают кран 3 и 9, и аккуратно производят сбор водной фазы в приемную бутылку для дальнейших исследований. После сбора водной фазы кран 9 перекрывают и открывают кран 6 для перевода отделенной нефтяной фазы в осушающий блок.

Осушающий блок 7 состоит из сосуда со сливным отверстием, в который помещают осушающий реагент 8 – хлорид кальция. Отделенная горячая нефть через переходник попадает в осушающий блок

Таблица 1

Габариты лабораторной установки

Table 1

Dimensions of the laboratory setup

№	Наименование позиции	Габариты
1	Нагревательный блок	$h=250$ мм; $d=75$ мм; $V=1100$ см ³
2	Обезвоживающий блок	$h=100$ мм; $d=80$ мм; $V=500$ см ³
3	Переходник	Оснащен шлифом для соединения с нагревательным блоком
4	Приемные бутылки	Вместимость выбирается на усмотрение испытательной химико-аналитической лаборатории

и проходит дополнительный этап обезвоживания, который необходим при работе с высоковязкими образцами. Далее обезвоженную нефть собирают в приемную бутылку и отправляют на дальнейшие исследования. При прохождении через осушающий блок происходит поглощение остаточной воды, которая находилась в нефти в свободном состоянии и не могла самостоятельно отделиться. Такое часто наблюдается при работе с высоковязкими образцами. Это объясняется высокими показателями плотности и вязкости отделенной нефтяной фазы, в связи с чем предлагается использовать в качестве осушающего реагента хлорид кальция, который способен поглотить остаточную воду, не изменяя химический состав нефти (см. табл.2).

Приемными бутылками 10 и 11 выступают любые сосуды, которые удовлетворяют потребности испытательной химико-аналитической лаборатории.

В табл. 1 представлены габариты разработанной лабораторной установки, которую использовали для исследований.

Групповой состав модельной нефти до и после прохождения через слой CaCl_2 по результатам ТСХ-ПИД анализа, массовая доля, %.

Таблица 2

Table 2

Group composition of model oil before and after passing through CaCl_2 layer according to the results of TLC-FID analysis, mass fraction, %.

Наименование образца	Массовая доля углеводородной группы, %			
	Насыщенные	Ароматические	Полярные I (смолы)	Полярные II (асфальтены)
Модельная нефть до прохождения через слой CaCl_2	45±5	47±8	7.3±0.6	0.962±0.029
Модельная нефть после прохождения через слой CaCl_2	47±5	45±7	7.9±0.7	0.978±0.030

Оценка способности хлорида кальция к частичной адсорбции смолисто-асфальтеновых веществ (САВ)

Для выбранного в качестве реагента-осушителя – хлорида кальция предварительно была оценена возможность частичного адсорбирования САВ из нефти, что могло бы отразиться на результатах последующих аналитических исследований нефти, подготовленной в соответствии с описываемой в настоящей работе схемы установки (рис.1) с использованием данного реагента.

Для этого был проведен эксперимент на модельном образце нефти, из которой предварительно была отогнана фракция, выкипающая при температуре ниже 300 °С. Были проанализированы образцы до и после прохождения через слой реагента-осушителя.

Расчет массовой доли для каждой группы углеводородов проводили при помощи программного обеспечения прибора. Были получены площади пиков всех определяемых углеводородных групп, после чего сумма всех площадей пиков принималась за 100 %. Далее массовую долю отдельных углеводородных групп рассчитывали по формуле:

$$\left(\frac{S_n}{S_{\text{сумм}}} \right) * 100, \quad (1)$$

где S_n и $S_{\text{сумм}}$ – площадь отдельных пиков и сумма площадей всех пиков определяемых углеводородных групп, соответственно.

Полученные данные представлены в табл. 2. Исходя из представленных данных, можно сделать вывод о целесообразности применения хлорида кальция как реагента-осушителя, так как адсорбция им САВ и влияние на химический состав нефти практически незначимы.

