

И.Н. Шиганов, Д.М. Мельников

ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДИКИ ЛАЗЕРНОГО ФАЗОВОГО АНАЛИЗА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЭКСПЛУАТАЦИОННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА

Разработан новый комплексный метод лазерного фазового анализа оценки качества нефтепродуктов с использованием лазерного излучения, заключающийся в анализе фазовых превращений в мутной среде при ее охлаждении до застывания и последующем нагреве. Создан автоматизированный измерительный комплекс для экспресс-анализа нефтепродуктов. Отработаны методики оценки температуры замерзания, концентрации воды (обводненности) и изменения вязкости дизельных топлив и моторных масел с применением указанного метода и автоматизированного комплекса.

E-mail: daenoor@gmail.com

Ключевые слова: экспресс-анализ, нефтепродукты, комплекс.

Одной из наиболее важных проблем в области контроля качества технологических нефтепродуктов, в частности моторных топлив и масел, является выбор наиболее рационального и эффективного физического, химического или комбинированного метода [1]. Кроме того, часто необходимо проведение анализа эксплуатационных свойств непосредственно на местах отбора проб (АЗС, хранилища, магазины) [2]. Лабораторные методы, отличающиеся высокой точностью определения компонентного состава, практически нереализуемы для экспресс-применения. В свою очередь, экспрессные мобильные методы не отличаются точностью. Очень часто такими методами определяется не конкретный параметр, а лишь диапазон его значений.

Разработан новый комплексный метод лазерного фазового анализа (ЛФА) оценки качества нефтепродуктов с использованием лазерного излучения. Метод ЛФА заключается в анализе путем оптического контроля лазерным излучением фазовых превращений в мутной среде при ее охлаждении до застывания и последующем нагреве.

Традиционный метод фотометрии, основанный на просвечивании среды лазерным излучением, имеет следующие недостатки: после застывания нефтепродукт сильно мутнеет и для его просвечивания требуются достаточно мощные источники; такие нефтепродукты как моторное масло непрозрачны и могут не пропускать лазерное излучение.

Для повышения точности и корректности результатов предложено использовать принцип зеркального отражения (рис. 1). В этом случае лазерное излучение отражается от поверхности нефтепродукта и попадает на приемник излучения.

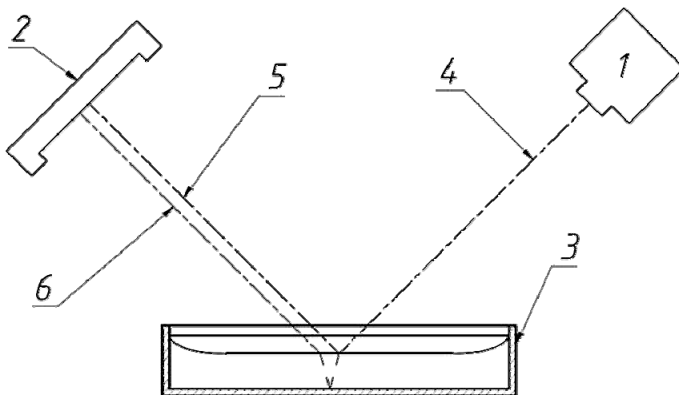


Рис. 1. Схема метода ЛФА:

1 — источник излучения; 2 — приемник излучения; 3 — кювета с образцом; 4 — оптическая ось исходящего лазерного излучения; 5 — оптическая ось отраженного от поверхности лазерного излучения; 6 — оптическая ось отраженного от дна кюветы лазерного излучения

Для построения оптической схемы контроля необходимо знать один из основных оптических показателей — спектр поглощения оптического излучения материалом. Проведенные исследования на спектрофотометре Lambda 950 позволили определить длину волны, на которой требуется осуществлять измерения. Для дизельных топлив — 650 нм.

В качестве лазерного источника с указанной длиной волны был использован полупроводниковый лазер средней мощностью 20 мВт. Кроме лазерного источника следует применять два приемника — для отраженного и рассеянного света. Для отраженного света выбран фотодиод с плоской площадкой BPW20RF, для рассеянного — фотодиоды SD5421-002, PIN. Выбор приемников излучения был основан на нескольких основных параметрах: чувствительность; геометрические размеры; стоимость. Чувствительность должна быть достаточной для регистрации отраженного света от 100 мкВ, и рассеянного света — от 10 нВ. В последнем случае для снижения требований был использован PIN-фотодиод, расширяющий зону приема сигнала.

