# Определение содержания парафина в нефтепродуктах

## Общие сведения

- Быстро, точно и повторяемо
- Минимальная подготовка проб
- Простая линейная калибровка
- Простейший и надежнейший метод, не требует квалификации

### Принцип применения

Содержание парафина является важной характеристикой, оказывающей влияние на физические свойства нефтепродуктов, в особенности на их вязкость и температуру застывания. Это влияет не только на трудоемкость их переработки, но так же на пригодность для целевого использования, поэтому топлива и масла часто подвергают депарафинированию. Таким образом, определение содержания парафина, прямо или косвенно, стало стандартным требованием контроля качества продукции.

### Преимущества ЯМР

Метод экстракции растворителем UOP 46 наиболее часто используется для определения содержания парафина по весу. Однако, для данного метода необходимо растворение пробы в ацетоне, большое количество проб (чтобы гарантировать хорошую повторяемость), квалифицированный персонал и продолжительное время. Кроме того, данный метод не подходит для определения содержания парафина, если оно менее 5 масс.%.

Другие методы для определения содержания парафина в маслах включают в себя определение точки застывания (ASTM D97) и точки потери текучести (например, ASTM D2500, D5773) или поляризационную микроскопию. Все вышеперечисленные методы являются трудоёмкими, продолжительными и субъективными.

В некоторых случаях содержание парафина можно определить с помощью данных дифференциальной сканирующей калориметрии. Однако метод ДСК не подходит для масел с низким содержанием парафина, кроме того, для подготовки проб и проведения измерений требуется квалифицированный персонал.

По сравнению со стандартными "мокрыми" методами и методом ДСК, аппараты ЯМР с низким разрешением обеспечивают быстрое и простое определение содержания парафина в нефтепродуктах.

Настольный ЯМР-релаксометр предоставляет альтернативный метод, быстрый и лёгкий в исполнении и калибровке, для которого необходима минимальная подготовка проб. Поэтому данный метод идеально подходит в качестве регламентного в лабораториях или на производстве, не требуя при этом обученного персонала

### Метод

Процедура определения основана на измерении отклика, полученного от твёрдых восковых компонентов, относящихся к целому образцу. Инструмент проходит калибровку с помощью образцов нефтяного дистиллята с известным содержанием парафина.

Примечание: Используя ту же калибровку можно определить содержание воска в сырой нефти, но результат будет зависеть от хорошей калибровки.

### Калибровка

Самое главное, что в целом для калибровки аппарата, так как она линейна, необходимы только два стандарта с известным значением.

Однако, сначала рекомендовано выполнить калибровку с шестью или большим количеством проб с известным содержанием парафина, распределённых по интересующему диапазону. ЯМР является сравнительным методом, поэтому он не может быть точнее, чем эталонный образец, с которым собственно выполняется сравнение. Но, данный метод надёжнее и имеет большую повторяемость, по сравнению с "мокрыми" методами, и поэтому вероятность погрешности определения снижается с увеличением количества калибровочных проб.

OXFORD INSTRUMENTS

*The Business of Science®*

## Процедура определения

Пробу (1,5 мл) расплавляют и мешают с небольшим количеством растворителя в 10 мм стеклянной пробирке. Затем пробирку выдерживают при температуре -28°C, за 20 минут до проведения анализа.

Сама процедура измерения длится 4 секунды.

### Результаты

На рис. 1 показаны результаты калибровки дистиллятов с содержанием парафина от 1 до 55 весовых процентов. Отличная линейная корреляция получается между откликом ЯМР от парафина и его содержанием в пробе.

В таблице 2 с помощью повторных измерений одной пробы в течение 10 раз показано, что прибор обладает хорошей повторяемостью. После каждого испытания пробу относили в блок на выдержку при -28°C за 20 минут до следующего испытания.

