



## Уникальность метода рентген-флуоресцентного анализа для решения широкого ряда задач в нефтегазовой отрасли

**Максим Смирный**

МЕЖДУНАРОДНАЯ КОНФЕРЕНЦИЯ  
«Нефтегазовый комплекс Украины на пути реформирования, модернизации, развития»  
Киев, 24 октября 2012 года

# Тенденции способствующие поиску и применению новых аналитических методов контроля

- Ужесточение требований к окружающей среде
- Рост использования более дешевого сырья
- Процессы катализа
- Развитие производства биотоплива
- Бесконечная гонка за снижением затрат и улучшением качества
- Аутсорсинг услуг специалистов
- Поиск и разработка новых месторождений
- Оперативность
- Соответствие производимых продуктов международным стандартам

# Как тенденции влияют на работу лаборатории предприятия

- Все более и более сложные исследования и испытательные методы
- Достижение пределов чувствительности имеющихся приборов
- Использование специализированных недорогих инструментов для одной задачи
- Рутинные анализы вышли в поле, в то время как центральная лаборатория становится решением проблем
- Оперативность проведения процедуры анализа
- Минимизация влияния человеческого фактора на результаты
- Безопасность оператора в процессе проведения испытания

*Лаборатории необходимо решение, а не инструмент*

*Предприятию необходима оперативность, а не срок выполнения задачи*



Есть ли уникальное решение для лаборатории,  
отвечающий ее задачам и требованиям?





# Применение РФА в отрасли:

- Соответствие экологическим требованиям
- Обнаружение серы
- Обнаружение нефтезаводского газа
- Геолого-разведывательные работы  
(Определение минералогического состава породы;  
Анализ горных пород на основные породообразующие элементы)
- Предотвращение коррозии
- Комплексный анализ веществ (жидк.,тв)
- Контроль текущего процесса
- Оптимизация процессов
- Проверка качества и контроль качества
- Анализ состава катализаторов
- Соответствие международным стандартам



# Элементы, которые можно измерять с РФА

H																		He
Li	Be											B	C	N	O	F		Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl		Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br		Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I		Xe
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At		Rn
Fr	Ra	Ac																
			Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu		
			Th	Pa	U	Np	Pu	Am	Cm	Bk	Cf	Es	Fm	Md	No	Lw		



Стандартные элементы для ED и WDXRF



Сверх-легкие элементы требующие специальных кристаллов и WDXRF



Не определяется XRF



Нестабильные элементы



Инертные газы

От 30 сек для одного элемента  
до 10 мин для 75 элементов

# Пределы чувствительности и диапазоны обнаружения

Твердые фазы

Жидкости



ICP-MS

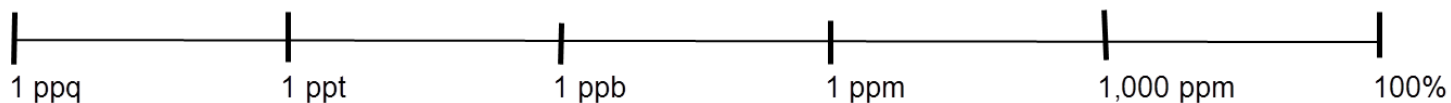
ICP-AES

GFAAS

AAS

XRF

TOC; TN / TS / TX



Стоит добавить, время и подготовку пробы, которые мало актуальны для РФА

# Отличительные возможности РФА (XRF) от других аналитических методов

- Один метод для широкого спектра задач
- РФА является методом анализа серы, так как мир двигается в сторону низкосерного топлива
- Международные стандарты ASTM, ISO, EN, DIN
- Экспрессность, простота, безопасность и долговечность в работе
- РФА (XRF) превосходит другие техники по скорости, гибкости анализа
  - XRF является многоэлементным и расширяемым
  - XRF неразрушающий контроль и может быть бесстандартным
  - Фактически не требует подготовки образцов
  - Выигрыш во времени (10 мин для 75 элементов)
  - Представление образцов в виде твердых веществ и жидкостей
  - Один прибор с методами заменяет целый парк оборудования
  - Выигрыш предприятия в комплексном решении многих задач
  - Простота и самая низкая себестоимость проведения анализа



## Некоторые примеры решения с XRF

- Катализаторы и требования качества повышают важность определения на уровне ppm в топливе – Al, Si, Cl, Na и др. (до 29 элементов)
- Экспресс анализ состава кернов и бурового раствора при бурении скважин
- Анализ серы с кислородсодержащими автомобильных топлив
- Анализ токсических элементов на уровне ppm – Pb, Cd, др.
- Мониторинг и контроль коррозии Fe, Ni, Cr, Cu металлы / Cl, S, V разъедающие / Si, Al абразивы, что затруднительно стандартными методами
- Изнашиваемые металлы в отработанных смазках обнаруживает грубые частицы >5 микрон в отличие от ICP
- Экологический контроль опасных элементов (стоки, вода, почва, др.)
- Бесстандартный анализ позволяет производить сложные измерения без предварительных калибровок – сырье, продукты, катализаторы, и т.п.