В качестве охлаждающего элемента выбран элемент Пельтье ICE-71, обеспечивающий диапазон значений температуры $-50 \dots +160$ °С. Элементы Пельтье представляют собой оптимальные источники охлаждения, так как не только позволяют работать в заданном диапазоне значений, не требуют вспомогательной жидкости, но и имеют малые габариты.

В результате исследований установлены и обоснованы основные параметры прибора, реализующего метод ЛФА: оптимальный угол расположения источника излучения и приемника отраженного света составляет 27° ; оптимальная длина волны источника излучения — 650 нм. Перед началом исследования образца необходимо предварительно нагреть его до температуры 40 °С (для материалов, чья температура застывания ниже -15 °С); оптимальный диапазон значений

скоростей охлаждения образца 7...11 °С; диаметр кюветы не менее 10 мм; высота кюветы 7...8 мм; толщина слоя материала в кювете не менее 5 мм; относительная погрешность регистрирования отраженного сигнала 2,11 %.

С учетом перечисленных параметров был создан автоматизированный измерительный комплекс для экспресс-анализа нефтепродуктов (рис. 2) [3].



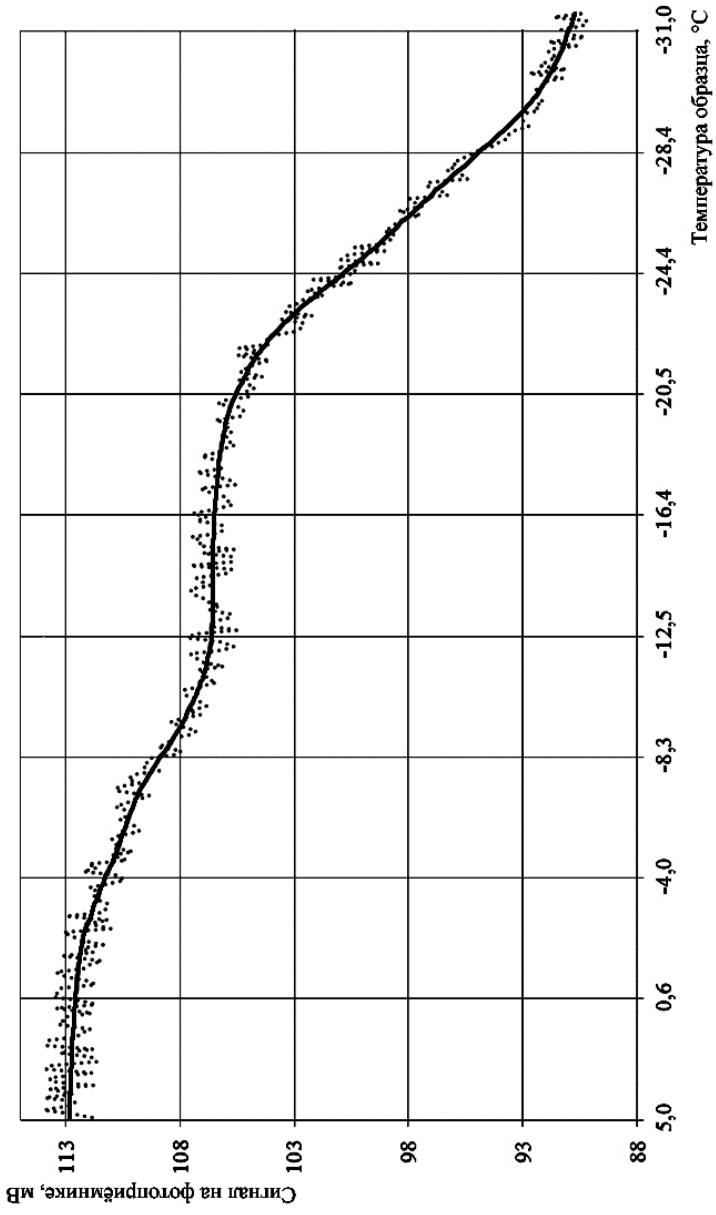
Рис. 2. Автоматизированный измерительный комплекс экспресс-анализа нефтепродуктов

На базе метода ЛФА и созданного комплекса экспресс-анализа нефтепродуктов были разработаны методики определения эксплуатационных характеристик дизельных топлив и нефтяных масел (в частности, летнего дизельного топлива и трансформаторного масла). Определены такие характеристики, как температура застывания, концентрация воды, характер потери текучести.

