

РЕНГЕНОФЛУОРЕСЦЕНТНЫЙ ВОЛНОДИСПЕРСИОННЫЙ АНАЛИЗАТОР НИЗКИХ СОДЕРЖАНИЙ СЕРЫ В НЕФТЕПРОДУКТАХ «СПЕКТРОСКАН SW»

Анализатор серы в нефтепродуктах «Спектроскан SW» отличается высокими аналитическими характеристиками, удобством и простотой эксплуатации, полностью соответствует требованиям ГОСТа 52660-2006, EN ISO 20884:2004, ASTM D 2622-05 и удовлетворяет прогнозу развития требования на анализаторы серы – определение содержания серы в 1 мг/кг и ниже.

В последние годы наблюдается резкое ужесточение требований к содержанию серы в дизельных топливах и бензинах. В странах Европейского Союза и США используются дистилляционные нефтепродукты отвечающие экологическим стандартам евро-4 и евро-5. В соответствии со стандартами евро-4 и евро-5 содержание серы в бензине и дизельном топливе не должно превышать 10ppm. Агентствами по защите окружающей среды планируется дальнейшее ужесточение требований. В странах СНГ экологические проблемы долгое время оставались на втором плане. Ситуацию изменили жесткие требования к дистиллятным нефтепродуктам на экспорт и вступление в силу технического регламента, утвержденному Правительством РФ от 27 февраля 2008 г. (с изменениями от 25 сентября, 30 декабря 2008 г.) «О требованиях к автомобильному и авиационному бензину, дизельному и судовому топливу, топливу для реактивных двигателей и топочному мазуту». Согласно документу, производство бензина и дизельного топлива для автомобильной и иной техники осуществляется в отношении: класса 2 – до 31 декабря 2010 г.; класса 3 – до 31 декабря 2011 г.; класса 4 – до 31 декабря 2014 г. Для бензина и дизельного

топлива 2-го класса массовая доля серы не должна превышать 500 мг/кг, для бензина 3-го класса – 150 мг/кг, для дизельного топлива 3 класса – 350 мг/кг, для бензина и дизельного топлива 4-го класса – 50 мг/кг и 5-го класса – 10 мг/кг.

НПО «СПЕКТРОН» серийно выпускает рентгеновские спектрометры более 20 лет, тысячи приборов поставлено в различные отрасли промышленности, в том числе в отрасли нефтедобычи и нефтепереработки. Благодаря высокому качеству продукция используется во всех нефтяных компаниях, сертификационных, таможенных и экспертных лабораториях, НИИ и т.п. Лаборатории контроля качества нефтепродуктов в течение многих лет используют приборы серии «СПЕКТРОСКАН», в т.ч. анализатор серы энергодисперсионный «СПЕКТРОСКАН S». Анализатор «СПЕКТРОСКАН S» задает высокий уровень стандарта для приборов определения массовой доли серы, и в настоящий момент является наиболее распространенным рентгенофлуоресцентным энергодисперсионным анализатором серы на территории стран СНГ. НПО «Спектрон» известен как основной производитель волнодисперсионных спектрометров в России,

значительный объем продукции поставляет за рубеж.

В последние два года на основе успешного опыта производства анализаторов серы, и в связи с введением технического регламента «О требованиях к автомобильному и авиационному бензину, дизельному и судовому топливу, топливу для реактивных двигателей и топочному мазуту» с арбитражным рентгенофлуоресцентным волнодисперсионным методом определения содержания серы в автомобильных топливах четвертого и пятого классов, разработан и производится анализатор серы рентгенофлуоресцентный волнодисперсионный «СПЕКТРОСКАН SW».

Анализатор «СПЕКТРОСКАН SW» предназначен для определения содержания серы в нефтепродуктах по ГОСТ Р 52660-2006 (EN ISO 20884:2004) и ASTM D 2622-05.

