

# Аналіз нафтопродуктів на спектрометрі ElvaX

## Вступ

ElvaX — це потужний та ефективний інструмент для аналізу нафтопродуктів, таких як автомобільне паливо (бензин, дизель), мастило, сира нафта, мазут. Ці продукти аналізуються на вміст сірки, хлору, металів зносу.

Завдяки низьким межам виявлення (до 1 год /млн) та мінімальній пробопідготовці ElvaX є відмінним інструментом для аналізу нафтопродуктів.

## Застосування

Основні способи застосування приладу:

- Аналіз сірки в автомобільному паливі. Сірка утворює сульфіти у вихлопах автомобіля, які забруднюють навколишнє середовище. Також вона знижує ефективність роботи двигуна. Максимально допустимий рівень сірки у паливі знижується з року в рік. Рентгенофлуоресцентний аналіз рекомендований багатьма методиками (наприклад, ASTM D4294) для аналізу сірки у паливі. ElvaX повністю відповідає вимогам ASTM D4294.
- Аналіз невикористаних мастил. У деякі мастила додають металоорганічні добавки, які діють, наприклад, як миючі засоби, антиоксиданти й анти-присадки. Добавки зазвичай містять Mg, Si, P, S, Cl, Ca, Cu, Zn, Mo і Ba. ASTM D6481 — це методика, яка описує визначення вмісту фосфору, сірки, кальцію і цинку в невикористаних мастильних маслах методом РФА. ElvaX повністю відповідає вимогам ASTM D6481 і на додаток також визначає й інші елементи (Mo, Ba, Mn) у мастильних маслах.
- Моніторинг металів зносу у використаних мастилах. Підвищена концентрація деяких металів у маслі може бути індикатором зносу або пошкоджень двигуна. Наприклад, мідь і олово показують знос підшипників, хром і молібден — знос поршневих кілець та ущільнювачів. ElvaX дає змогу вимірювати низькі концентрації металів зносу (Fe, Cu, Pb, Sn, Ni, Zn, Al, Cd, Ag, Ti, V та ін.) у мастилах.

## Обладнання

ElvaX — це настільний енергодисперсійний рентгенофлуоресцентний спектрометр. Він оснащений 40 кВ рентгеновською трубкою зі срібним анодом і сучасним SDD-детектором, який забезпечує відмінну енергетичну роздільну здатність, низькі межі виявлення та високу швидкість вимірювань. Використання срібла як матеріалу анода трубки запобігає перекриттю характеристичних ліній хлору і сірки лініями трубки, як це відбувається з трубками з родію та паладію. Завдяки срібному аноду значно знижується межа виявлення хлору і сірки в маслі.

За рахунок можливості продувки гелієм суттєво збільшується чутливість і знижуються межі виявлення легких елементів (Mg, Al, Si, S, Cl) у нафтопродуктах. Фірмове програмне забезпечення ElvaX має інтуїтивно зрозумілий інтерфейс і вимагає мінімальної підготовки користувача.

## Методика

Для аналізу нафтопродуктів не потрібна пробопідготовка. Досить перелити рідкі зразки у стандартні кювети і закрити тонкою плівкою Ultralyne ©.

Для калібрування спектрометра використовуються кілька наборів стандартних зразків, що містять домішки Si, S, Ca, V, Cr, Fe, Ni, Cu, Zn, Mo, Ba, Sn, Pb.

Калібрування для вимірювання сірки розбито на два діапазони концентрацій: до 1000 год / млн і від 0.1% до 5%.

Типовий час вимірювання нафтопродуктів — 120 секунд.