Описание эксперимента по обезвоживанию водонефтяных эмульсий

Исследуемые образцы водонефтяных эмульсий объемом 700 см³ помещали в нагревательный блок, добавляли неионогенный деэмульгатор «Диссольтант 4411» в соотношении деэмульгатор:

эмульсия 1:200, тщательно перемешивали и термостатировали при температуре 70 °С в течение 60 мин. За это время происходило расслоение на водную и нефтяную фазу вследствие уменьшения показателей плотности, вязкости и увеличения кинетической энергии капель воды, приводящее к их коалесценции. После 30 мин дополнительного термостатирования объем отделяемой нефтяной фазы перестал увеличиваться, что указывало на частичное разрушение водонефтяной эмульсии и дальнейший нагрев не приведет к дополнительному результату. Отделенная вода через переходник была собрана в приемную бутылку. Далее нефтяная фаза через переходник попадала в осушающий блок, проходила дополнительное обезвоживание в течение 90 мин и собиралась в приемную бутылку. Стоит отметить, что время прохождения образца № 2 через осушающий блок заняло на 30 мин меньше. Это связано с меньшими показателями плотности и вязкости отделенной нефти в анализируемой пробе. Далее в отобранных нефтяных фазах было измерено содержание воды методом Дина-Старка по ГОСТ 2477 [17], которое составило 0.22 % и 0.64 % для образцов № 1 и № 2, соответственно. Общее время, которое потребовалось для разрушения водонефтяной эмульсии и получения отдельных фаз нефти и воды, составило 180 мин для образца № 1 и 150 мин для образца № 2.

После получения образцов обезвоженной нефти было проведено определение физико-химических характеристик, фракционного и группового составов.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты определения физико-химических характеристик исследуемых водонефтяных эмульсий до и после их разрушения представлены в табл. 3.

Результаты лабораторных исследований фракционного и группового состава образцов отделенной нефти представлены в табл. 4.

Данные, представленные в табл. 3, указывают на небольшие изменения физико-химических ха-

рактеристик образца № 1 до и после разрушения. Это связано с тем, что эмульсия была образована нефтью, в которой преобладают ароматические соединения и высококипящие фракции, непосредственно вносящие основной вклад в общую плотность и вязкость водонефтяной эмульсии. Данные табл. 4 указывают на повышенное содержание в образце № 1 природных эмульгаторов и стабилизаторов, в частности, смол, асфальтенов и насыщенных углеводородов, которыми выступают не парафины, а нафтеновые соединения. Данные соединения в сочетании друг с другом вносят весомый вклад в устойчивость исследуемой эмульсии. После анализа отделенной нефтяной фазы можно сделать вывод о том, что для разрушения исследуемой эмульсии на нефтедобывающих предприятиях необходим комплексный подход, а именно: сочетание термических, физико-химических и механических способов, а также подбор специальных условий.

Данные, представленные в табл. 3, по образцу № 2, напротив, указывают на значительные изменения его физико-химических свойств, что является характерным признаком для эмульсий типа масло/вода с высокой долей обводненности. Результаты табл. 4 по образцу № 2 демонстрируют минимальное содержание природных эмульгаторов, а низкие показатели плотности и вязкости (табл. 3) указывают на преобладание низкокипящих углеводородов. Устойчивость исследуемого образца водонефтяной эмульсии низкая, и для успешного разрушения достаточно будет применить термохимический способ.

Оценка метрологических характеристик лабораторной установки

Для оценки эффективности применения лабораторной установки был проведен расчет доли отделенной воды (в %) от ее исходного содержания в исследуемой пробе для каждого проведенного измерения, который был рассчитан по формуле:

Таблица 3

Физико-химические характеристики исследуемых эмульсий до и после разрушения

Table 3

Physicochemical characteristics of the studied emulsions before and after destruction

№	Шифр	Тип эмульсии	Содержание воды, %	Плотность, г/см ³	Кинематическая вязкость, мм ² /с	Динамическая вязкость, мПа·с
Физико-химические характеристики до разрушения						
1	Образец № 1	Вода/масло	40.24±0.28	0.97682±0.00026	2737	2673±56
2	Образец № 2	Масло/вода	84.80±0.60	0.97724±0.00026	71.4	69.7±1.5
Физико-химические характеристики после разрушения						
1	Образец № 1	-	0.22±0.14	0.95583±0.00037	2033	1942±41
2	Образец № 2	-	0.64±0.14	0.83247±0.00098	5.9	4.9±0.1

