

Рентгенофлуоресцентный анализатор «РЕАН»

Рентгенофлуоресцентный анализ нефти и нефтепродуктов



Рентгенофлуоресцентный анализ (РФА) применяется в нефтехимической промышленности для контроля исходного сырья (сырая нефть), технологических процессов (нефтепереработка), а также в рамках экологического мониторинга.

С помощью спектрометра «РЕАН» возможно проводить экспрессный качественный анализ от ${}^6\text{C}$ до ${}^{92}\text{U}$ любых материалов: порошков, монолитных проб и жидкостей. Пределы обнаружения большинства элементов составляет 10^{-2} - 10^{-5} % (масс.). Измерения легких элементов проводятся в атмосфере гелия или в вакууме. Это позволяет использовать РФА и спектрометр РЕАН при анализе нефти и основных продуктов ее переработки.

Сера неблагоприятно влияет на качество продуктов переработки нефти. Наличие серы и её соединений в топливе увеличивает коррозию и скорость износа составных частей двигателя, а продукты сжигания серы, выделяющиеся в атмосферу, загрязняют окружающую среду. Российское и международное законодательство постоянно ужесточает нормы ПДК серы в нефти и топливе на её основе.

РФА – арбитражный метод при определении массовой доли серы в нефти и различных нефтепродуктах (автомобильном бензине, керосине, дизельном, авиационном, реактивном и судовом топливе), согласно:

- **ГОСТ Р 51947-2002 (ASTM D 4294-2010)** «Нефть и нефтепродукты. Определение серы методом энергодисперсионной рентгенофлуоресцентной спектрометрии», в диапазоне измерения массовой доли серы $150 \text{ мг/кг} - 50 \cdot 10^3 \text{ мг/кг}$ (0,0150 % до 5,00 %).

- **ГОСТ Р ЕН ИСО 20847-2010** (определяет содержания серы в диапазоне от 30 до 500 мг/кг в автомобильных бензинах, в том числе содержащих до 2,7% масс. кислорода, и в дизельных топливах, в том числе содержащих до 5% об. метиловых эфиров жирных кислот (FAME), с помощью рентгенофлуоресцентной спектрометрии с дисперсией энергии).

В нефти также необходимо определять никель, ванадий, железо, свинец, хром, медь, хлор (Ni, V, Fe, Pb, Cr, Cu, Cl). В бензине – свинец, марганец, железо (Pb, Mn, Fe). В маслах и присадках – фосфор, кальций, серу, барий и цинк (P, Ca, S, Ba, Zn).



Результаты измерений

Образцы для исследования: образцы нефти с различных месторождений.

Пробоподготовка: образцы анализировали без дополнительной обработки. Проба наливается в кювету и закрывается пленкой.

В исследуемых образцах нефти обнаружены сера, ванадий, железо и никель (рис. 1). Для определения серы в нефтепродуктах измерены образцы с различным содержанием серы (рис. 2) и построена градуировочная зависимость (рис. 3).