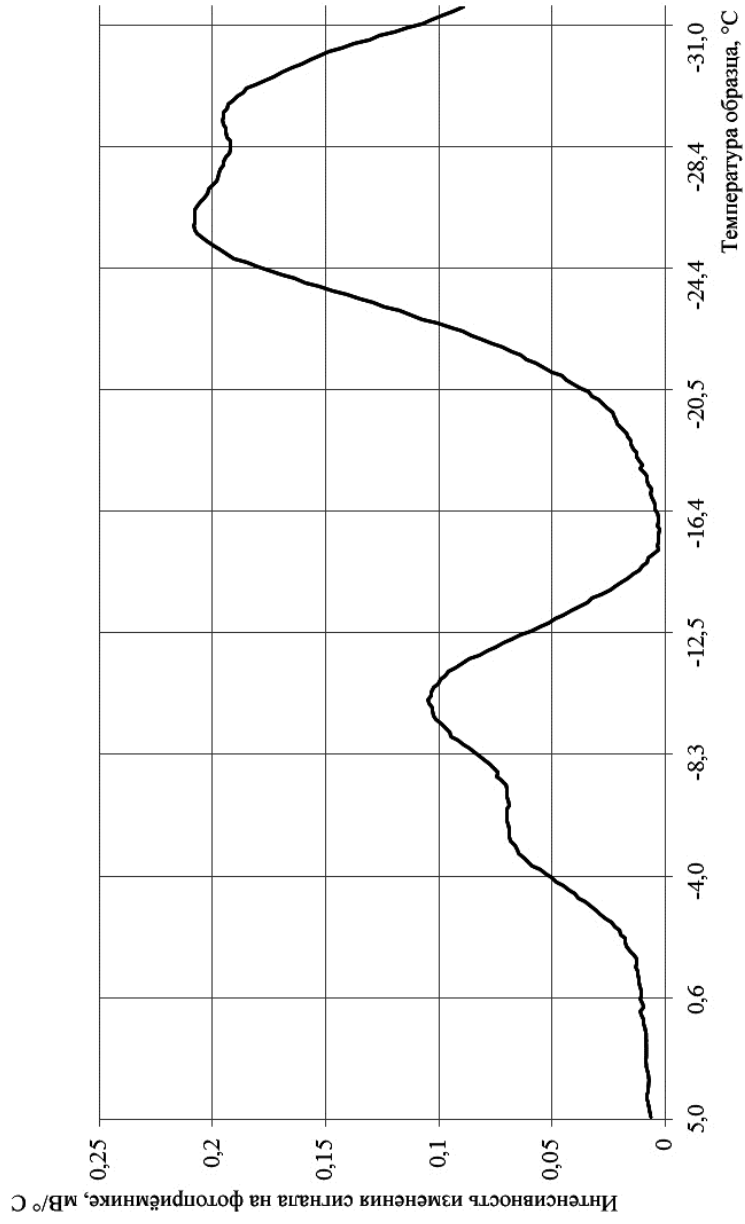
Методики определения температуры застывания нефтепродуктов были разработаны для летнего (ГСО 8356—2003) и зимнего (ГСО 7946—2001) дизельного топлива, а также трансформаторного масла (ГСО 8571—2004).

Методика определения температуры застывания нефтепродуктов основана на анализе поведения кривой охлаждения (рис. 3, а). На кривой имеется несколько характерных участков. Исследования других нефтепродуктов показывают, что подобные участки характерны для многих углеводородных коллоидных растворов.

Для получения точных значений температуры застывания было проведено исследование кривой. На рис. 3, б, показана зависимость интенсивности изменения оптического сигнала на фотоприемнике при снижении температуры образца. Для тарировки значений использовался эталонный образец дизельного топлива, имеющий точные значения температуры застывания. Температура застывания оценивалась по темпу помутнения. При температуре около -16 °С наблюдается резкое снижение темпа помутнения. Наименьшая точка этого участка приходится на температуру $-15,8$ °С, что соответствует искомой температуре для летнего дизельного топлива. Точное значение определяется автоматически с помощью специальной программы.