Таблица 4

Групповой и фракционный состав образцов обезвоженной нефти

Table 4

Group and fractional composition of dehydrated oil samples

Показатель	Образец № 1	Образец № 2
<i>Фракционный состав, %</i>		
Бензиновая фракция (до 200 °С)	0.5	30
Керосиновая фракция (200-300 °С)	9.0	21.6
Масляная и газойлевая фракция (300-500 °С)	42.0	27.5
Остаток (свыше 500 °С)	48.5	20.9
<i>Групповой состав, %</i>		
Насыщенные углеводороды	24.8	34.1
Нафтенy	14.8	3.7
Ароматические углеводороды	43.7	20.7
Смолы	20.4	7.3
Асфальтены	1.5	0.20

$$100 - \left(\frac{\omega_1 * 100\%}{\omega_2} \right), \quad (2)$$

где ω_1 , ω_2 – содержание воды в пробе после и до разрушения, соответственно.

Доля отделенной воды для образцов №1 и №2 варьировалась от 99.3 % и 99.1 % до 99.5 % и 99.3 %, соответственно.

Для оценки метрологических характеристик (повторяемость, внутрिलाбораторная прецизионность) использовали результаты двух парал-

Таблица 5

Метрологические характеристики лабораторной установки

Table 5

Metrological characteristics of the laboratory setup

Метрологическая характеристика	Номер образца	
	1	2
Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости ($\sigma_{r,отн}$)), %	7.2	9.9
Показатель внутрिलाбораторной прецизионности (относительное среднее квадратическое отклонение ($\sigma_{R,отн}$)), %	13.8	19.7

лельных определений 16 контрольных процедур. Статистическая обработка результатов показала, что выборочные дисперсии результатов единичного анализа по критерию Кохрена однородны, выбросы средних значений по критерию Граббса отсутствуют [25]. Метрологические характеристики методики определения массовой доли отделенной воды с применением созданной установки представлены в табл.5.

Благодаря разработанной лабораторной установке удалось разрушить две разные по типу и степени устойчивости водонефтяные эмульсии, исключив потери, связанные с последовательным применением отдельно взятых способов, в максимально короткие сроки и при минимальном участии оператора.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, была разработана лабораторная установка для разрушения водонефтяных эмульсий разных по природе и степени устойчивости, которую можно использовать как новое вспомогательное оборудование в испытательных химико-аналитических лабораториях для обезвоживания нефтей, являющихся водонефтяными эмульсиями.

К достоинствам разработанной лабораторной установки относятся:

- возможность сочетания физико-химических способов разрушения водонефтяных эмульсий, объединенных в одной лабораторной установке и непрерывном цикле;
- эффективность при работе с водонефтяными эмульсиями разной степени устойчивости;
- конструктивная простота, позволяющая реализовать данную лабораторную установку в любой испытательной химико-аналитической лаборатории;
- исключение потерь и загрязнения образца из-за отсутствия манипуляций с исследуемой эмульсией посредством применения дополнительного оборудования;
- минимальное участие оператора во время проведения процедуры разрушения;
- возможность дооснащения и полной автоматизации лабораторной установки.

ЛИТЕРАТУРА

1. Цыганов Д.Г., Башкирцева Н.Ю. Исследование формирования водонефтяных эмульсий Каменного и Ем-Еганского нефтяных месторождений Ханты-Мансийского автономного округа // Вестник Казанского технологического университета. 2014. Т. 17, № 6. С. 242-246.
2. Потенциал высоковязкой нефти Ашальчинского месторождения как сырья для нефтепереработки / Петров С.М. [и др.] // Вестник Казанского технологического университета. 2013. Т. 16, № 18. С. 261-265.
3. Гурбанов Г.Р.О., Гасымзаде А.В.К. Исследование эффективности композиционных деэмульгаторов для разрушения устойчивых водонефтяных эмульсий // Транс-

порт и хранение нефтепродуктов и углеводородного сырья. 2020. № 2. С. 41-46.