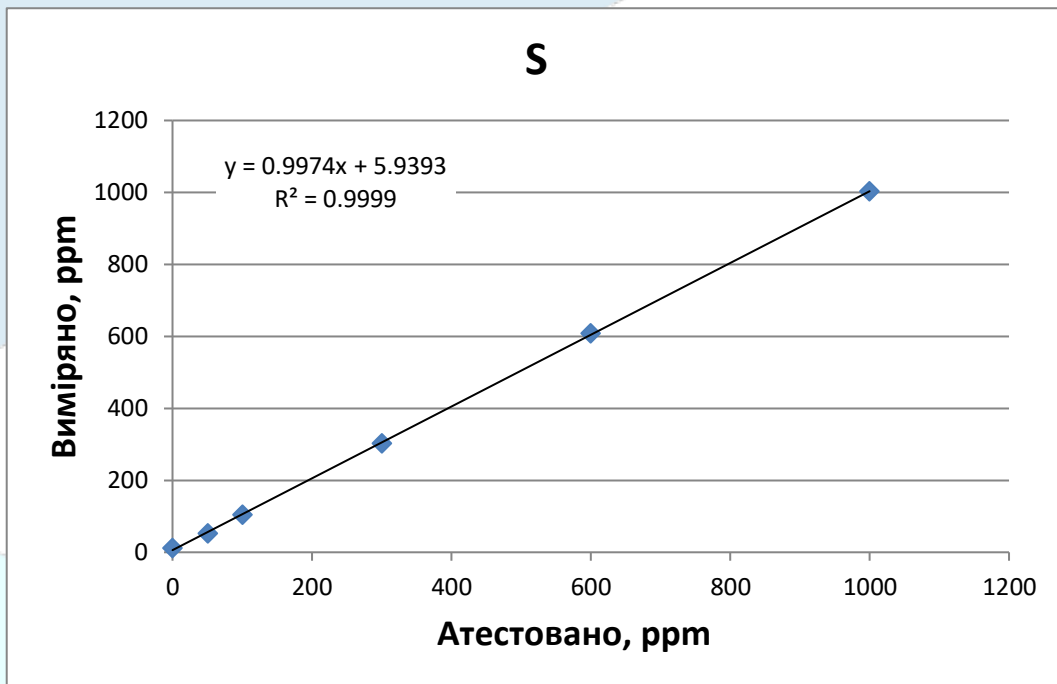
## Результати

### Графіки відповідності

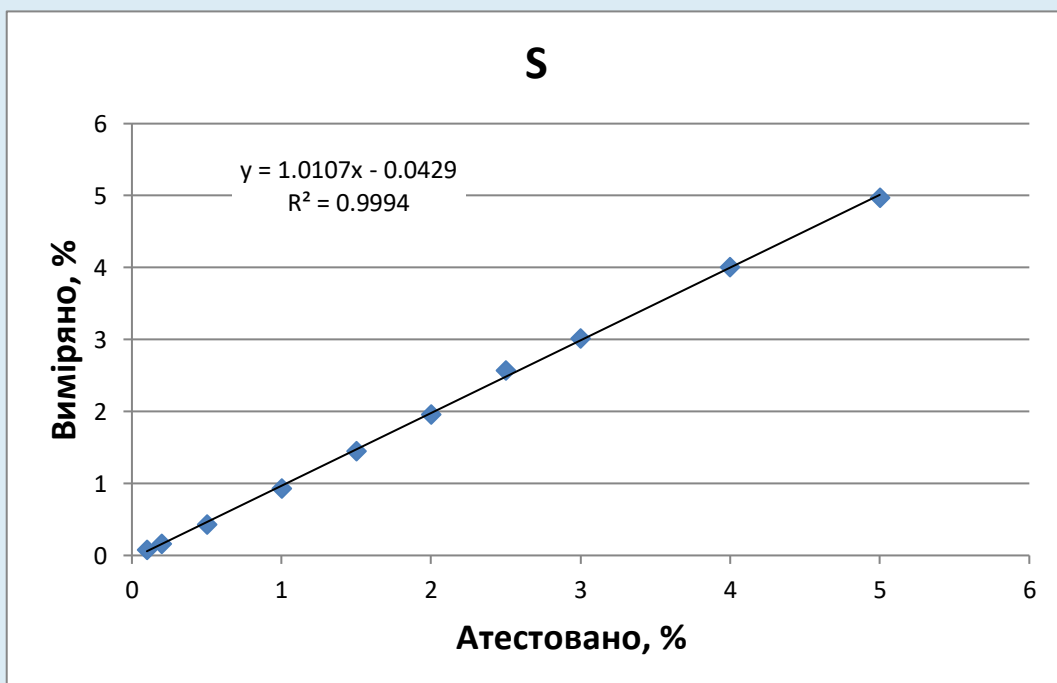
На малюнках 1-14 показані порівняльні графіки між атестованими і вимірюваними концентраціями різних елементів (Si, S, Ca, V, Cr, Fe, Ni, Cu, Zn, Mo, Ba, Sn, Pb) в маслі. Отримані дані апроксимовані лінійною функцією.

$R^2$  — це коефіцієнт достовірності апроксимації, який показує, наскільки точно результати вимірювань відповідають атестованим значенням.

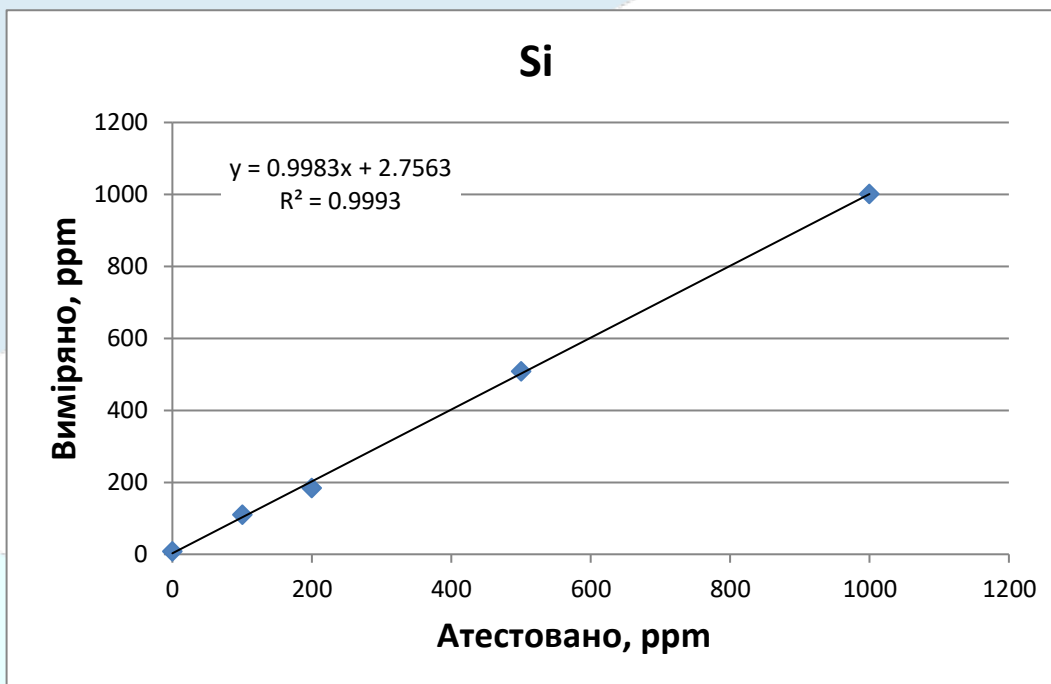
Ідеальна відповідність має місце при значенні  $R^2$ , що дорівнює одиниці.



