

Анализ нефтепродуктов на спектрометре ElvaX Light

Вступление

ElvaX Light – это мощный и эффективный инструмент для анализа нефтепродуктов, таких как автомобильное топливо (бензин, дизель), смазочное масло, сырая нефть, мазут. Эти продукты анализируются на содержание серы, хлора, металлов износа. Благодаря низким пределам обнаружения (до 1 ч/млн) и минимальной пробоподготовке ElvaX Light является отличным инструментом для анализа нефтепродуктов.

Применение

Основные способы применения прибора:

- Анализ серы в автомобильном топливе. Сера образует сульфиты в выхлопах автомобиля, которые загрязняют окружающую среду. Также, она снижает эффективность работы двигателя. Максимально допустимый уровень серы в топливе снижается из года в год. Рентгенофлуоресцентный анализ рекомендован многими методиками (например, ASTM D4294) для анализа серы в топливе.

ElvaX Light полностью соответствует требованиям ASTM D4294.

- Анализ неиспользованных смазочных масел. В некоторые смазочные масла добавляют металлоорганические добавки, которые действуют, например, в качестве моющих средств, антиоксидантов и анти-присадок. Добавки обычно содержат Mg, Si, P, S, Cl, Ca, Cu, Zn, Mo и Ba. ASTM D6481 – это методика, которая описывает определение содержания фосфора, серы, кальция и цинка в неиспользованных смазочных маслах методом РФА.

ElvaX Light полностью соответствует требованиям ASTM D6481 и в дополнение также определяет и другие элементы (Mo, Ba, Mn) в смазочных маслах.

- Мониторинг металлов износа в использованных смазочных маслах. Повышенная концентрация некоторых металлов в масле может быть индикатором износа или повреждений двигателя. Например, медь и олово показывают износ подшипников, хром и молибден – износ поршневых колец и уплотнителей.

ElvaX Light позволяет измерять низкие концентрации металлов износа (Fe, Cu, Pb, Sn, Ni, Zn, Al, Cd, Ag, Ti, V и др.) в смазочных маслах.

Оборудование

ElvaX Light – это настольный энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный спектрометр. Он оснащен 40 кВ рентгеновской трубкой с серебряным анодом и современным SDD-детектором, который обеспечивает отличное энергетическое разрешение, низкие пределы обнаружения и высокую скорость измерений. Использование серебра в качестве материала анода трубки предотвращает перекрытие характеристических линий хлора и серы с линиями трубки, как это происходит с трубками из родия и палладия.

Благодаря серебряному аноду значительно снижается предел обнаружения хлора и серы в масле. За счет возможности продува гелием существенно увеличивается чувствительность и снижаются пределы обнаружения легких элементов (Mg, Al, Si, S, Cl) в нефтепродуктах. Фирменное программное обеспечение ElvaX имеет интуитивно понятный интерфейс и требует минимальной подготовки пользователя.

Методика

Для анализа нефтепродуктов не требуется пробоподготовка. Достаточно перелить жидкие образцы в стандартные кюветы и закрыть тонкой пленкой Ultralyne ©.

Для калибровки спектрометра используются несколько наборов стандартных образцов, содержащих примеси Si, S, Ca, V, Cr, Fe, Ni, Cu, Zn, Mo, Ba, Sn, Pb.

Калибровка для измерения серы разбита на два диапазона концентраций: до 1000 ч/млн и от 0.1% до 5%.

Типичное время измерения нефтепродуктов – 120 секунд.

Результаты

Графики соответствия

На рисунках 1-14 показаны сравнительные графики между аттестованными и измеренными концентрациями различных элементов (Si, S, Ca, V, Cr, Fe, Ni, Cu, Zn, Mo, Ba, Sn, Pb) в масле. Полученные данные аппроксимированы линейной функцией. R^2 – это коэффициент достоверности аппроксимации, который показывает, насколько точно результаты измерений соответствуют аттестованным значениям. Идеальное соответствие имеет место при значении R^2 равном единице.