4. Бадикова А.Д., Изилиянова Д.Л., Мухаммадеев Р.У. Особенности разделения водонефтяных эмульсий с использованием химических реагентов // *Universum: технические науки*. 2019. № 12-2 (69). С. 71-75.

5. Композиционные реагенты для разрушения сложных водонефтяных эмульсий месторождений Западного Казахстана / Р.Г. Сармурзина [и др.] // *НефтеГазоХимия*. 2016. № 4. С. 45-50.

6. Небогина Н.А., Литвинцев И.В., Прозорова И.В. Влияние температуры формирования водонефтяных эмульсий на их структурно-реологические свойства // *Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Химическая технология и биотехнология*. 2018. № 3. С. 67-78.

7. Муродов Б.К., Дустов Х.Б., Сатторов М.О. Разрушения стойких водонефтяных эмульсий с помощью бинарных композиций ПАВ // *Universum: технические науки*. 2021. № 12-5 (93). С. 5-8.

8. Hazrati N., Beigi A.A.M., Abdouss M. Demulsification of water in crude oil emulsion using long chain imidazolium ionic liquids and optimization of parameters // *Fuel*. 2018. V. 229. P. 126-134.

9. Разработка технологий разделения промежуточных слоев, образующихся на объектах подготовки нефти ПАО «Татнефть» / Э. И. Ахметшина [и др.] // *Сборник научных трудов ТатНИПИнефть. Том Выпуск LXXXVI. – Москва: ЗАО «Издательство «Нефтяное хозяйство»*. 2018. С. 258-265.

10. Исследование влияния импульсного магнитного поля на разрушение водонефтяных эмульсий / Ю.Н. Романова [и др.] // *Успехи в химии и химической технологии*. 2019. Т. 33, № 10 (220). С. 44-46.

11. Позднышев Г.Н. Стабилизация и разрушение нефтяных эмульсий. М.: Недра, 1982. С. 5-6.

12. Wong S.F., Lim J.S., Dol S.S. Crude oil emulsion: A review on formation, classification and stability of water-in-oil emulsions // *J. Petrol. Sci. Eng.* 2015. V. 135. P. 498-504.

13. Тронов В. П. Промысловая подготовка нефти. Казань: «Фэн», 2000. С. 24-25.

14. Левченко Д. Н. Эмульсии нефти с водой и методы их разрушения. М.: Химия, 1967. С. 16.

15. Тяжелая нефть как эмульсия: состав, структура и реологические свойства / Н. М. Задымова [и др.] // *Коллоидный журн.* 2016. Т. 78, № 6. С. 675-687.

16. Хрисониди В.А., Струева В.А. Современные методы разрушения водонефтяных эмульсий // *The scientific heritage*. 2020. V. 3, № 50 (50). С. 38-41.

17. Фаррахов И.Р. Совершенствование процесса деэмульгирования на узле по подготовке сырой нефти // *Международный журнал гуманитарных и естественных наук*. 2022. № 11-1. С. 99-103.

18. Хрисониди В.А., Пиндюрина А.А., Рахамова С.Р. Технологии разрушения эмульсии в системе подготовки нефти // *The scientific heritage*. 2021. V.1, № 71(71). С. 14-17.

19. ГОСТ Р 51858-2020. Нефть. Общие технические условия. М.: Стандартинформ, 2021. 14 с.

20. ГОСТ 33-2016. Нефть и нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической и динамической вязкости. М.: Стандартинформ, 2016. 52 с.

21. ГОСТ 2477-2014. Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания воды. М.: Стандартинформ, 2018. 11 с.

22. ГОСТ 11851-85. Метод А. Нефть. Метод определения парафина. М.: Стандартинформ, 1986. 17 с.

23. ГОСТ 2177. Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава. М.: Стандартинформ, 1999. 23 с.

24. IP 469-01-2006. Determination of saturated, aromatic and polar compounds in petroleum products by thin layer chromatography and flame ionization detection. 2006. 6 p.

25. РМГ 61-2010. Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Показатели точности, правильности, прецизионности методик количественного химического анализа. М.: Стандартинформ, 2010. 62 с.