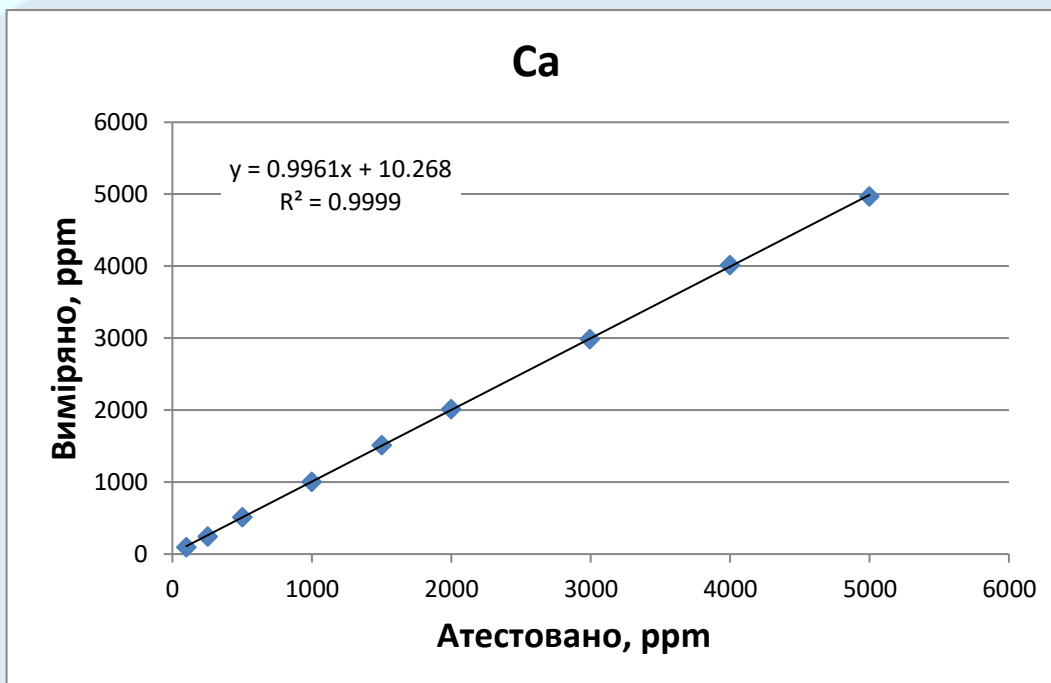
Малюнок 1. Графік відповідності концентрації сірки в маслі у діапазоні до 1000 год / млн.



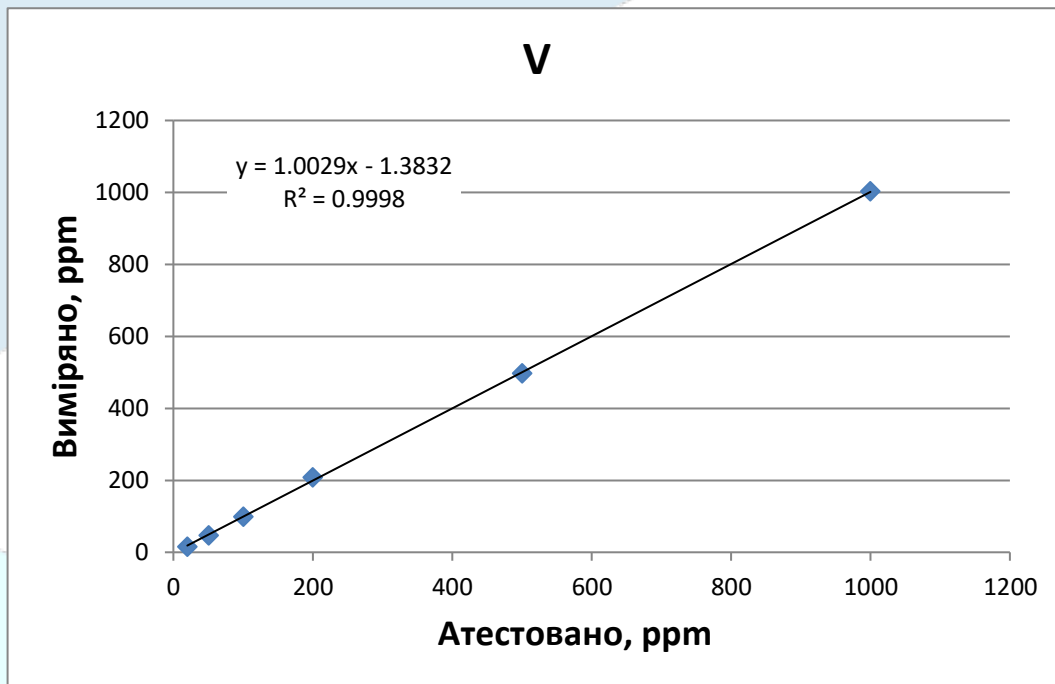
Малюнок 2. Графік відповідності концентрації сірки в маслі у діапазоні від 0.1 до 5%.