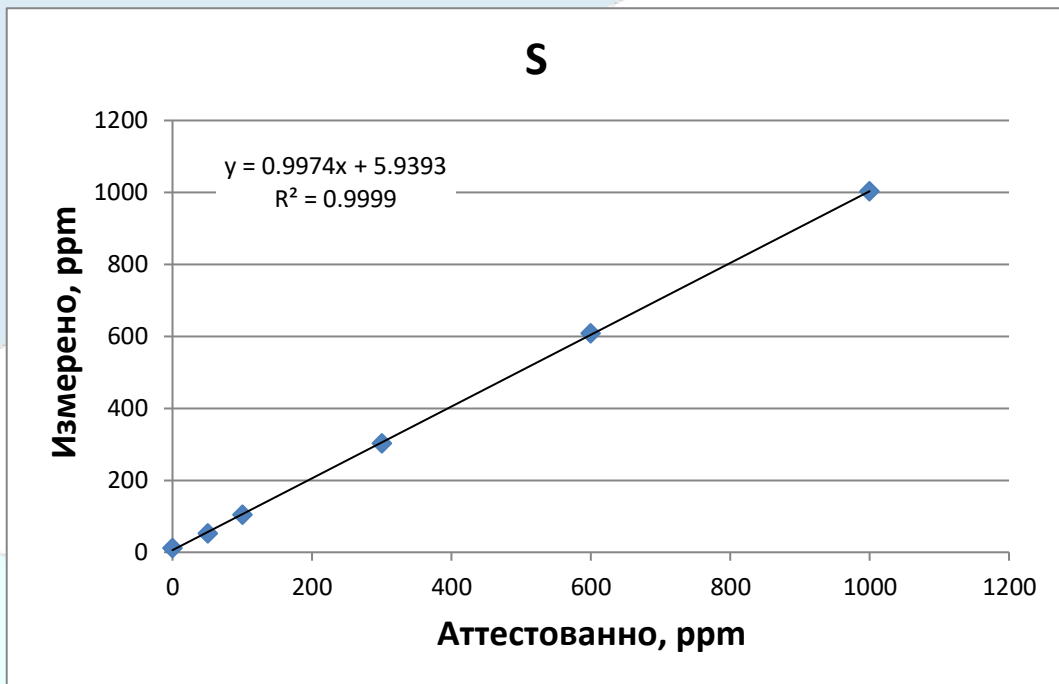


Рисунок 1. График соответствия концентрации серы в масле в диапазоне до 1000 ч/млн.

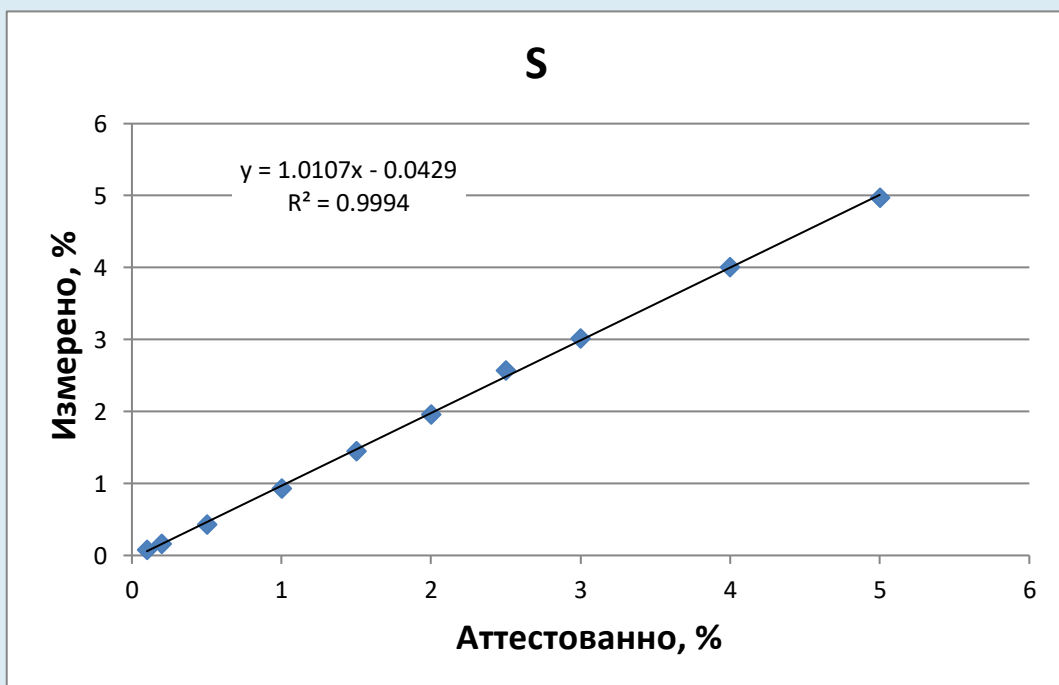


Рисунок 2. График соответствия концентрации серы в масле в диапазоне от 0.1 до 5 %.