REFERENCES

1. Tsyganov D.G., Bashkirtseva N.Iu. [Study of the formation of oil-water emulsions in the Kamenny and Em-Egan oil fields of the Khanty-Mansiysk Autonomous Okrug]. *Vestnik Kazanskogo tekhnologicheskogo universiteta [Bulletin of Kazan Technological University]*, 2014, vol. 17, no. 6, pp. 242-246. (in Russian).

2. Petrov S.M., Khalikova D.A., Abdel'salam Ia. I., Zakieva R.R., Kaiukova G.P., Bashkirtseva N. Iu. [Potential of high-viscosity oil from the Ashalchinskoye field as a raw material for oil refining]. *Vestnik Kazanskogo tekhnologicheskogo universiteta [Bulletin of Kazan Technological University]*, 2013, vol. 16, no. 18, pp. 261-265. (in Russian).

3. Gurbanov G.R.O., Gasymzade A.V.K. [Study of efficiency of composite demulsinators for destruction of sustainable water-oil emulsions]. *Transport i khranenie nefteproduktov i uglevodorodnogo syr'ia [Transport and storage of petroleum products and hydrocarbon raw materials]*, 2020, no. 2, pp. 41-46. (in Russian). doi: 10.24411/0131-4270-2020-10209.

4. Badikova A.D., Izilianova D.L., Mukhamadeev R.U. [Features of water-in-oil emulsions separation by chemical reagents]. *Universum: tekhnicheskie nauki [Universum: technical science]*, 2019, no. 12-2 (69), pp. 71-75. (in Russian).

5. Sarмурзина R.G., Karabalin U.S., Akchulakov B.U., Boiko G.I., Liubchenko N.P., Panova E.S. [Composite reagents for the destruction of complex oil-water emulsions in the fields of Western Kazakhstan]. *NefteGazoKhimia [OilGasChemistry]*, 2016, no. 4, pp. 45-50. (in Russian).

6. Nebogina N.A., Litvinets I.V., Prozorova I.V. [Influence of temperature of formation of water-oil emulsions on their structural and rheological properties]. *Vestnik Permskogo natsional'nogo issledovatel'skogo politekhnicheskogo universiteta. Khimicheskaya tekhnologiya i biotekhnologiya [Bulletin of the Perm National Research Polytechnic University. Chemical technology and biotechnology]*, 2018, no. 3, pp. 67-78. (in Russian). doi: 10.15593/2224-9400/2018.3.06.

7. Муродов Б.К., Дустов Х.Б., Сатторов М.О. [Destruction of resistant oil-water emulsions using binary surfactant compositions]. *Universum: tekhnicheskie nauki [Universum: technical science]*, 2021, no. 12-5 (93), pp. 5-8. (in Russian).

8. Hazrati N., Beigi A.A.M., Abdouss M. Demulsification of water in crude oil emulsion using long chain imidazolium ionic liquids and optimization of parameters. *Fuel*, 2018, vol. 229, pp. 126-134. doi:10.1016/j.fuel.2018.05.010.

9. Akhmetshina E.I., Gubaidulin F.R., Sudykin S.N., Karavashkina L.S. Razrabotka tehnologii razdeleniya promezhtochnykh sloev, obrazushshihhsja na ob'ektakh podgotovki nefiti PАО «Tatneft'». [Development of technologies for separating intermediate layers formed at oil treatment facilities of PJSC TATNEFT]. *Sbornik nauchnykh trudov TatNIPineft'. [Collection of scientific works TatNIPineft.]*, 2018, vol. Issue LXXXVI, pp. 258-265. (in Russian).

