

Sammenlignende laboratorieprøving (SLP) vann i olje analyser

NFOGM Fagdag 29. mars 2022

Alf M. Andreassen, Oljedirektoratet (OD)

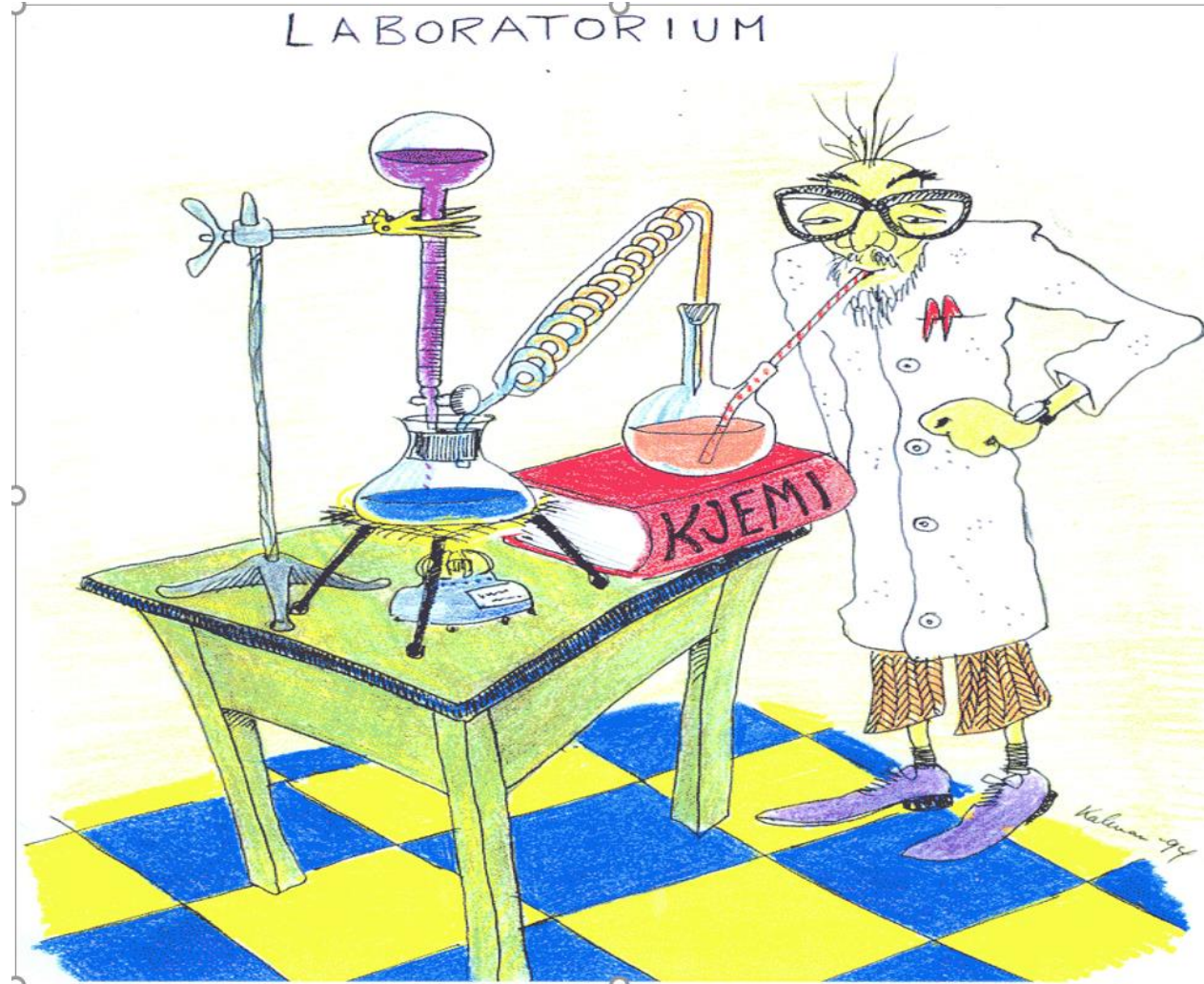
Kvalitetssikring av vann i olje analyser