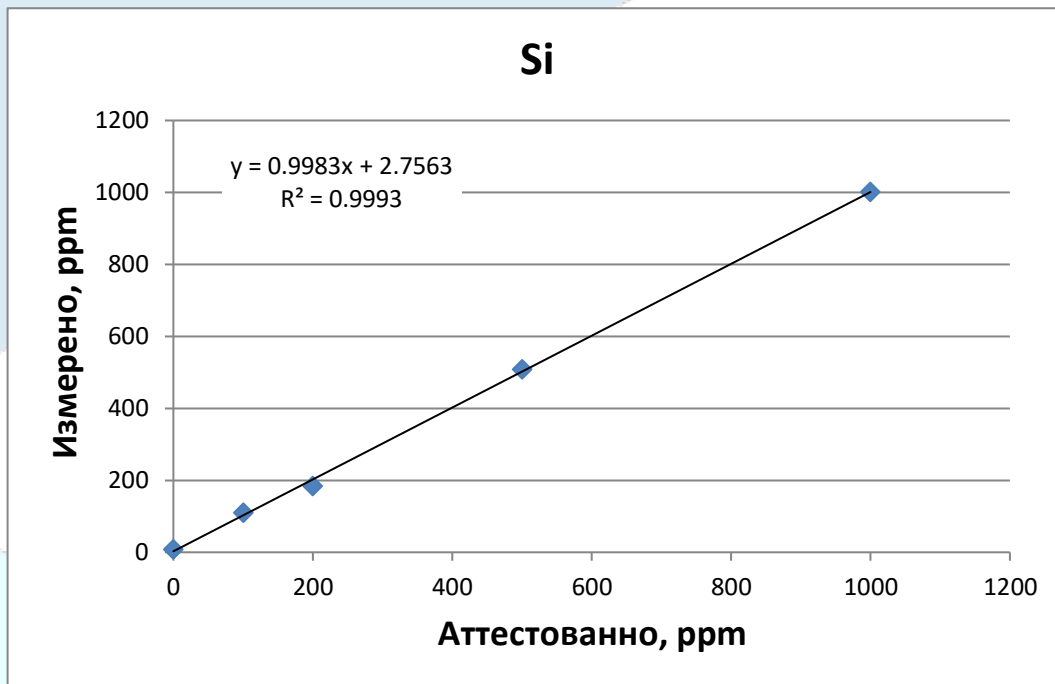


Рисунок 3. График соответствия концентрации кремния в масле.

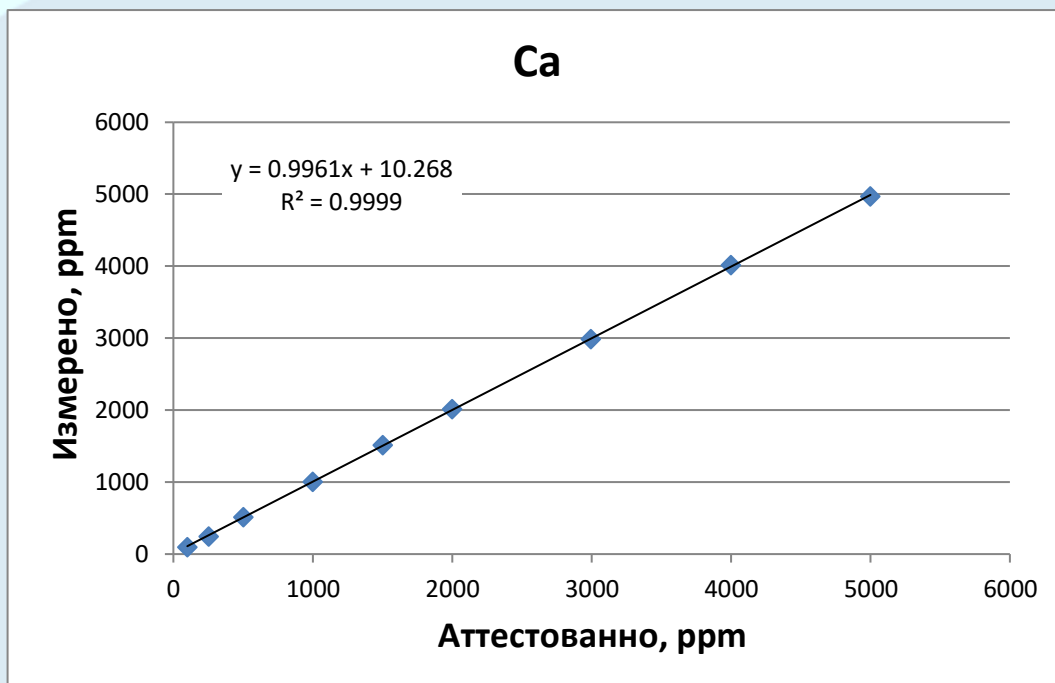


Рисунок 4. График соответствия концентрации кальция в масле.

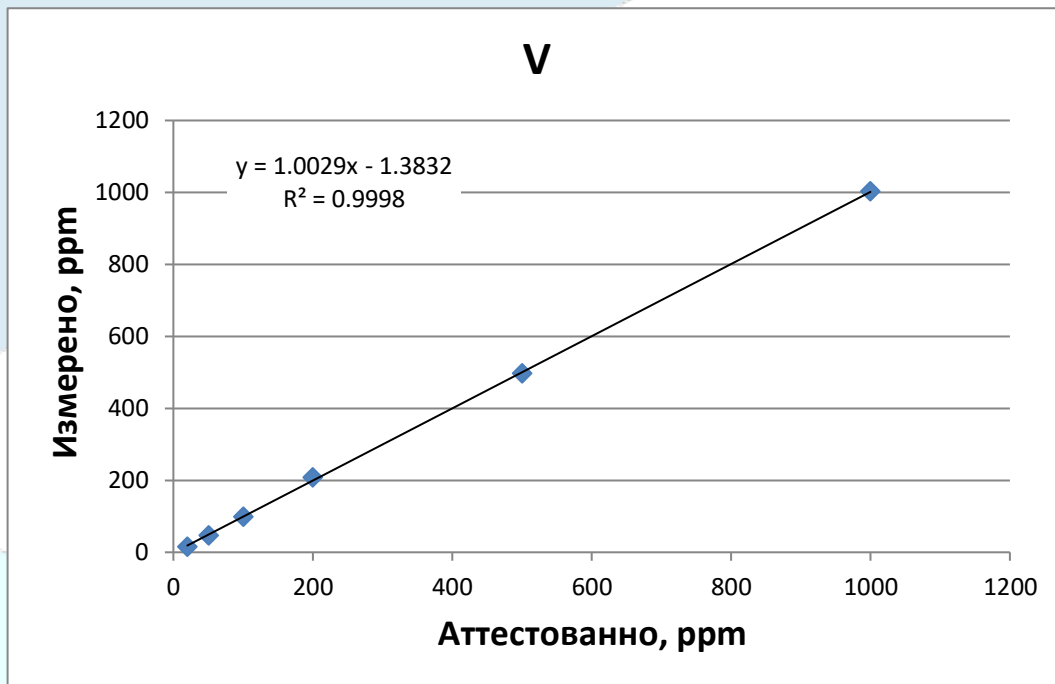


Рисунок 5. График соответствия концентрации ванадия в масле.