10. Romanova Iu.N., Musina N.S., Mariutina T.A., Iurtov E.V. [Investigation of effect of a pulsed magnetic field on the demulsification of water-in-oil emulsions]. *Uspekhi v khimii i khimicheskoi tekhnologii* [Advances in chemistry and chemical technology], 2019, vol. 33, no. 10 (220), pp. 44-46. (in Russian).
11. Pozdnyshchev G.N. *Stabilizatsiia i razrushenie neftiannykh emul'sii* [Stabilization and destruction of oil emulsions]. Moscow, 1982. pp. 5-6. (in Russian).
12. Wong S.F., Lim J.S., Dol S.S. Crude oil emulsion: A review on formation, classification and stability of water-in-oil emulsions. *J. Petrol. Sci. Eng.*, 2015, vol. 135, pp. 498-504. doi.org/10.1016/j.petrol.2015.10.006.
13. Tronov V.P. *Promyslovaia podgotovka nefti* [Field oil preparation]. Kazan: «Fen», 2000. pp. 24-25 (in Russian).
14. Levchenko D.N. *Emul'sii nefti s vodoi i metody ikh razrusheniia* [Oil-water emulsions and methods for their destruction]. Moscow: Chemistry, 1967. pp. 16. (in Russian).
15. Zadymova N.M., Skvortsova Z.N., Traskin V.Iu., Iampol'skaia G.P., Mironova M.V., Frenkin E.I., Kulichikhin V.G. Tiazhe-laia [Heavy oil as an emulsion: composition, structure and rheological properties]. *Kolloidnyi zhurnal* [Colloid Journal], 2016, vol. 78, no. 6, pp. 675-687. (in Russian). doi 10.7868/S0023291216060227.
16. Khrisonidi V.A., Strueva V.A. [Modern methods of destroying water-oil emulsions]. *The scientific heritage*, 2020, vol. 3, no. 50(50), pp. 38-41 (in Russian).
17. Farrakhov I.R. Sovershenstvovanie processa deemul'girovaniia na uzle po podgotovke syroi [Improving the demulsification process at the crude oil preparation unit]. *Mezhdunarodnyi zhurnal gumanitarnykh i estestvennykh nauk* [International J. Humanities and Sciences], 2022, vol. 11-1, pp. 99-103. doi: 10.24412/2500-1000-2022-11-1-99-103. (in Russian).
18. Khrisonidi V.A., Khrisodini V.A., Pindyurina A.A., Rakhomova S.R. [Technologies of destruction of emulsions in the oil treatment system]. *The scientific heritage*, 2021, vol. 1, № 71(71), pp. 14-17. (in Russian). doi 10.24412/9215-0365-2021-71-1-14-17.
19. GOST R 51858-2020. *Neft'. Obshchhie tekhnicheskie usloviia* [State standard R 51858-2020. Oil. General technical conditions]. Moscow, Standartinform Publ., 2021. 14 p. (in Russian).
20. GOST 33-2016. *Neft' i nefteprodukty. Prozhachnye i neprozrachnye zhidkosti. Opredelenie kinematicheskoi i dinamicheskoi viazkosti* [State Standard 33-2016. Oil and petroleum products. Transparent and opaque liquids. Determination of kinematic and dynamic viscosity]. Moscow, Standartinform Publ., 2016. 52 p. (in Russian).
21. GOST 2477-2014. *Neft' i nefteprodukty. Metod opredeleniia sodержaniia vody* [State Standard 2477-2014. Interstate standard. Oil and petroleum products. Method for determining water content]. Moscow, Standartinform Publ., 2018. 11 p. (in Russian).
22. GOST 11851-85 Method A. *Neft'. Metod opredeleniia parafina* [State Standard 11851-85 Method A. Interstate standard. Oil. Paraffin determination method]. Moscow, Standartinform Publ., 1986. 17 p. (in Russian).
23. GOST 2177. *Nefteprodukty. Metody opredeleniia fraktsionnogo sostava* [State Standard 2177. Petroleum products. Methods for determining fractional composition]. Moscow, Standartinform Publ., 1999. 23 p. (in Russian).
24. *IP 469/01-2006 Determination of saturated, aromatic and polar compounds in petroleum products by thin layer chromatography and flame ionization detection*. 2006. 6 p.
25. *RMG 61-2010. Rekomendatsii po mezhgosudarstvennoi standartizatsii. Gosudarstvennaia sistema obespecheniia edinstva izmerenii. Pokazateli tochnosti, pravil'nosti, pretzionnosti metodik kolichestvennogo khimicheskogo analiza* [Recommendations for interstate standardization. State system for ensuring the uniformity of measurements. Indicators of accuracy, correctness, precision of methods of quantitative chemical analysis]. Moscow, Standartinform Publ., 2010. 62 p. (in Russian).