- Hver annet år siden 1999 har OD arrangert en Sammenlignende laboratorieprøving (SLP) for analyse av vann i olje.
- En del av OD sin oppfølging av aktiviteten på norsk sokkel
 - Er med på å sikre at bestemmelse av vann i olje for eksport/allokering har tilstrekkelig kvalitet.
 - Opprettholder fokus på denne analysen hos operatører og laboratoriepersonell
- Feil bestemmelse av vann i olje går rett på bunnlinja:
 - Eksempel: Feil i bestemmelse i vann i olje på 0,5 % for mye på en skipslast gir et direkte tap på (vann trekkes fra mengden av solgt mengde):

$$629\,000 \text{ BBL} * 80 \text{ USD} * 8 \text{ NOK/USD} * 0,005 = 2\,012\,800 \text{ NOK.}$$

Dette medfører da et provenyrtap for staten på nesten 1,6 mill. NOK.

Kompetent personell på laboratoriet er viktig..



Rammeverk o.l.

- Siste SLP ble gjennomført i 2021, og var den 12. i rekken.
- 9 selskaper og 2 referanselaboratorier deltok i 2021.
- Rammene for SLP
 - OD har overordnet ansvar
 - Justervesenet har ansvar med den praktiske gjennomføringen
 - Laboratoriet til Sture oljeterminal produserer, og sender ut oljeprøver til de som er påmeldt.
 - Resultatene presenteres anonymt i rapporten
 - Deltakende selskap sin representant får sitt selskap sine resultater «ufiltrert»
 - OD får komplette «ufiltrerte» resultater, og følger opp resultatene i etterkant som en del av tilsynsvirksomheten
- Kostnader for aktiviteten fordeles på deltakende selskaper

Tidsplan og gjennomføring

- Invitasjonsbrev etter årsskiftet. Selskapene melder med antall deltakere og hvem som er representant for videre intern oppfølging.
- Oppstartsmøte i februar: Avklaringer, tidsplan, protokoll og erfaringer fra forrige SLP
- Alle prøver blir produsert ved produksjonslaboratoriet til Sture oljeterminal i februar-mars
- Prøver blir sendt ut i mars-april og laboratoriene analyserer disse april-juni og rapporterer inn resultatene i et web-basert rapporteringsverktøy utarbeidet av Justervesenet (på engelsk og norsk)
- Justervesenet gjennomgår data, og sender resultater fortløpende til representanter for selskapene
- Utkast til rapport på høring i september
- Oppsummeringsmøte avholdes i september/oktober
- Rapport sendes ut oktober/november sammen med brev om resultater der det bes om tilbakemelding om hvordan disse vil følges opp internt
- OD følger opp mot selskapene

Grunnlag for SLP og deltakere

- Grunnlaget for den vurderte målestørrelsen “Vann i råolje” er gitt ved den standardiserte testmetoden ASTM D 4928 for “Water in Crude Oils by Coulometric Karl Fisher Titration. (first edition 1989 – active edition 2000)
- Deltagerne er personell som utfører analyser på ulike anlegg. Deltagelse i disse sammenligningsmålingene gir mulighet for å vurdere og forbedre laborantenes måleevne. Gitt målingenes betydning, er et viktig etterarbeid å trekke lærdom av sammenligningsmålingene og å introdusere mulige forbedringer.
- Prøvematerialet er produsert og distribuert av Equinors laboratorium på Sture oljeterminal. Laboratoriet har både gjennomført innledende målinger for kvalitetssikring av prøvematerialet (3 ulike betegnet A, B og C) og fulgt opp stabilitet i målestørrelsen i materialet gjennom perioden for analyse hos laborantene som har deltatt.

Prøveflaskers utforming

- Utformet etter tilbakemelding fra laboranter over tid da det har vært en del utfordringer med disse tidligere. Merket entydig før utsendelse
 - Flaskens nominelle volum er på 630 ml. Den er ca. 75 mm bred og ca. 190 mm høy uten kork og har en indre diameter på 27mm. Bilder av flasken er vist under. Flaskene vil bli fylt til maksimalt 70% av flaskens volum, dette for å unngå problemer ved miksing av prøven før analysen.