Анализатор разработан на основе спектрометра общего назначения «СПЕКТРОСКАН МАКС GV», однако использование сканирующего рентгеновского волнодисперсионного канала повышенной светосилы в диапазоне определения серы позволило в несколько раз увеличить чувствительность. По чувствительности ►



Анализатор серы в нефти и нефтепродуктах рентгеновский волнодисперсионный «СПЕКТРОСКАН SW»



Анализатор серы в нефти и нефтепродуктах рентгеновский энергодисперсионный «СПЕКТРОСКАН S»

¹ Ron Jenkins, R.W. Gould, Dale Gedcke. Quantitative X-ray Spectrometry. Second Edition, Chapter 11. 1995.

² Предел повторяемости – значение, ниже которого, как можно ожидать, с заданной доверительной вероятностью находится абсолютная разность между результатами двух одиночных измерений, полученных с помощью одного и того же метода, на идентичном измеряемом материале, одним и тем же оператором, использующим одну и ту же аппаратуру, в одной и той же лаборатории за короткий промежуток времени. В отсутствии других указаний доверительная вероятность составляет 95 %.

Стандартная погрешность построения ГХ σ (Standard error of estimate), рассчитанная по методу наименьших квадратов.	0,24ppm
Концентрационная чувствительность S (sensitivity), [(имп./с)/мас.%.] S определялась как коэффициент уравнения (константа наклона, the slope constant): $N_{SKa} = S \times C_s + N_b$ где N_{SKa} - скорость счёта на линии SKa, имп./с; C_s - содержание серы, масс.%; N_b - скорость счёта SKa, измеренная на чистом (не содержащем серу) масле.	55000
Нижний предел обнаружения c_L (the minimum detectable limit или the lower limit of detection - LLD), масс.%, который рассчитывался по формуле: $c_L = \frac{3,29}{S} \sqrt{\frac{N_b}{t}}$ где t - экспозиция при измерении фона (100 секунд).	0,5 ppm
Нижний практический предел обнаружения, который рассчитывается по формуле: $c = \frac{\sum(M - N_b)T}{n}$ где n количество измерений на чистом (не содержащем серу) масле, $M = \sum N_{i,j} / n$ среднее значение.	0,65 ppm

Градуировочная характеристика (ГХ) для диапазона (0 – 60)ppm серы.

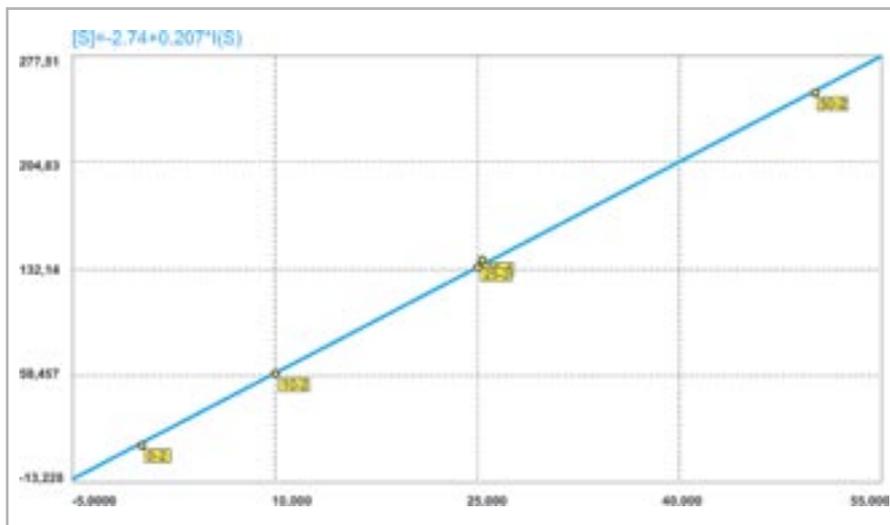


Рис. 1. Градуировочная характеристика 0 - 60ppm для определения серы в дистиллятных нефтепродуктах

СПЕКТРОСКАН SW на порядок превосходит энергодисперсионные анализаторы серы. Одновременно, благодаря новой рентгенооптической схеме, значительно увеличена точность измерений. В аппарате СПЕКТРОСКАН SW применено оригинальное боковое расположение пробы, обеспечивающее высокую воспроизводимость измерений для различных нефтепродуктов и гарантирующее отсутствие влияния степени заполнения кюветы на результат анализа. На градуировочной кривой 0 – 60 ppm (градуировочный график приведен на рис. 1) видна четкая, линейная концентрационная зависимость и хорошая повторяемость.