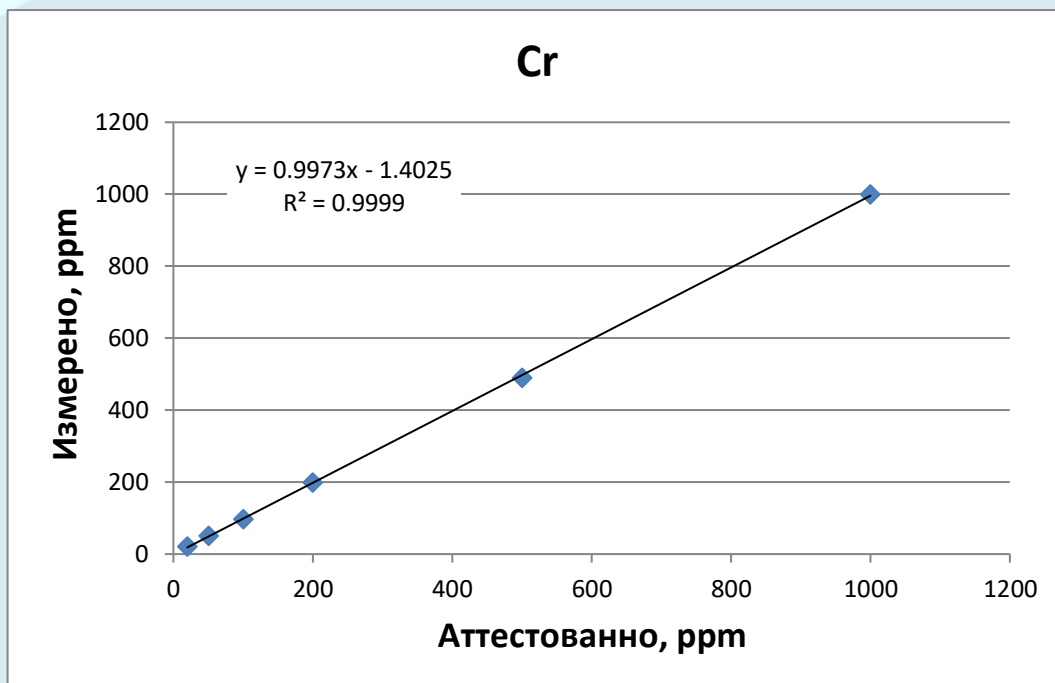


Рисунок 6. График соответствия концентрации хрома в масле.

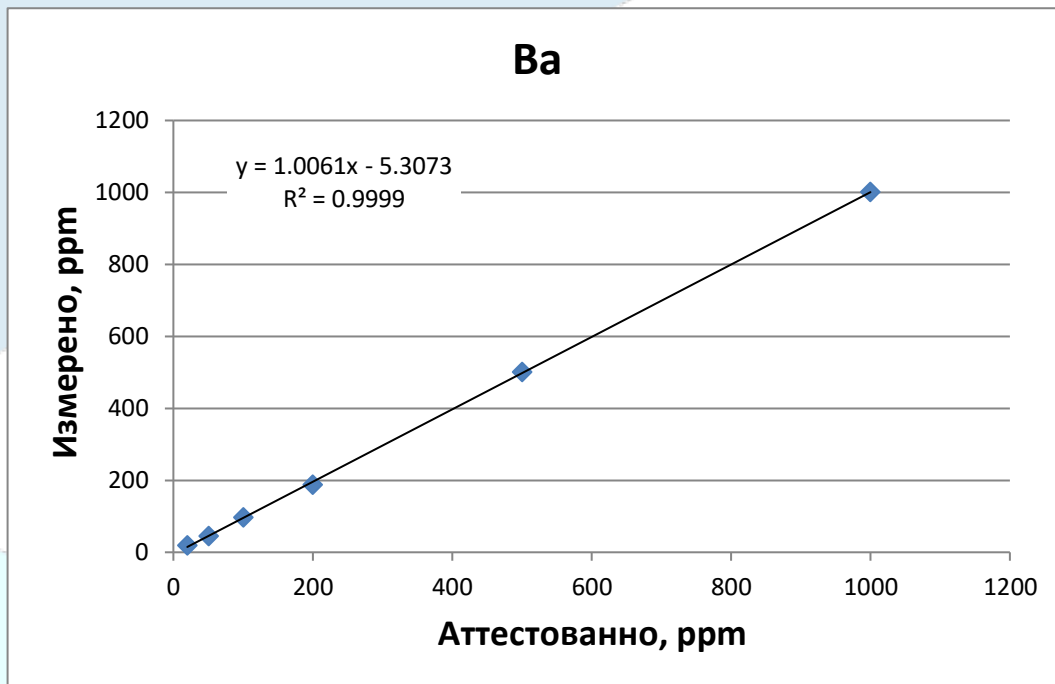


Рисунок 7. График соответствия концентрации бария в масле.

