

АО «Газпромнефть-ОНПЗ»
644040 г. Омск,
пр. Губкина, д.1
Главному метрологу
Ану Д.С.

Контактное лицо
Константинов Д.В.
Телефон: +7 495 740 5400 EXT. 122
dmitry.konstantinov@endress.com

Москва, 21. июля 2022

Отчет о проведении испытаний лабораторных спектрометров комбинационного рассеяния производства Endress+Hauser Optical Analysis, Inc.

В период с 22 марта по 15 июля 2022 года в лаборатории технического контроля (ЛТК) АО «Газпромнефть-ОНПЗ» были проведены испытания спектрометров комбинационного рассеяния Raman Rxn2 производства Endress+Hauser Optical Analysis, Inc. Целями проведения испытаний являлось определение возможности применения спектрометров комбинационного рассеяния (рамановских анализаторов) для измерений фракционного состава, цетанового числа, предельной температуры фильтруемости и плотности товарных дизельных продуктов, а также точности спектрометра комбинационного рассеяния по сравнению с применяемыми ЛТК референсными методами.

Ход проведения испытаний.

В период с 22 по 25 марта снимались спектры рабочих и контрольных проб на двух анализаторах с лазерами разной длины волны (785 и 993 нм) с целью определения влияния флуоресценции и рекомендуемого для построения модели типа лазера. В результате анализа собранных спектров заводом-изготовителем даны рекомендации по продолжению работы на спектрометре с длиной волны лазера 993 нм, а также настройки по времени анализа и количеству собираемых спектров одной пробы, максимально приближенные к реальным условиям эксплуатации спектрометров в технологических процессах.

В период с 4 по 8 апреля производился второй этап сбора спектров на анализаторе с длиной волны 993 нм по настройкам, рекомендованным заводом-изготовителем. В результате получено 99 спектров (79 рабочих проб и 20 контрольных). Спектры и лабораторные данные по рабочим пробам были переданы в ООО «Эндресс+Хаузер» для обработки результатов и построения хемометрических моделей.

Результаты испытаний.

В процессе обработки спектров получены данные по контрольным пробам (определенные моделью значения измерений) по всем параметрам. Данные представлены в таблице:

Номер пробы	Цетановое число	Плотность при 15 °С, кг/м³	ПТФ	D10 – 10% об. перегоняется при температуре:	E250 – % об. отгона до 250°C	D90 – 90% об. перегоняется при температуре	D95 – 95% об. перегоняется при температуре
79	49,7851	841,6069	-11,0200	207,3017	39,1291	338,2451	353,5529
80	54,1164	836,6732	-9,9731	225,4020	25,0514	337,4126	350,1917
81	48,4953	830,5036	-39,4325	188,4868	46,9161	321,5093	335,6534
82	57,6986	829,1295	-19,6714	252,1458	14,1418	334,9538	342,5605
83	51,1379	850,3545	-7,7238	227,8799	22,5587	342,3252	357,3050
84	51,6424	849,2955	-3,1154	230,5907	21,7514	347,0043	359,8522
85	51,6794	853,1775	-1,1140	236,9127	15,1185	343,4223	356,2612
86	49,9991	842,1646	-6,8878	203,1992	35,1144	339,2855	354,5928
87	55,5724	836,4842	-9,1848	230,3672	22,1330	339,3215	351,8050
88	50,9952	830,4861	-36,2420	198,9657	42,1495	324,2721	337,7972
89	52,3263	820,3328	-45,3933	214,5408	46,8718	280,7012	292,3983
90	52,4331	848,4438	-5,1571	238,5995	21,4608	334,6944	353,5954
91	52,4884	852,1068	-1,3737	235,2729	18,4353	347,3273	361,9575
92	52,2797	851,6299	-1,0169	219,4573	14,5853	348,4065	362,9823
93	51,4187	852,4485	1,4040	241,0713	11,8421	349,2681	360,8535
94	51,1932	842,4369	-7,6863	213,6830	30,0655	341,6367	356,6580
95	51,5651	833,9535	-36,3098	207,4002	39,0120	326,1322	339,2892
97	51,2450	844,5458	-5,6920	216,7552	29,3248	341,7606	356,8873
98	51,8871	831,4878	-38,4195	202,2772	38,7085	325,3905	338,7482
99	52,8490	851,0853	-1,9614	237,6995	16,0073	347,9387	362,5752

Полученные результаты были обработаны в соответствии с процедурой верификации результатов для поточных анализаторов (ПАК) АО «Газпромнефть-ОНПЗ» (ASTM D6122-19). Данные верификации имеют положительные результаты, необходимая корреляция с лабораторией достигнута.

Примечания и ограничения.

При хорошей корреляции данных с результатами лабораторных измерений, некоторые результаты имеют значимые отклонения от результатов, полученных на основе первичного лабораторного метода. При этом стандартная процедура верификации по ASTM D6122-19 показала не проходящий параметр только для одной модели из семи оцениваемых. Следует отметить, что оценке подвергались первичные модели, построенные на малой выборке результатов (не более 40 результатов в модели).

В процессе анализа данных и построения модели было определено, что модель имеет достаточно широкий диапазон, но при этом заполнение всего диапазона неравномерно (прежде всего для минимальных и максимальных значений). На практике,

первичная модель может давать только общее представление о возможностях (эффективности) применяемой технологии и требуют дальнейшей доработки. В процессе доработки, последующей эксплуатации рабочих моделей на основе большего массива данных следует ожидать значительного улучшения точности прогноза, измеряемых параметров по этим моделям при сравнении с лабораторными измерениями.

Выводы.

Проведенные испытания свидетельствуют о возможности применения спектроскопии комбинационного рассеяния в процессе непрерывного (поточного) анализа для измерений фракционного состава, цетанового числа, предельной температуры фильтруемости и плотности товарных дизельных продуктов.

Применение данного метода на потоке возможно после расширения диапазона калибровочного набора и доработки данной хемометрической модели.

В процессе испытаний определено время одного измерения – 2 минуты 30 секунд. При использовании четырехканального анализатора периодичность получения значений по каждому потоку составит 1 раз в 10 минут, что достаточно для контроля и управления процессом смешения дизельных продуктов.

Константинов Д.В.
Руководитель группы по развитию бизнеса
Проектный отдел
ООО «Эндресс+Хаузер»