При построении ГХ от 0 до 5 ppm (0,0000-0,0005%) серы σ осталась практически неизменной по сравнению с диапазоном 0 – 60 ppm и составила 0,242ppm; ожидаемая погрешность анализа для середины градуировочного диапазона может быть оценена как двойная величина σ , т.е. для 2,5ppm она составляет 0,48ppm.

ПОВТОРЯЕМОСТЬ

В соответствии с ISO 20884:2004 и ГОСТ Р 52660-2006 повторяемость может превышать предельное значение² только в одном случае из двадцати, т.е. доверительная вероятность составляет 95 %.

Для определения повторяемости в области низких концентраций были взяты образцы с массовой долей серы 10 и 5 ppm. В нашем исследовании было проведено 40 единичных измерений каждого содержания.

Предел повторяемости для 10ppm по ГОСТ 52660 и ISO 20884 1,9ppm. В исследовании предел повторяемости не был превышен ни разу. Максимальное значение повторяемости составило 1,3ppm.

Предел повторяемости для 5ppm составляет 1,8ppm. В нашем исследовании при проведении сорока единичных измерений предел повторяемости не был превышен ни разу. Максимальное значение повторяемости составило 0,6ppm.

Отличительные особенности и преимущества анализатора «СПЕКТРОСКАН SW»:

- СПЕКТРОСКАН SW соответствует требованиям ГОСТ Р 52660-2006 и EN ISO 20884:2004, позволяя измерять не только линию серы, но и линию фона на длине волны 5450 мА.
- Конструктивно анализатор «СПЕКТРОСКАН SW» состоит из трех блоков, объединенных в едином корпусе. Корпус представляет собой напольную промышленную стойку на колесах.
- Боковое расположение пробы в анализаторе исключает необходимость использования дополнительного защитного окна с пленкой, что уменьшает погрешность, вызванную ее загрязнением и неравномерностью толщины.
- Анализатор не требует использования аргонметановой смеси и т.п. для продувки детектора, т.к. используется отпаянный детектор повышенной чувствительности. Это особенность значительно снижает требования к помещению лаборатории и устраняет необходимость косвенных затрат на отдельные помещения для установки баллонов. Также отсутствуют ограничения, связанные с повышенным классом опасности оборудования, требующего в работе газа.
- Процедура анализа полностью автоматизирована. Анализатор имеет встроенные компьютер, клавиатуру, дисплей, Результаты измерений массовой доли серы в нефтепродукте распечатываются на встроенном в корпус анализатора термомпринтере. Приобретение внешнего компьютера не требуется. При необходимости вывода результатов на внешний компьютер или в систему АСУТП в анализаторе есть выход USB, программное обеспечение по заказу поставляется бесплатно.
- В комплект поставки входят все расходные материалы, необходимые для анализа.
- Анализатор освобожден от радиационного учета и контроля и не требует получения специального разрешения (лицензии) на право работ с источниками ионизирующих излучений. Транспортировка, хранение, приобретение – без ограничений по радиационному фактору.
- Внесен в государственный реестр средств измерений под номером №36098-07, составляется со свидетельством о поверке.
- Рекомендован ТК 31 к применению для контроля качества дистиллятных нефтепродуктов по процедуре ГОСТ Р 52660 (EN ISO 20884). ■



ООО «НПО «СПЕКТРОН»
190103, Санкт-Петербург,
ул. Циолковского, д.10 А, а/я 214
т.: (812) 325-81-83
ф.: (812) 325-85-03
e-mail: to@spectron.ru