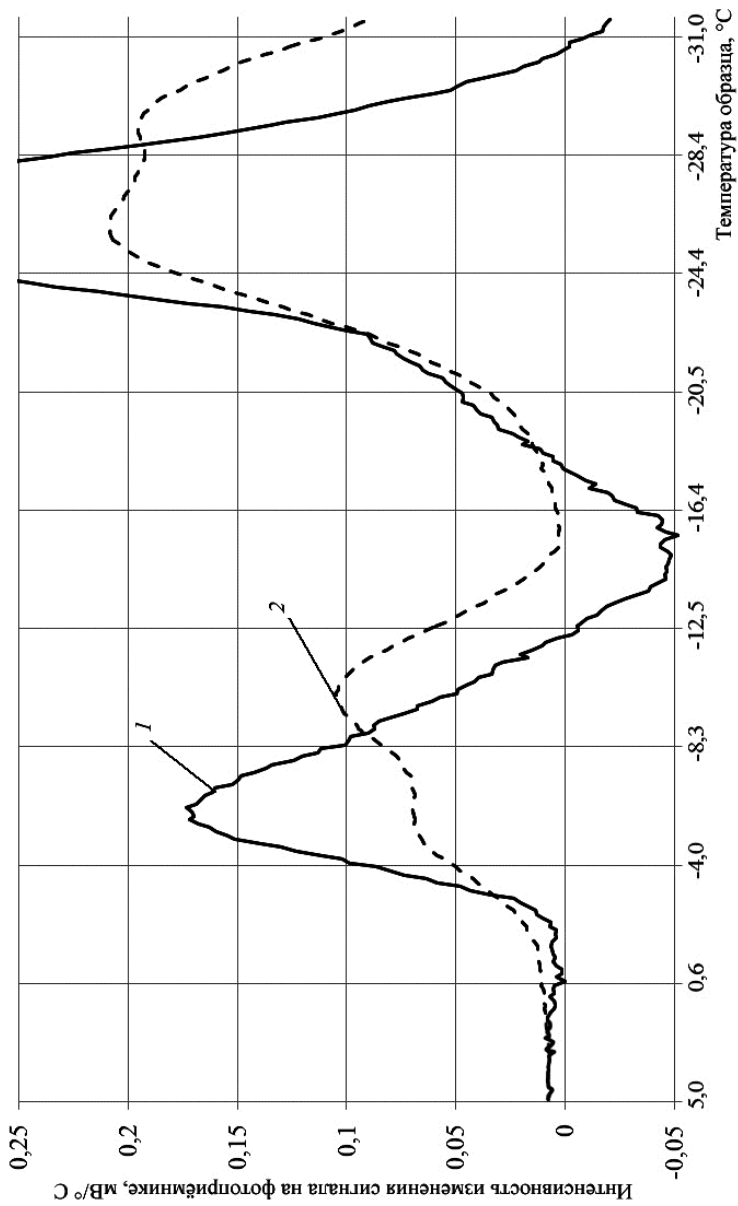


a



б

Рис. 3 (начало). Зависимости сигнала на фотоприёмнике от температуры образца при его охлаждении для летнего дизельного топлива (а) и интенсивности изменения оптического сигнала на фотоприёмнике при снижении температуры образца (б)



6

Рис. 3 (окончание). Зависимость интенсивности изменения оптического сигнала на фотоприемнике при снижении температуры образца (6) для летнего дизельного топлива, взятого с АЗС (1) и для эталонного летнего дизельного топлива (2)

На рис. 3, в, совмещены зависимости интенсивности изменения мутности эталона летнего дизельного топлива и топлива, взятого с АЗС. Хотя кривая несколько отличается от кривой, показанной на рис. 3, б, основные интервалы совпадают. Минимальное значение температуры на интервале застывания составило $-15,8$ °С, что подтверждает созданную методику, так как исследования описанного образца дизельного топлива стандартными методиками не выявили отклонений от ГОСТа.

Цель методики определения концентрации воды (обводненности) в нефтепродуктах — контроль состояния топлив и масел в процессе хранения, при котором с течением времени продукт может насыщаться водой. Это приводит к существенным отклонениям в его работе вплоть до выхода из строя. Методика апробирована и описана для летнего дизельного топлива, как одного из самых распространенного в промышленности и часто требующего длительного хранения.