***Таблица 1:*** *Повторное определение содержания парафина методом ЯМР*

| Повтор | Содержание парафина (масс. %) |
|---|---|
| 1 | 8,89 |
| 2 | 8,88 |
| 3 | 9,17 |
| 4 | 8,71 |
| 5 | 8,87 |
| 6 | 9,06 |
| 7 | 8,87 |
| 8 | 8,98 |
| 9 | 9,05 |
| 10 | 9,33 |
| **Среднее значение** | **8,98** |
| **Стандартное отклонение** | **0,17** |

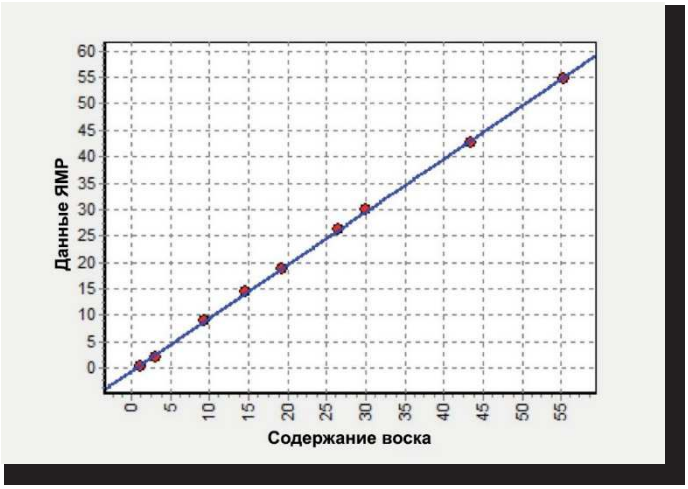


***Рис. 1:*** *Калибровка ЯМР для определения содержания парафина (воска ) в нефтепродуктах при -28°C. Коэффициент корреляции и стандартное отклонение составляют 1,000 и 0,353% соответственно.*

### Заключение

- ЯМР является очень стабильным методом и ему практически не требуется повторная калибровка.
- Калибровочные пробы с рядом значений содержания парафина могут быть использованы для проверки и проверки начальной калибровки
- Точность измерения лучше по сравнению с "мокрыми" химическими методами.
- ЯМР является неразрушающим методом, поэтому возможно при необходимости проводить повторные измерения.
- Необходима минимальная подготовка образцов.

### Полная комплектация

Компания Оксфорд инструментс предлагает пакет, специально предназначенный для определения содержания парафина в нефтепродуктах.

- **MQC**23 ЯМР анализатор
  - MQC+23 с магнитом 0,55 Тл (23 МГц)
  - Датчик для проб для пробирок диаметром 10 мм
  - Встроенный ПК и дисплей с плоским экраном
- **Программа MultiQuant** включающая в себя **RI Calibration RI Analysis** и приложение **EasyCal**.
- Проба для юстировки
- 10 мм пробирки.
- Набор из трёх калибровочных проб
- Руководство пользователя.

### Дополнительные позиции:

- Охлаждаемый водяной термостат, для выдерживания проб при -28°C
- Алюминиевый блок для 10 мм пробирок, вставляемый в водяной термостат.
- Набор проб дистиллятов с известным содержанием парафина (как указано на рис. 1)

Зайдите на сайт **www.avrora-test.ru, если у Вас возникли вопросы, или задайте их по эл. почте:** test@avrora-lab.com

В данной публикации указаны только общие сведения. Политика компании Оксфорд Инструментс подразумевает непрерывное совершенствование. Компания оставляет за собой право изменять без предварительного уведомления спецификацию, оформление или условия поставки любого изделия или услуги. Компания Оксфорд Инструментс признаёт все торговые марки и зарегистрированные права. © Оксфорд Инструментс, 2017. Все права защищены. Номер по каталогу: HIF-09-17

OXFORD INSTRUMENTS
*The Business of Science®*

АВРОРА ТЕХНОЛОГИИ ИЗМЕРЕНИЙ

**АО «Аврора»**
Почт.адрес: 119071, Россия, Москва, а/я 33
Тел.: (495) 258-83-05/-06/-07, 958-63-19
Факс: (495) 958-29-40
Internet: www.avrora-test.ru
E-mail: test@avrora-lab.com
(коммерческий отдел)
service@avrora-lab.com (сервисный отдел)

3202