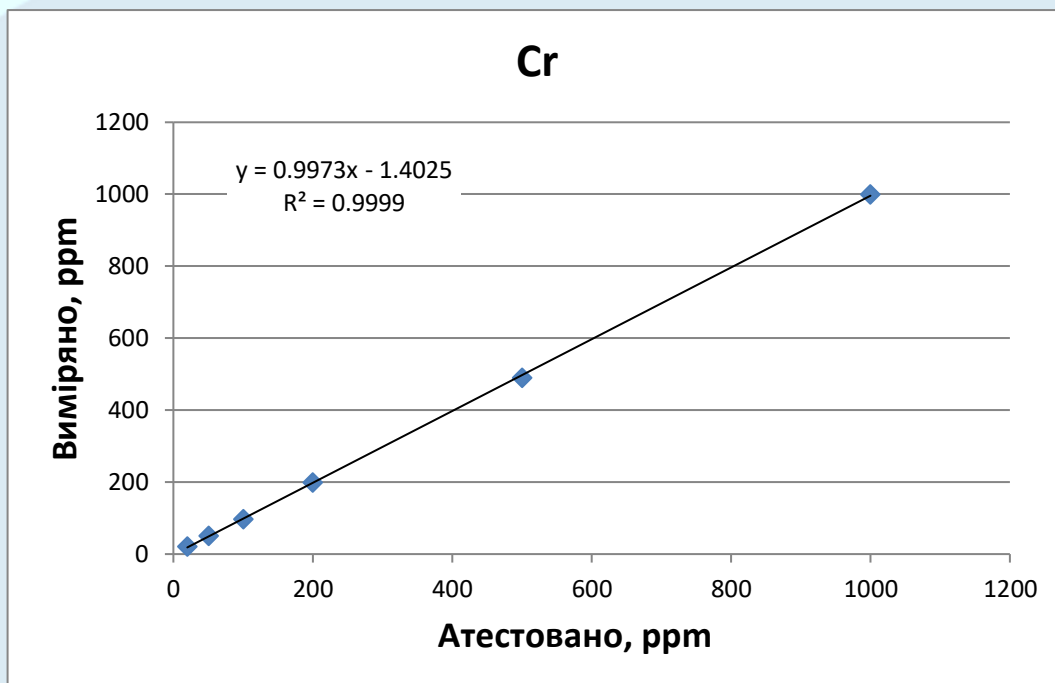
Малюнок 3. Графік відповідності концентрації кремнію в маслі.



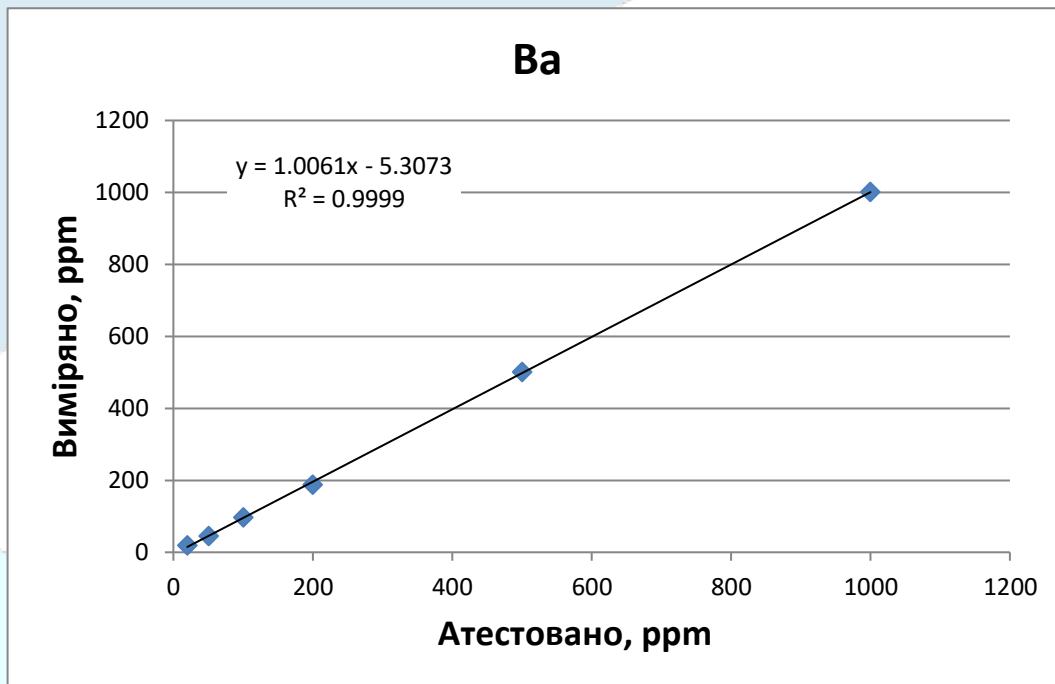
Малюнок 4. Графік відповідності концентрації кальцію в маслі.