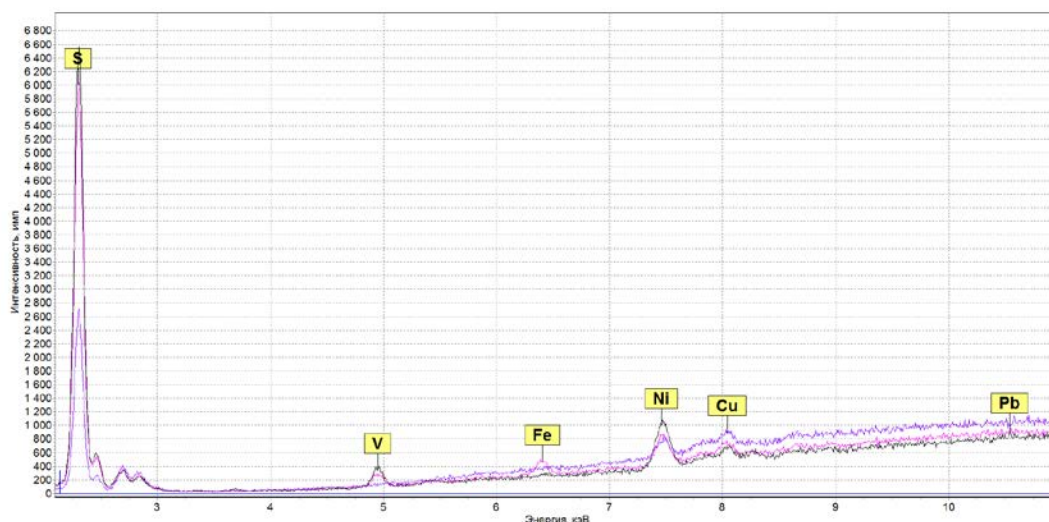


Рис.1. Спектры сырой нефти различных месторождений.

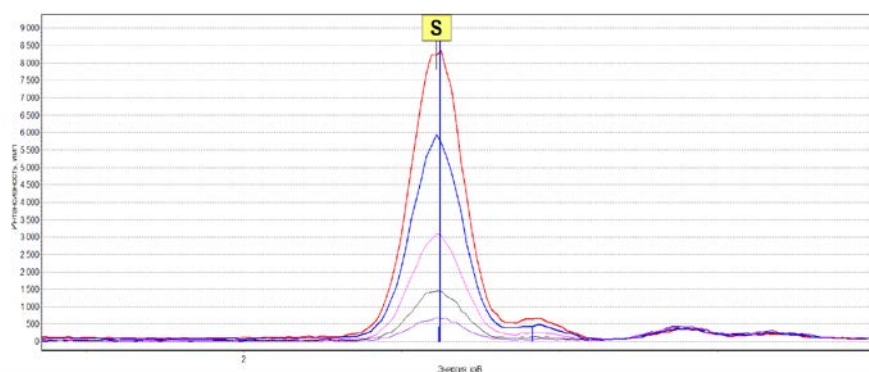


Рис.2. Участок спектра в области пика серы сырой нефти различных месторождений.

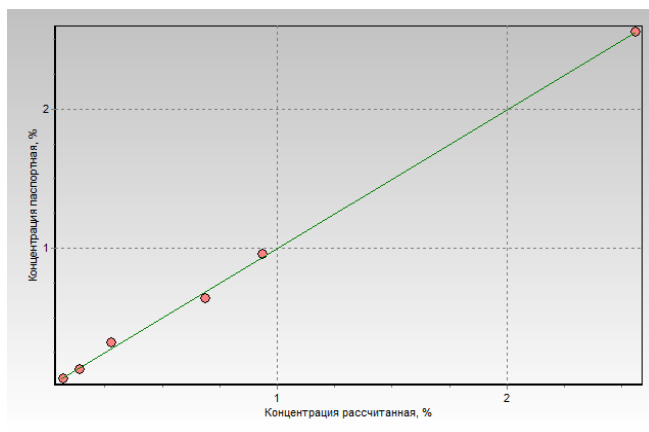


Рис.3 Градуировочный график серы.

Выводы

В представленных образцах нефти обнаружены сера, никель и медь. В одной из проб присутствуют железо и ванадий. Свинец отсутствует во всех пробах. Построены градуировочные зависимости для определения серы. Предел обнаружения серы: 5 ppm (при использовании гелия).

С помощью спектрометра «РЕАН» возможен экспрессный качественный анализ нефтепродуктов с целью определения микропримесей, а также количественное определение серы в нефтепродуктах. Спектрометр «РЕАН» может быть использован для скрининга и мониторинга ванадия, никеля и др. металлов для характеристики качества сырой нефти до этапа её переработки.

УСЛОВИЯ АНАЛИЗА

- | | |
|---------------------------|----------------------------|
| - напряжение: 10 кВ/40 кВ | - атмосфера: воздух, гелий |
| - ток: 1500 мкА/300 мкА | - время измерения: 100 сек |
| - трубка: Rh анод | - мертвое время: 12-19% |