Методика основана на сравнительном принципе. На первом этапе проводится построение калибровочных данных. Для этого осуществляется снятие кривых охлаждения для чистого образца топлива и обводненного образца с различной концентрацией воды: 1, 2 и 3 %. На рис. 4 показаны кривые охлаждения для этих образцов.

Анализ кривых показывает, что при низких температурах не только происходит сдвиг кривой охлаждения влево, но и увеличение мутности по отношению к эталонному топливу. Изменение этих показателей позволяет оценивать материал по заданному критерию. Следует отметить, что форма получающейся для каждого образца кривой также имеет определенное значение. Она имеет характерные изменения при нарушении состава топлива только за счет обводнения. При появлении на кривой нехарактерных для обводненности участков достоверность всей методики ставится под сомнение. Вероятно, в этом случае в топливе имеются другие примеси.

Второй этап — построение тарировочного графика (рис. 5). Для этого определяется сумма разностей сигналов, полученных от эталонного и загрязненного образцов.

Рассматриваемый метод удобен для регулярного контроля топлив или масел при их хранении. В таких условиях происходит однократная калибровка по поступающему образцу и в дальнейшем возможна экспресс-проверка его на обводненность. Инструментальная погрешность определения степени обводненности с помощью комплекса составляет 450 мг/кг [2].

Определение характера потери текучести материала при охлаждении для нефтепродуктов не является регламентируемым по ГОСТу. Однако в случае топлив и смазочных материалов оно важно с технологических позиций, так как падение текучести происходит не только в момент застывания, а с самого начала фазовых превращений. Методика реализуется в два этапа. На первом этапе строится типичная кривая охлаждения образца для установления характера