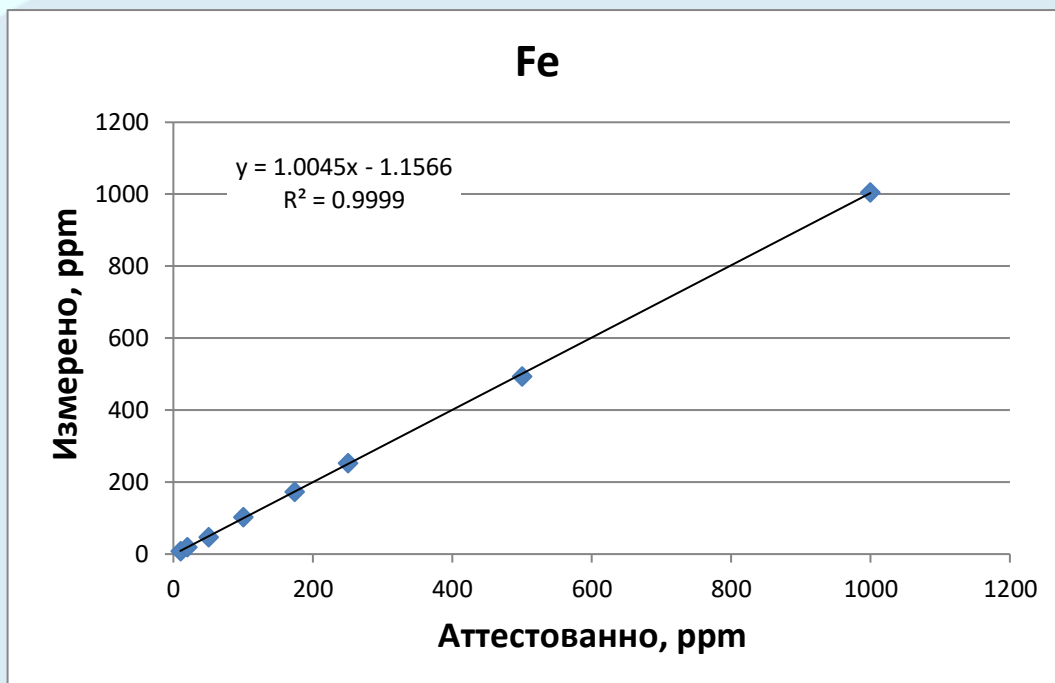


Рисунок 8. График соответствия концентрации железа в масле.

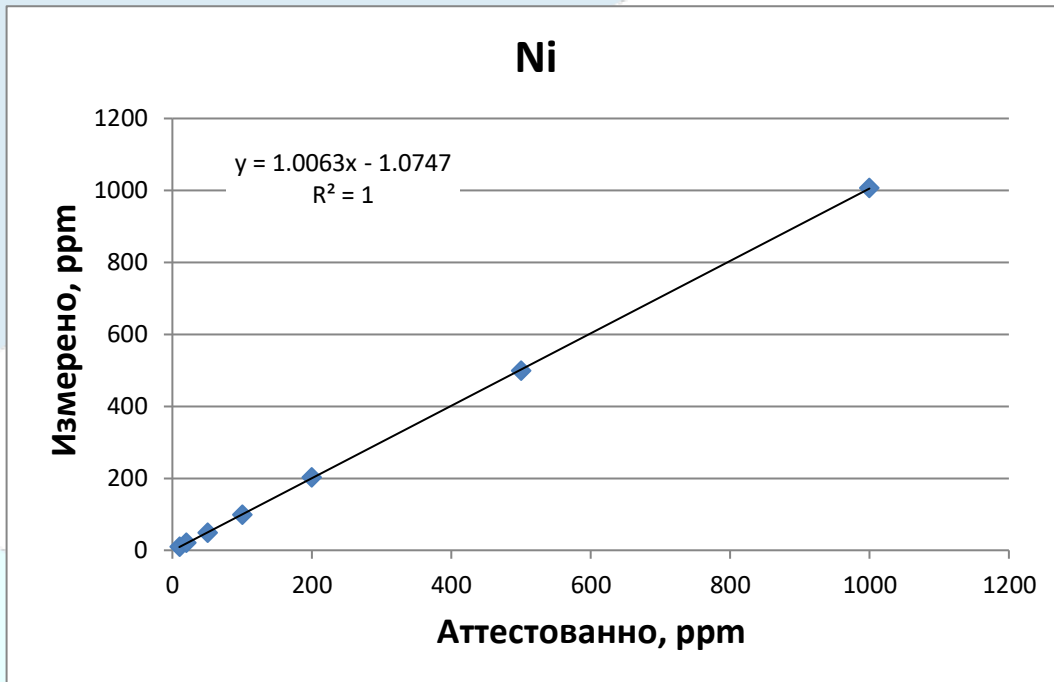


Рисунок 9. График соответствия концентрации никеля в масле.