SLP 2021



- Alle laboranter rapporterte inn 4 paralleller pr. prøve

	Sample A	Sample B	Sample C
Antall utsendte prøver	165	165	165
Antall svar	147	147	126

- Det antas at resultatene er fordelt ut fra en underliggende normalfordeling. Generelt vil man da karakterisere verdier som ligger utenfor ± 2 standardavvik som avvikende observasjoner.
- Avvikende resultater skal vurderes etter en «Grubb's»-test (Ref. ISO 5725-2). Det er gitt tre nivåer i forhold til Z-verdien:
 - $|Z| < 2$ akseptabelt resultat
 - $2 < |Z| < 3$, resultat i grenseland $|Z|$,
 - $|Z| > 3$ uakseptabelt resultat
- Z-verdien er definert ved:

$$Z = \frac{(x - X_{ref})}{\mu_{met}}$$

- Hvor x = resultat fra det enkelte laboratorium/laborant
- X_{ref} = referanseverdi, her vil det bli benyttet aritmetisk middelvei
- μ_{met} = Tilsiktet måleusikkerhet (kombinerte måleusikkerhet)

SLP 2021 Spredning i resultater

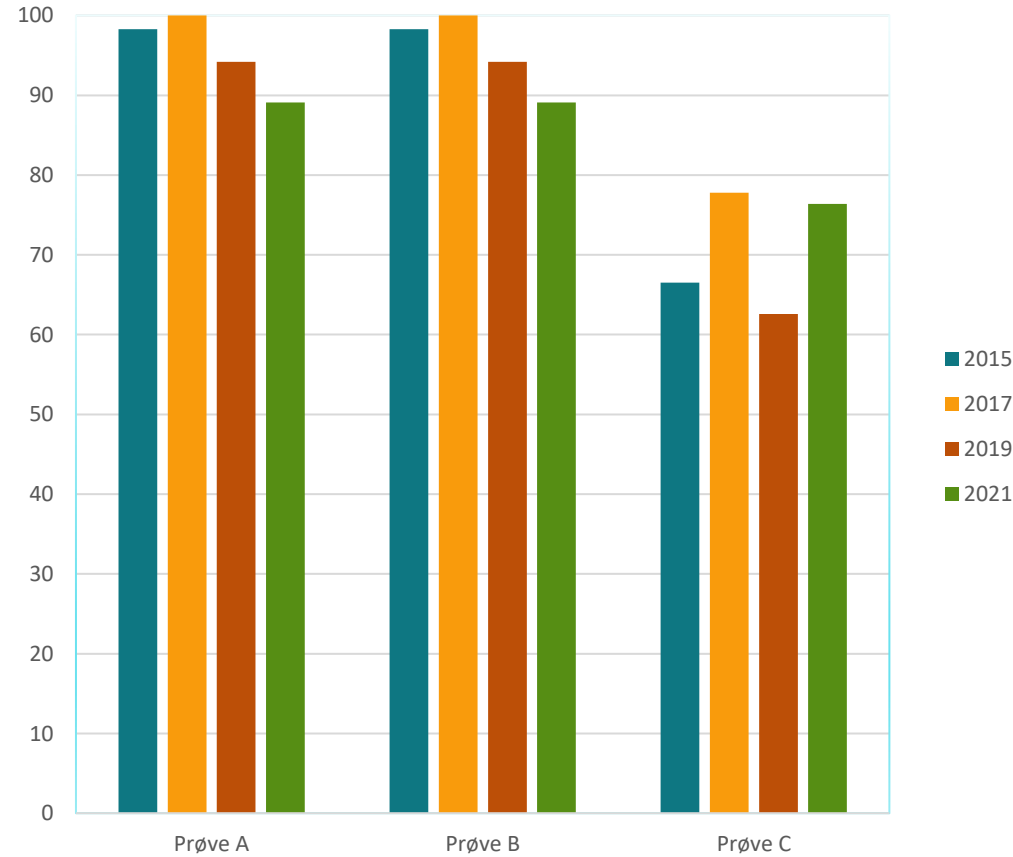
- Under er det gitt verdier for spredning i prøvingsresultatet gitt for de tre prøvematerialene etter at uteliggende resultater (21) er fjernet. $Z > 3$: 1, $2 < Z < 3$: 25.
- Det er de deltagende laboratoriers middelerverdi (etter at uteliggere er fjernet) som er brukt som referanse i SLP-en.