# Актуальные международные стандарты для волнового РФА

- ISO 14596 : 2007
  - Нефтепродукты от 10 ppm до 2.50% серы
- ISO 20884 (2010-01-13) Автомобильное топливо от 5 ppm до 500 ppm серы
  - Max 3.7% кислорода

INTERNATIONAL  
STANDARD

ISO  
20884

First edition  
2004-03-15

**Petroleum products — Determination of sulfur content of automotive fuels — Wavelength-dispersive X-ray fluorescence spectrometry**

*Produits pétroliers — Détermination de la teneur en soufre des carburants pour automobiles — Spectrométrie de fluorescence de rayons X dispersive en longueur d'onde*

- ASTM D 2622 - 08
  - Нефтепродукты от 3 ppm до 4.6% серы



Designation: D 2622 – 08

An American National Standard

## Standard Test Method for Sulfur in Petroleum Products by Wavelength Dispersive X-ray Fluorescence Spectrometry<sup>1</sup>

This standard is issued under the fixed designation D 2622; the number immediately following the designation indicates the year of original adoption or, in the case of revision, the year of last revision. A number in parentheses indicates the year of last reappraisal. A superscript epsilon ( $\epsilon$ ) indicates an editorial change since the last revision or reappraisal.

*This standard has been approved for use by agencies of the Department of Defense.*

### 1. Scope\*

1.1 This test method covers the determination of total sulfur in petroleum and petroleum products that are single-phase and either liquid at ambient conditions, liquefiable with moderate heat, or soluble in hydrocarbon solvents. These materials can include diesel fuel, jet fuel, kerosene, other distillate oil, naphtha, residual oil, lubricating base oil, hydraulic oil, crude oil, unleaded gasoline, gasohol and biodiesel.

1.6 The values stated in SI units are to be regarded as the standard. The values given in parentheses are for information only.

1.7 *This standard does not purport to address all of the safety concerns, if any, associated with its use. It is the responsibility of the user of this standard to establish appropriate safety and health practices and determine the applicability of regulatory limitations prior to use.*

# Мировой опыт применения приборов Thermo ARL в отрасли



Old cKTime™ and a TIFF (LZW) decompressor are needed to see this picture.



QuickTime™ and a TIFF (LZW) decompressor are needed to see this picture.



# Кто мы «Термо Техно»

- Организована в 2000 году как сервисная компания для поддержки оборудования Thermo ARL и поставки запасных частей
- Начиная с 2004 года – эксклюзивный дистрибьютор компании Thermo Scientific ARL
- Представительства в 9 городах России и СНГ, в том числе Киев, Донецк, Мариуполь
- Более 500 пользователей оборудования
- Более 200 инсталляций оборудования начиная с 2000 года
- Более 60 сервисных контрактов ежегодно
- Поставка аналитического оборудования
- Реализация проекта «под ключ» в том числе ИТ интеграция
- Готовы предоставить решение для вашей задачи
- Разработка и внедрение методик на Предприятии Заказчика

# Опыт применения

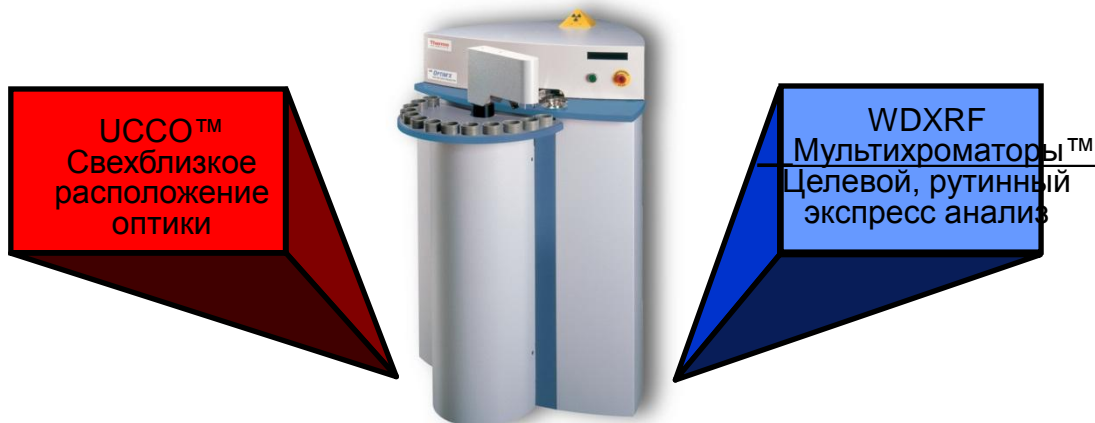


Предприятие	Задачи
РОСНЕФТЬ, Сызранский НПЗ	Испытание товарных топлив по показателю: содержание серы
СургутНИПИнефть	Научные исследования в области нефтедобычи и нефтепереработки
ОАО "Газпром переработка» Сургутский ЗСК	Элементный анализ нефтепродуктов
Геологоразведочный нефтяной институт Всесоюзный (ВНИГНИ)	Фазовый и минеральный состав кернов
Транснефтепродукт	Определение содержания серы в нефти и нефтепродуктах
Киришинефтеоргсинтез (КИНЕФ)	Определение содержания серы в нефти и нефтепродуктах
ИК СО РАН	Исследование катализаторов
ЗАО ИНУМИТ	Исследование новых композиционных материалов
РГУНГ им. Губкина и ОАО «ВНИИУС	Новые стандарты определения металлов и неметаллов в нефтепродуктах



# Спасибо за внимание!

## Мы предлагаем решение



UCCO™  
Свехблизкое  
расположение  
оптики

WDXRF  
Мультихроматоры™  
Целевой, рутинный  
экспресс анализ

**ARL OPTIM'X**

Thermo Fisher Scientific  
РФА элементный анализ  
Экубленс, Швейцария

Представительство в Украине  
«Термо Техно»  
[www.thermotechno.ru](http://www.thermotechno.ru)