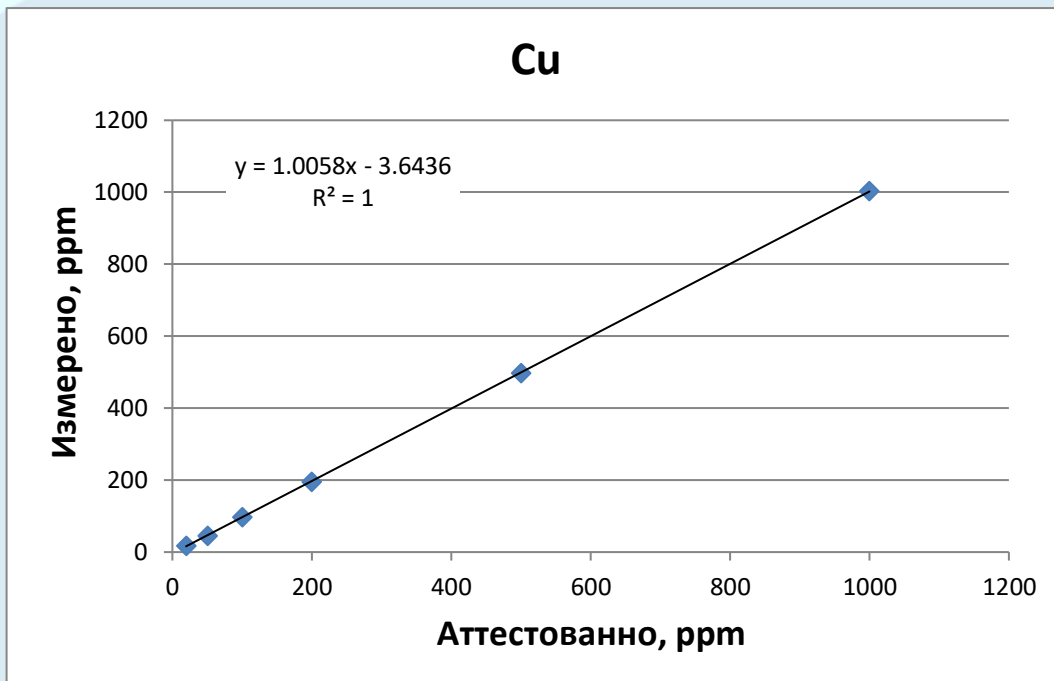


Рисунок 10. График соответствия концентрации меди в масле.

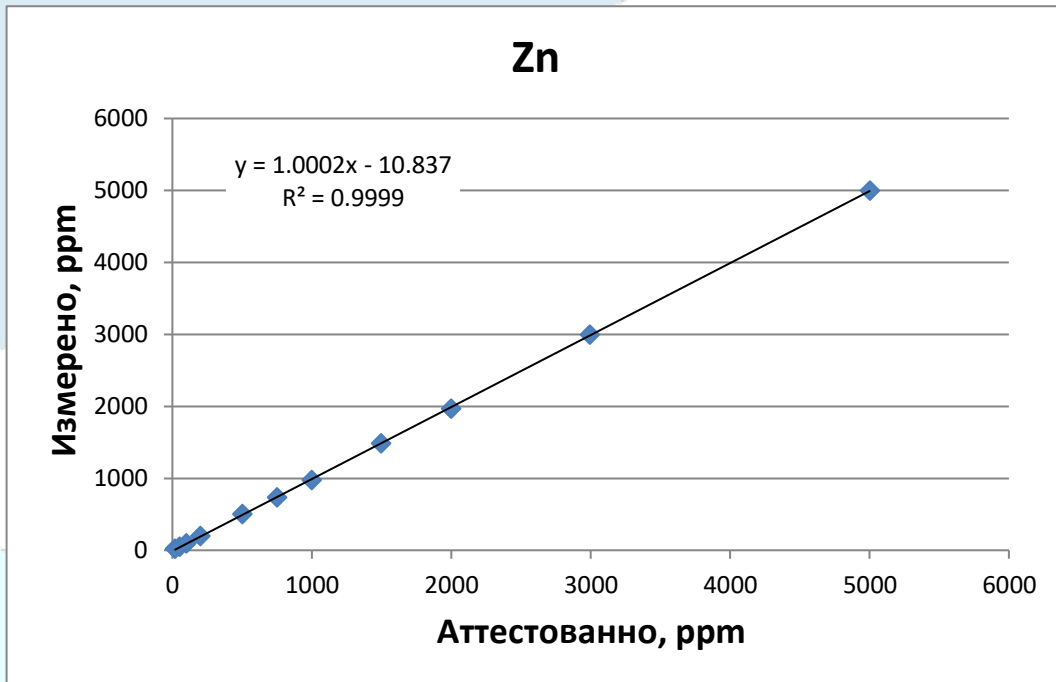


Рисунок 11. График соответствия концентрации цинка в масле.