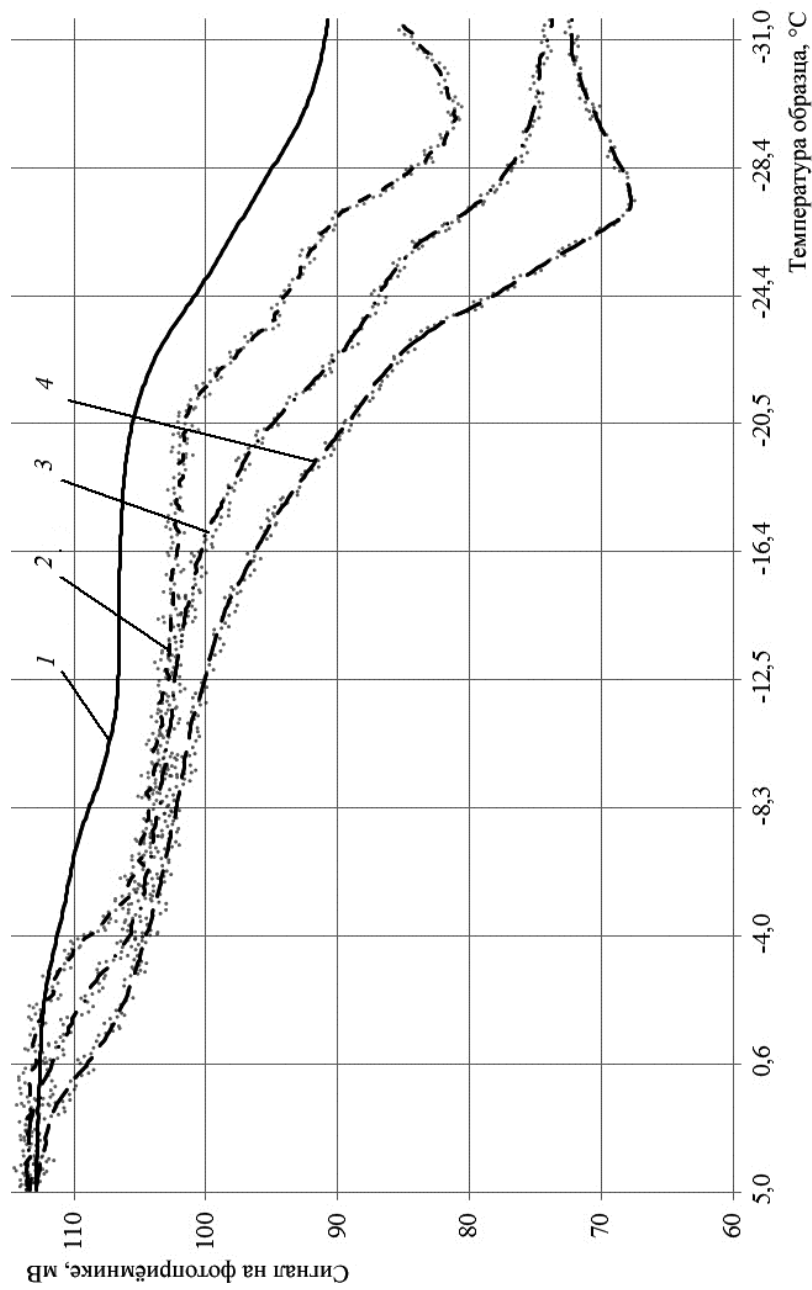


Рис. 4. Зависимость сигнала на фотоприемнике от температуры при охлаждении эталонного дизельного топлива и воденных образцов:

1 — стандартное дизельное топливо; *2, 3, 4* — при концентрации воды 1, 2 и 3 % соответственно

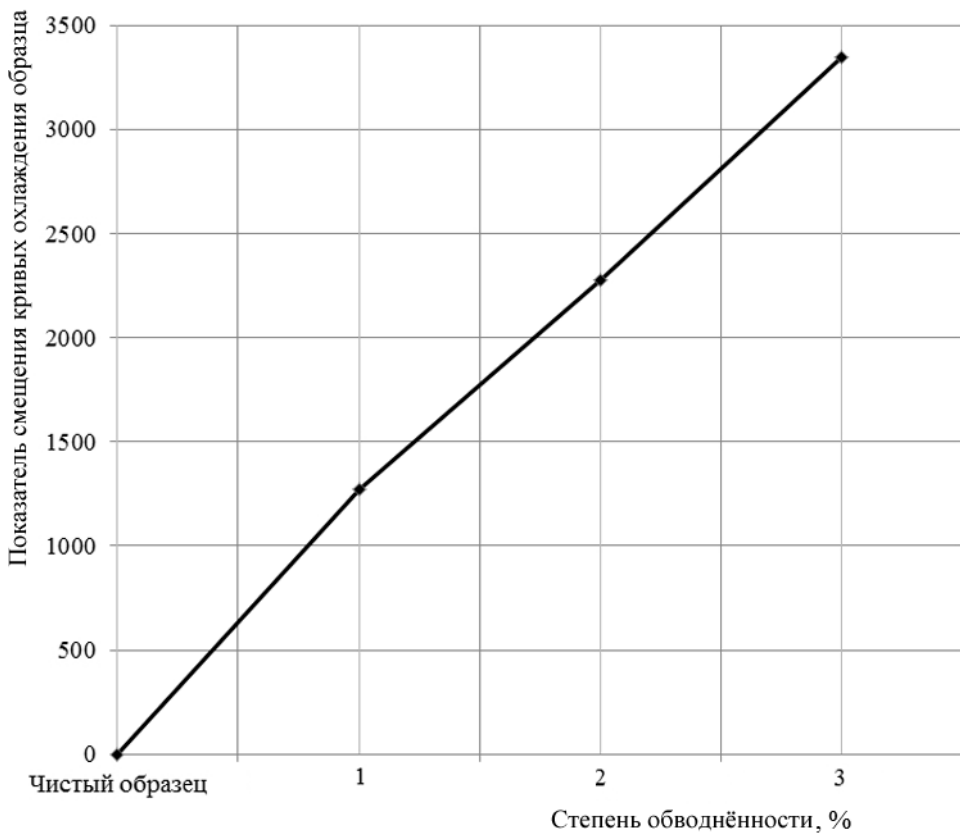


Рис. 5. Тарировочный график определения показателя обводненности летнего дизельного топлива

изменения отраженного от поверхности материала сигнала при застывании. Далее проводится операция, аналогичная построению кривой охлаждения, но вводится колебание прибора. При изменении угла наклона прибора на фотоприемник попадает меньший уровень сигнала от отраженного лазерного излучения. В процессе снижения текучести отклонение сигнала уменьшается.

После численной обработки данных кривой охлаждения без покачивания и с покачиванием строится кривая степени потери текучести (рис. 6) по разности координат точек на кривых с колебаниями и без колебаний при одной и той же температуре.