Prøve	Antall	Observerte middelerverdi	Observerte standardavvik	Observerte standardavvik til middelerverdi	Sture middelerverdi
A	138	0,1086 vol %	0,0031 vol %	0,00026 vol %	0,11 vol %
		0,1306 vekt %	0,0037 vekt %	0,00031 vekt %	0,1348 vekt %
B	141	0,5470 vol %	0,0139 vol %	0,00120 vol %	0,56 vol %
		0,6567 vekt %	0,0167 vekt %	0,00144 vekt %	0,6759 vekt %
C	120	1,648 vol %	0,026 vol %	0,0024 vol %	1,67 vol %
		1,969 vekt %	0,031 vekt %	0,0029 vekt %	2,003 vekt %

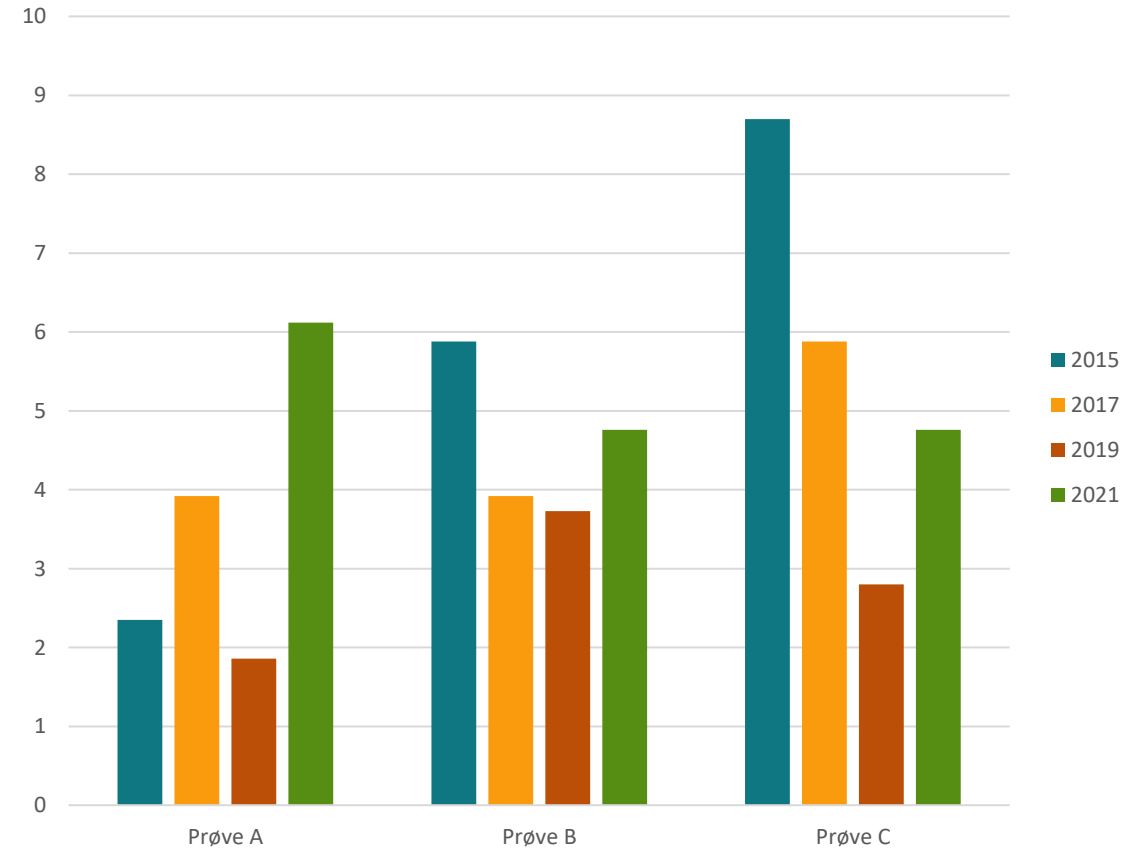
Sammenligning resultater 2015-2021



Anntall rapportert i %



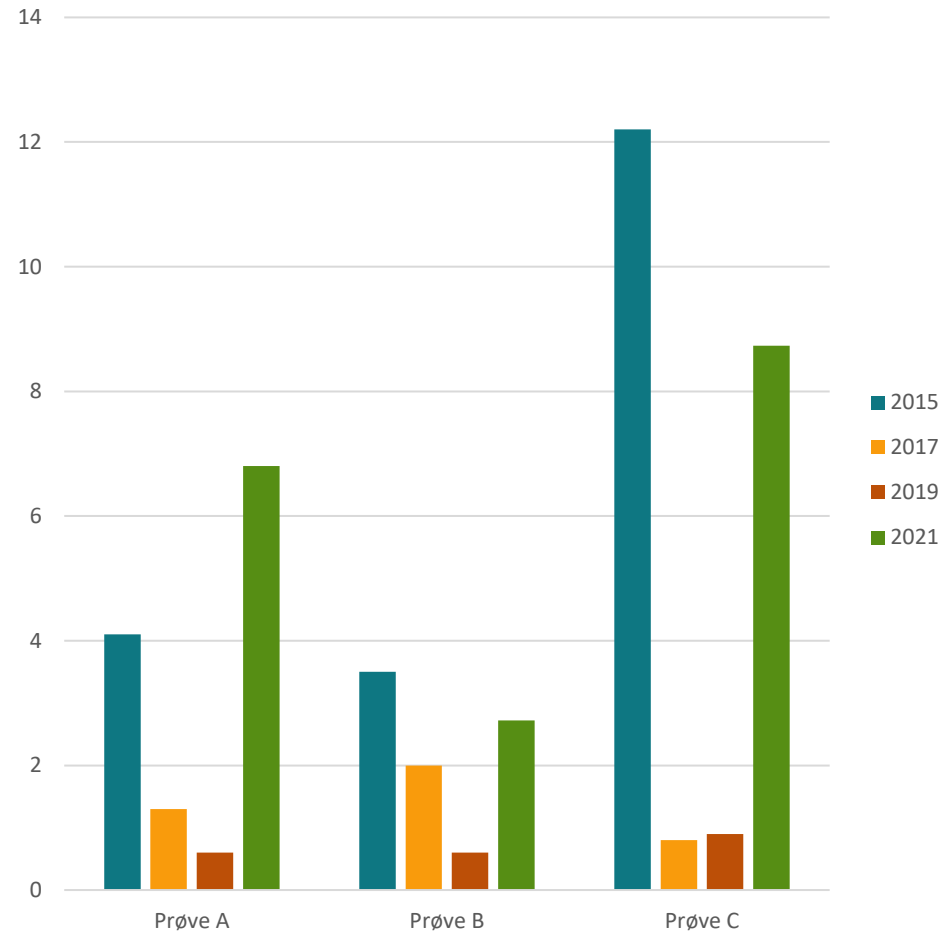