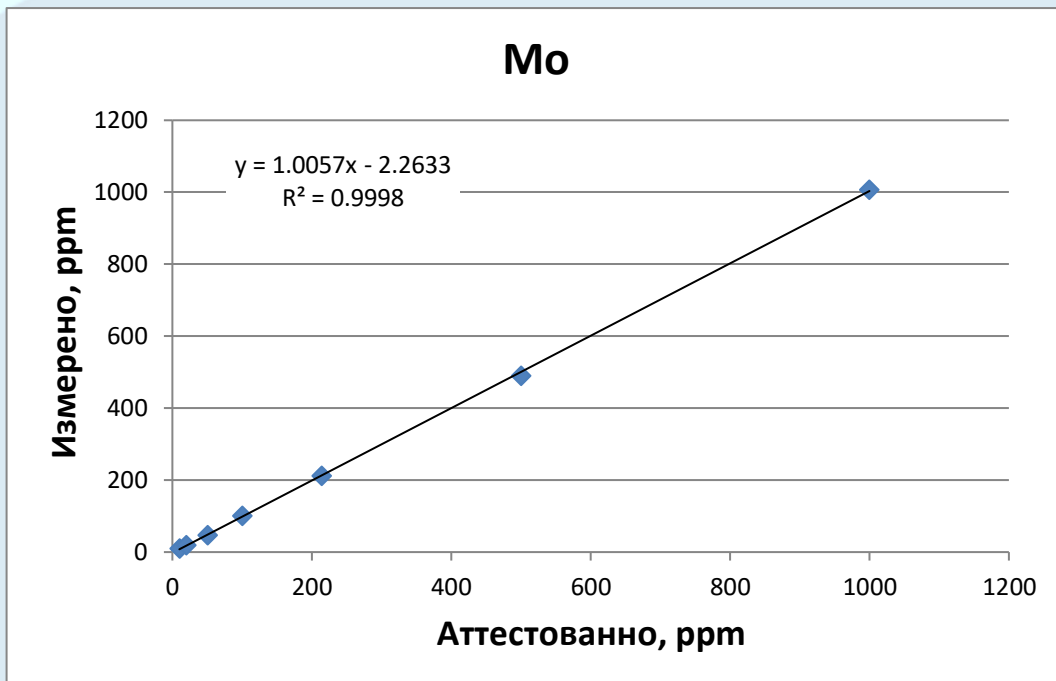


Рисунок 12. График соответствия концентрации молибдена в масле.

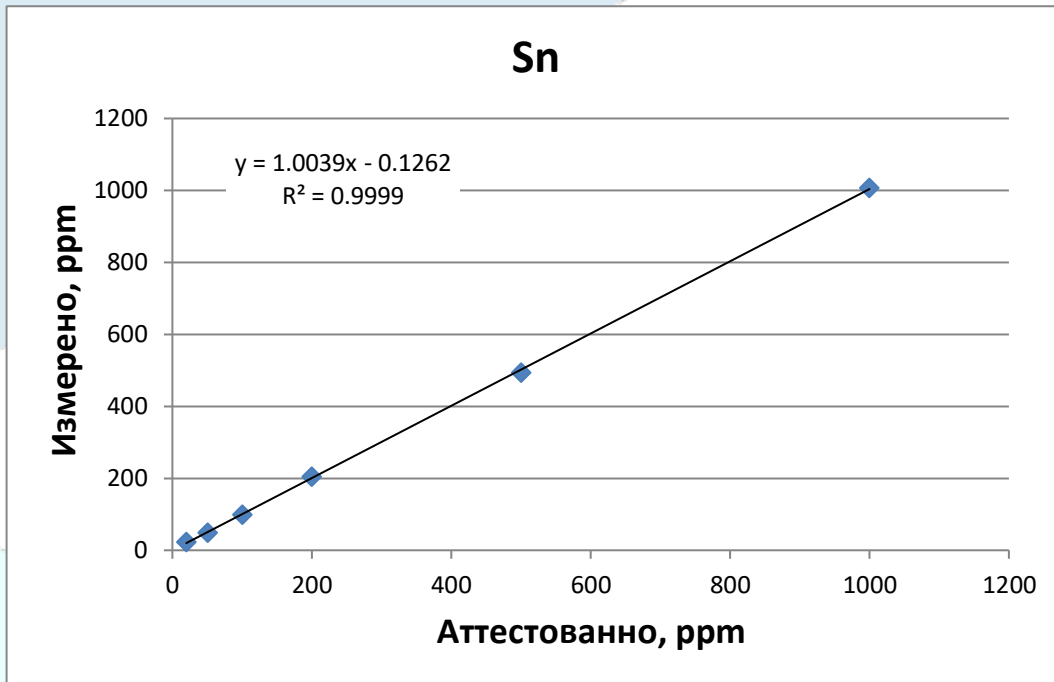


Рисунок 13. График соответствия концентрации олова в масле.