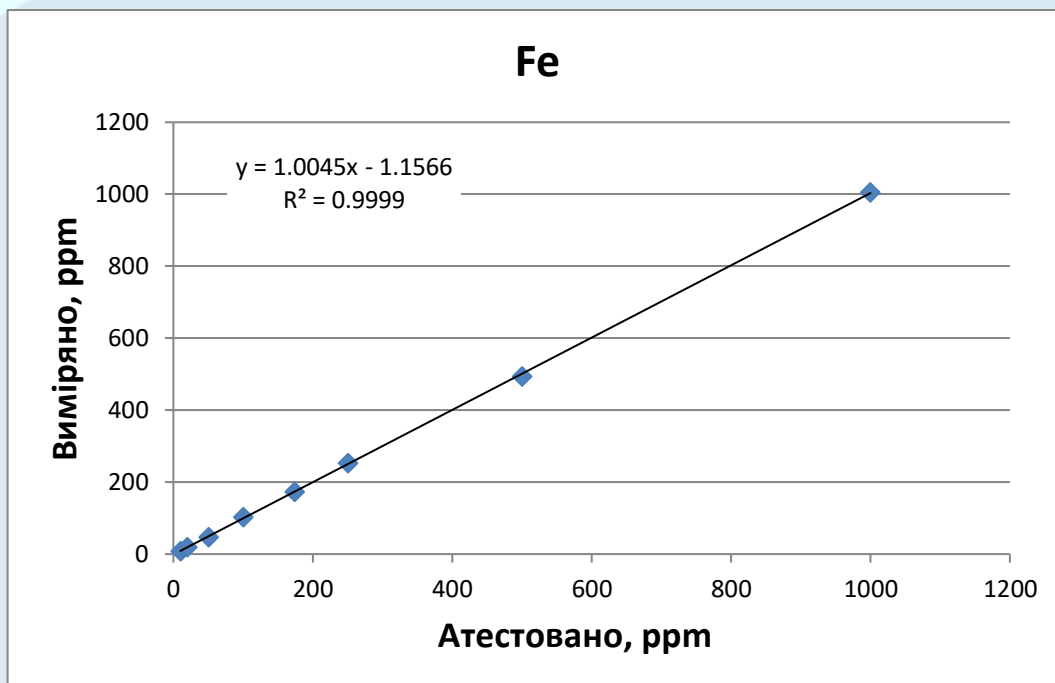
Малюнок 5. Графік відповідності концентрації ванадію в маслі.



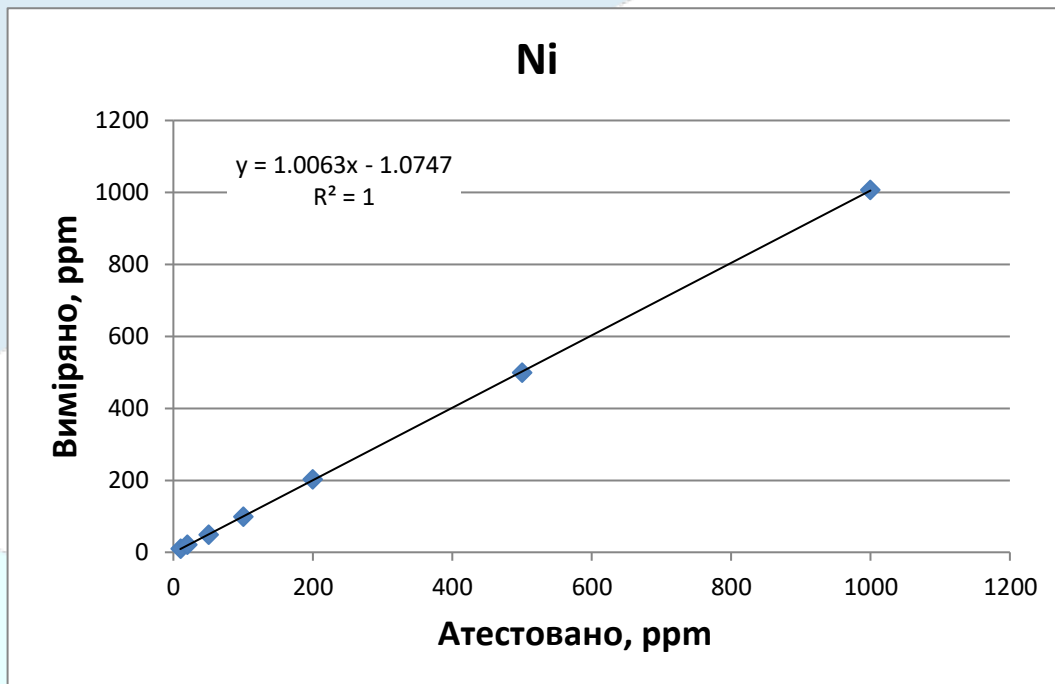
Малюнок 6. Графік відповідності концентрації хрому в маслі.