Uteliggere i %



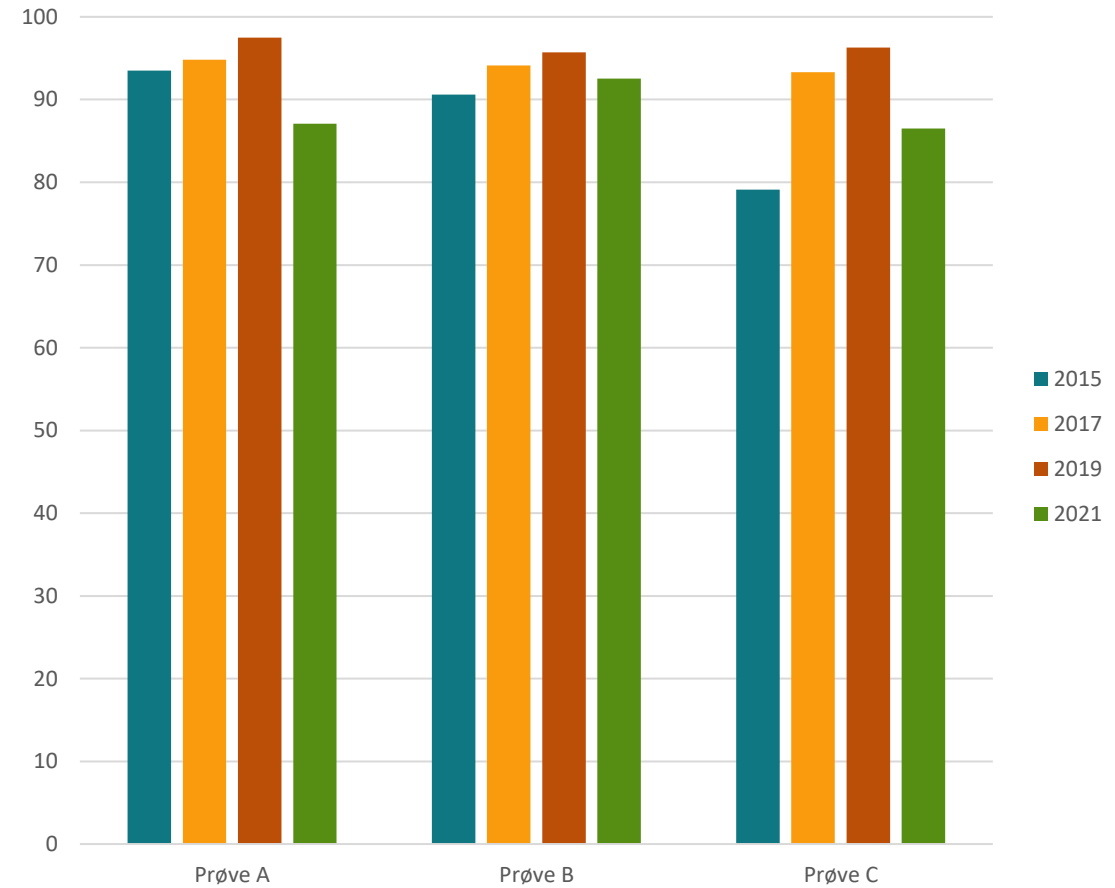
Sammenligning resultater 2015-2021



Grenseland $2 < Z < 3$, i %



Tilfredstillende resultater i %



Konklusjon



- Antall uteliggere og i grenseland var flere i siste SLP, så en positiv trend er brutt.
- Rapportering og distribusjon:
 - Antall desimaler ikke rapportert som beskrevet
 - Noen forsendelser på avveie
 - Mangler i registrering av kode
 - Fravær
- SLP gir fokus på viktigheten å analysere vanninnholdet rett
- Verifiserer laboratorienes kvalitet og kompetanse på disse analysene
- OD og operatørene får «strammet opp» laboranter der det er avvik, eventuelt forbedret prosedyrer/rutiner
- En sikrer/dokumentere at vann i olje tall fra norsk sokkel har god kvalitet og er etterrettelige. Dette er også et godt argument å bruke ved en «claim» på skipslast.

Takk til:

- Deltagende selskaper
- Deltagende laboratorier (Intertek West Lab AS og Petrotech AS)
- Sture laboratorium
- Gunn Kristin Svendsen, Justervesenet: Rapport og presentasjoner SLP 2019
- Henning Kolbjørnsen, Justervesenet: Rapport og presentasjoner SLP 2021

Takk for oppmerksomheten!

npd.no
factpages.npd.no/no
norskpetroleum.no