Такая методика уникальна и позволяет определять характер потери текучести (с относительной погрешностью определения каждой точки в пределах 5 %) за достаточно короткое время — до 10 мин. Для повышения точности можно увеличивать серию экспериментов и регулировать режим колебаний. Кроме того, при помощи этой методики можно моделировать реальные эксплуатационные характеристики, характер потери текучести образца при сложных условиях охлаждения, так как прибор позволяет задавать уникальный закон охлаждения.

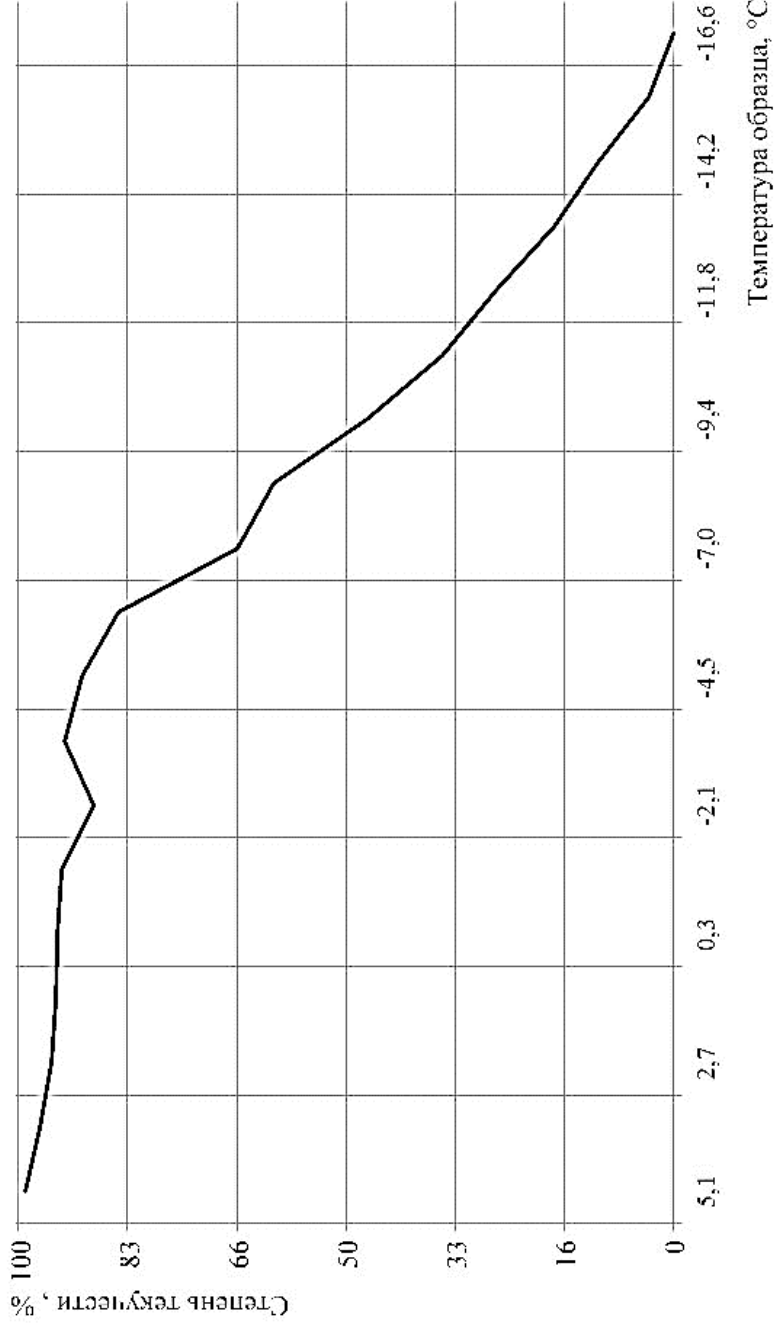


Рис. 6. Зависимость степени текучести (100 % – текучесть при нормальных условиях) от температуры образца для легкого дизельного топлива

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Современные методы исследования нефтей / Н.Н. Абрютина и др. — Л.: Недра, 1984. — 430 с.
2. Квалификационные методы испытаний нефтяных топлив / А.А. Гуреев и др. — М.: Химия, 1984. — 48 с.
3. Шиганов И.Н., Мельников Д.М. Лазерный комплекс для экспресс-анализа эксплуатационных свойств жидких нефтепродуктов // Технология Машиностроения. 2011. № 11. — С. 68—71.

Статья поступила в редакцию 11.09.2012