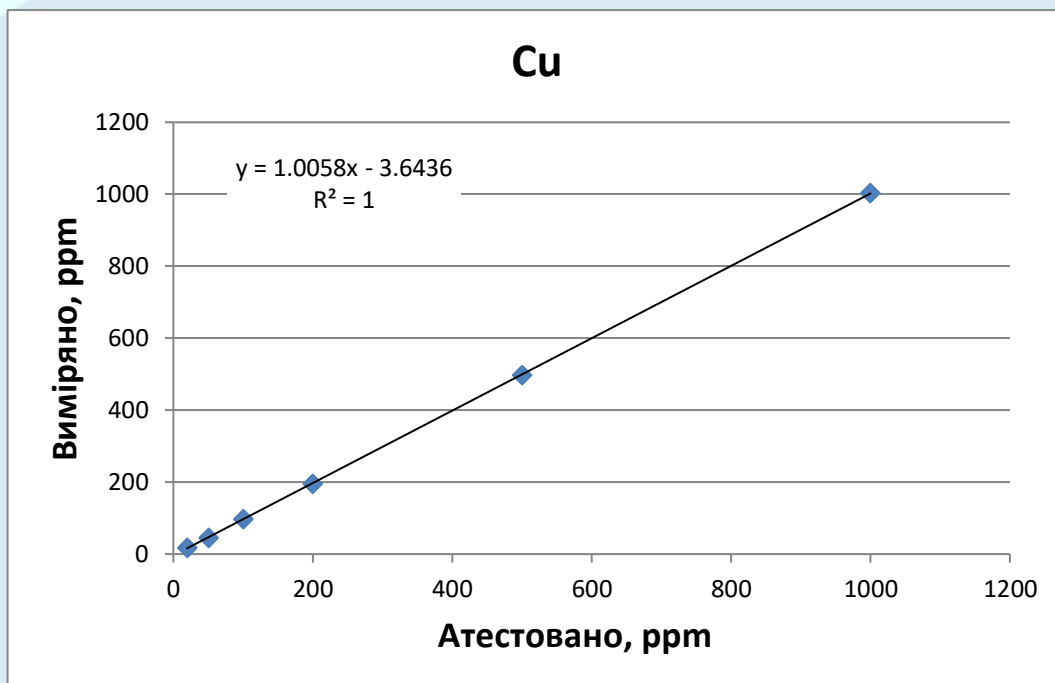
Малюнок 7. Графік відповідності концентрації барію в маслі.



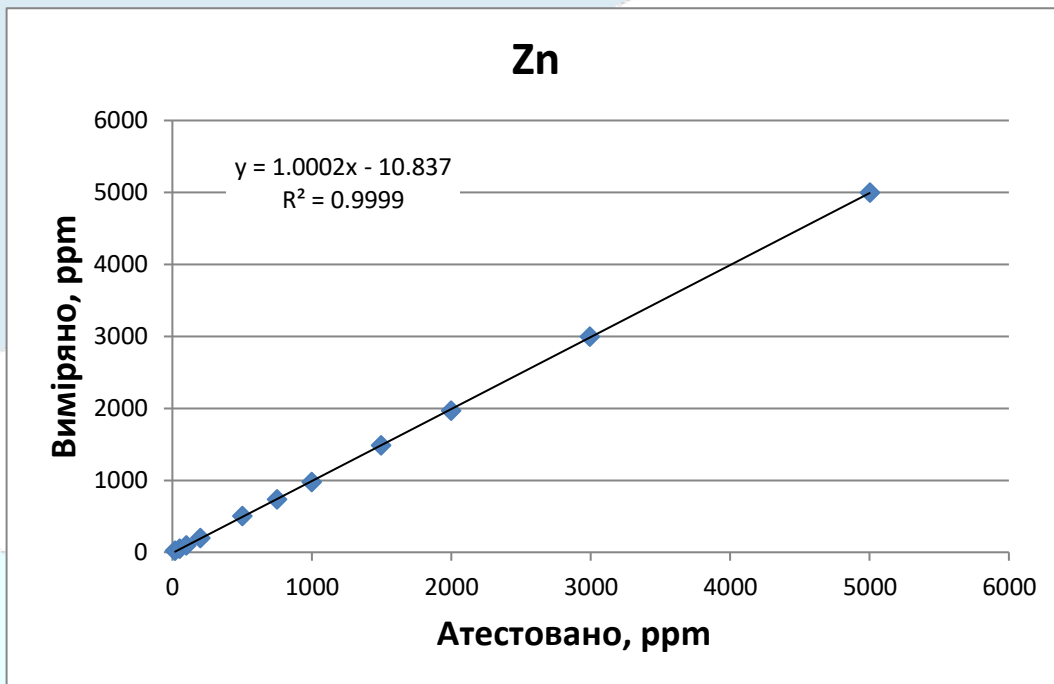
Малюнок 8. Графік відповідності концентрації заліза в маслі.