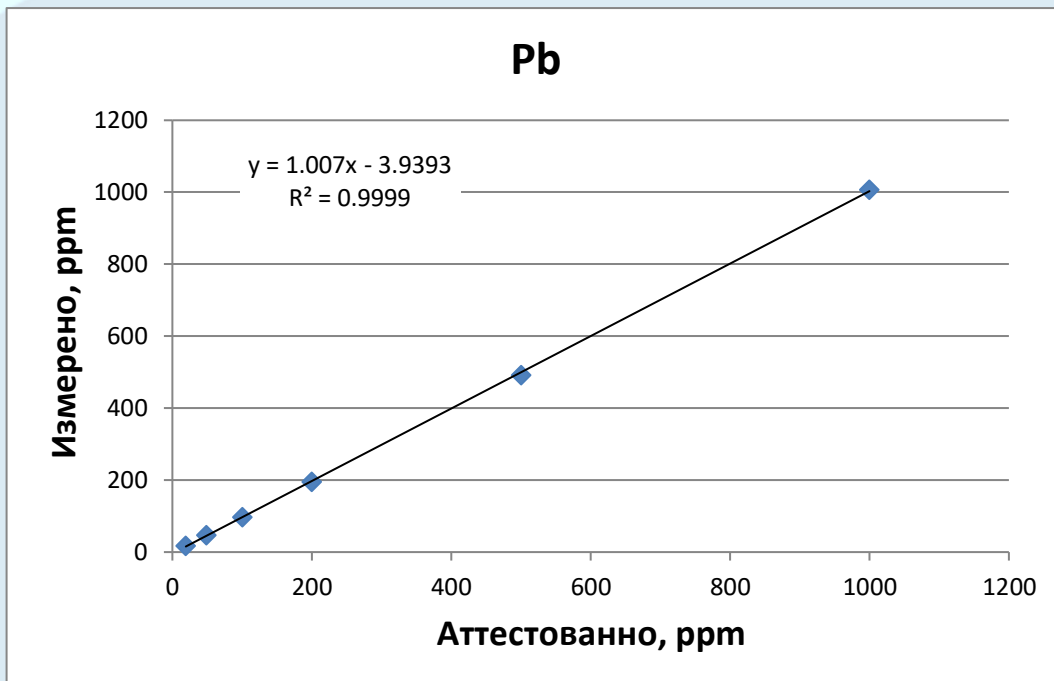


Рисунок 14. График соответствия концентрации свинца в масле.

Пределы обнаружения

В таблице 1 показаны пределы обнаружения (LOD) для различных примесных элементов в нефтепродуктах, полученные на спектрометре ElvaX Light.

Элемент	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

Таблица 1.
Пределы обнаружения различных элементов в нефтепродуктах.

Данные по пределам обнаружения визуализированы на гистограмме в логарифмической шкале (см. рис. 15).

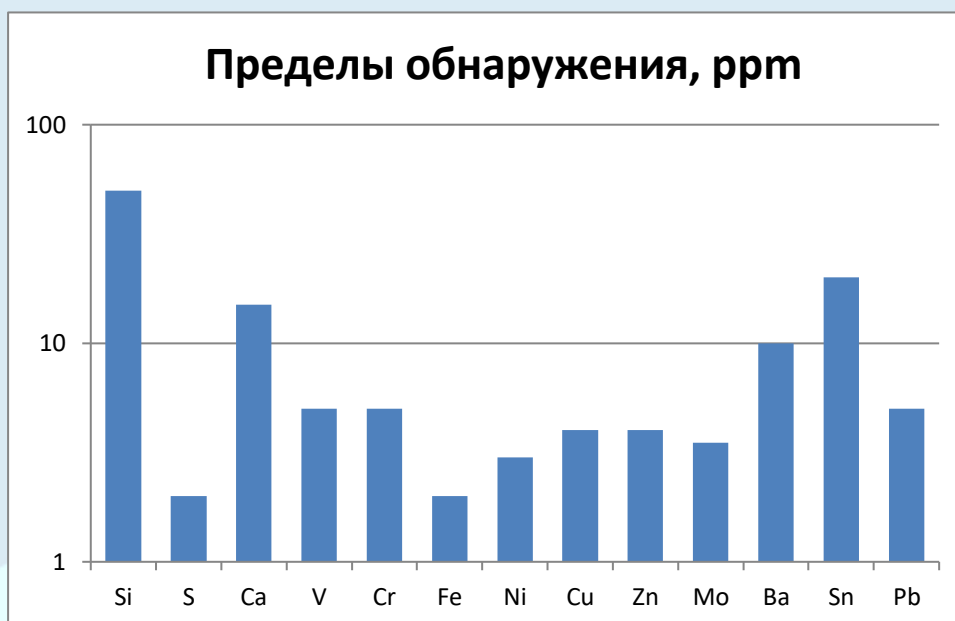


Рисунок 15. Пределы обнаружения различных элементов в нефтепродуктах.

Повторяемость

Также был проведен тест повторяемости результатов. Один образец был измерен 10 раз подряд. Время одного измерения – 180 секунд. Рассчитаны среднее значение, среднеквадратическое отклонение (СКО) и относительное СКО (оСКО – в процентах) для концентраций S, Cr, Fe, Ni. Результаты теста даны в таблице 1.

Заключение

Полученные результаты показывают отличную корреляцию между аттестованными и измеренными значениями содержания серы, хлора и примесных металлов в нефтепродуктах в широком диапазоне концентраций (от ч/млн до процентов).

ElvaX Light полностью соответствует таким международным стандартам, как ASTM D4294 (Измерение серы в автомобильном топливе), ASTM D6481 (Измерение фосфора, серы, кальция и цинка в смазочных маслах).

Предел обнаружения по сере и большинству металлов достигает нескольких ч/млн.

Благодаря высочайшей точности, высокой скорости измерений, простоте использования и низкой стоимости анализа спектрометр ElvaX Light является идеальным инструментом для анализа серы и примесей в нефтепродуктах в диапазонах концентраций от ч/млн до нескольких процентов.