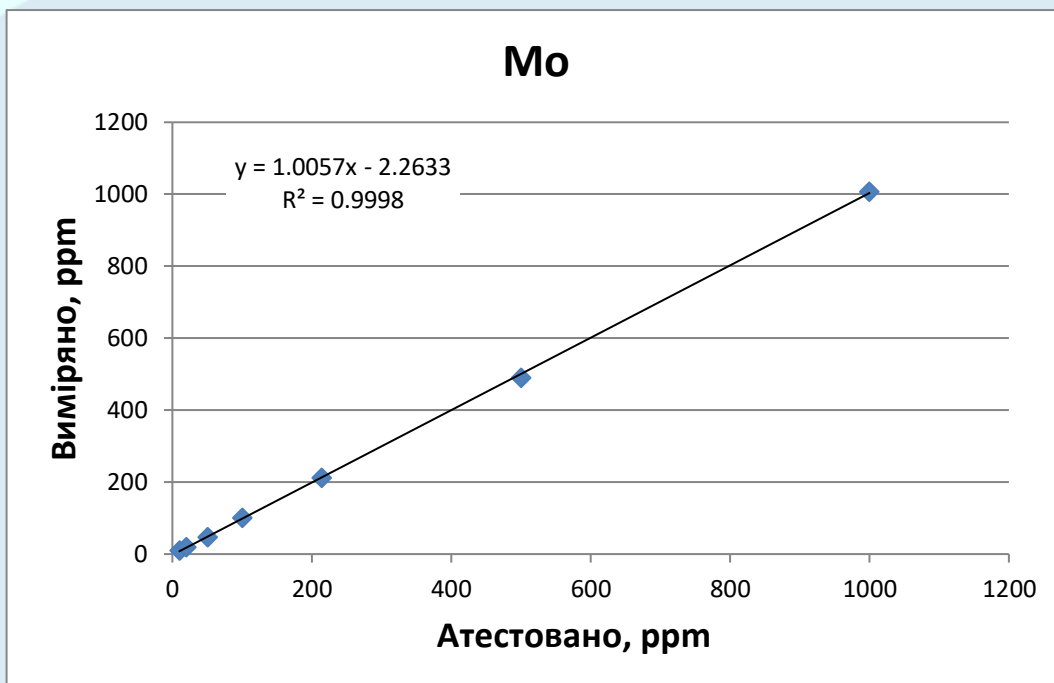
Малюнок 9. Графік відповідності концентрації нікелю в маслі.



Малюнок 10. Графік відповідності концентрації міді у маслі.

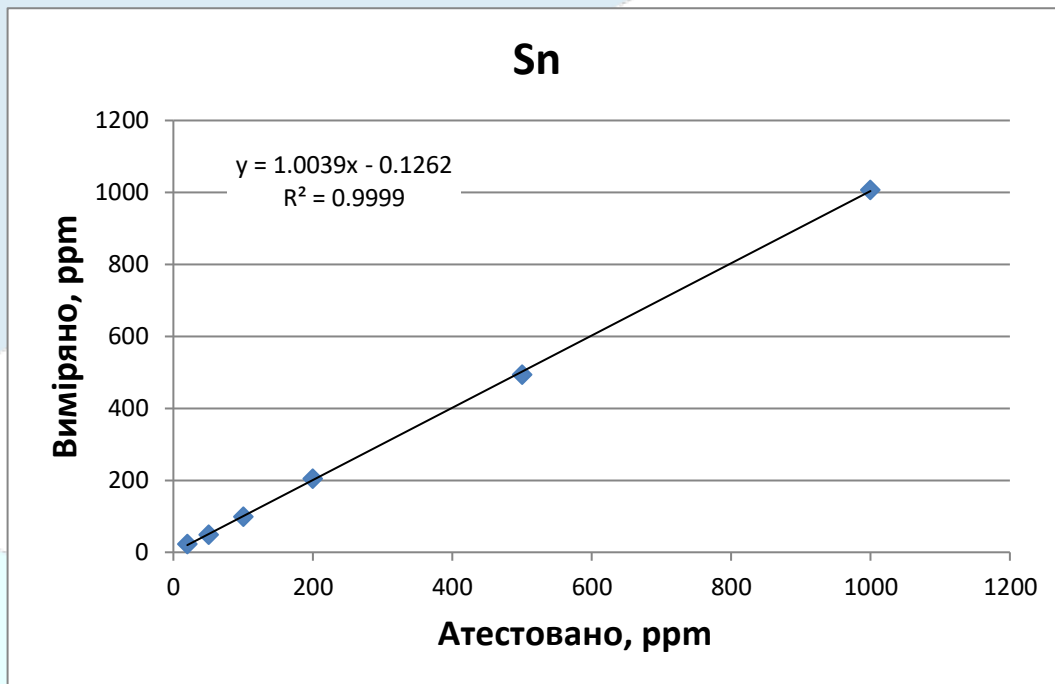


Малюнок 11. Графік відповідності концентрації цинку в маслі.

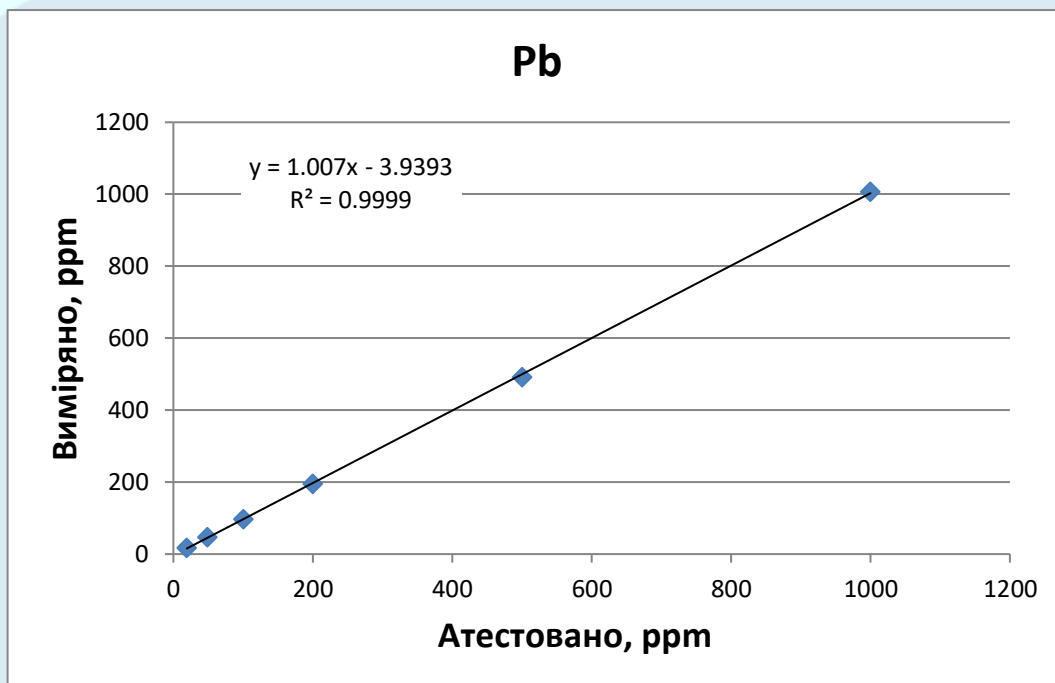


Малюнок 12. Графік відповідності концентрації молібдену в маслі.





Малюнок 13. Графік відповідності концентрації олова в маслі.



Малюнок 14. Графік відповідності концентрації свинцю в маслі.

## Межі виявлення

У таблиці 1 показані межі виявлення (LOD) для різних домішкових елементів у нафтопродуктах, отримані на спектрометрі ElvaX.

Елемент	LOD, ppm
Si	50
S	2
Ca	15
V	5
Cr	5
Fe	2
Ni	3
Cu	4
Zn	4
Mo	3.5
Ba	10
Sn	20
Pb	5

Таблиця 1.  
Межі виявлення  
різних елементів  
у нафтопродуктах.

Дані щодо межі виявлення візуалізовані на гістограмі в логарифмічній шкалі (див. Мал. 15).



Малюнок 15. Межі виявлення різних елементів у нафтопродуктах.

## Повторюваність

Також був проведений тест повторюваності результатів. Один зразок було виміряно 10 разів поспіль. Час одного виміру — 180 секунд. Розраховані середнє значення, середньоквадратичне відхилення (СКВ) і відносне СКВ (вСКВ — у відсотках) для концентрацій S, Cr, Fe, Ni. Результати тесту подані у таблиці 1.

## Висновок

Отримані результати показують відмінну кореляцію між атестованими і вимірюваними значеннями вмісту сірки, хлору і домішкових металів у нафтопродуктах у широкому діапазоні концентрацій (від год /млн до відсотків).

ElvaX повністю відповідає таким міжнародним стандартам як ASTM D4294 (Вимірювання сірки в автомобільному паливі), ASTM D6481 (Вимірювання фосфору, сірки, кальцію і цинку в мастилах).

Межа виявлення по сірці та більшості металів сягає декількох год /млн.

Завдяки високій точності, високій швидкості вимірювань, простоті використання та низькій вартості аналізу спектрометр ElvaX є ідеальним інструментом для аналізу сірки і домішків у нафтопродуктах у діапазонах концентрацій від год /млн до декількох відсотків.