

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **033683**(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2019.11.15

(21) Номер заявки
201700575

(22) Дата подачи заявки
2017.12.21

(51) Int. Cl. **G01N 21/35 (2014.01)**

(54) СПОСОБ ТЕКУЩЕГО КОНТРОЛЯ ОКТАНОВОГО ЧИСЛА БЕНЗИНОВ ПРИ ИХ ПРОИЗВОДСТВЕ

(31) **2017144906**

(32) **2017.12.21**

(33) **RU**

(43) **2019.06.28**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
**ФЕДЕРАЛЬНОЕ
ГОСУДАРСТВЕННОЕ
БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО
ОБРАЗОВАНИЯ "САНКТ-
ПЕТЕРБУРГСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
УНИВЕРСИТЕТ" (СПбГУ) (RU)**

(72) Изобретатель:

**Немец Валерий Михайлович,
Конюшенко Игорь Олегович, Пеганов
Сергей Александрович, Бочаров
Владимир Николаевич (RU)**

(74) Представитель:

**Матвеев А.А., Матвеева Т.И., Леонов
И.Ф. (RU)**

(56) **RU-C2-2284506
RU-C2-2334971
RU-C1-2094776
RU-C1-2075062**

(57) Изобретение относится к измерительной технике и может быть использовано для текущего контроля октановых характеристик топлива, например бензина, что позволит создать на его основе измерительную аппаратуру, предназначенную для применения с этой целью при производстве, хранении, транспортировке, реализации и контроле топлива, для экспрессного анализа в исследовательских и заводских лабораториях, а также в полевых условиях, при проведении научно-исследовательских работ и разработке новых марок топлива, в том числе в нефтехимической и нефтеперерабатывающих отраслях промышленности. Для реализации способа проводят отбор двух проб, одна из которых является товарным бензином с фиксированной объемной долей высокооктановой составляющей в нем, отбираемой на технологической линии его производства, а вторую пробу с высокооктановой составляющей товарного бензина с фиксированным паспортным значением ее октанового числа отбирают на линии ее подачи на компаундирование, измеряют спектры оптической плотности этих проб в широкой области среднего ИК-диапазона и определяют их разностный спектр, по которому по предварительно построенной многомерной калибровочной характеристике определяют октановое число низкооктановой составляющей первой пробы, после чего суммируют октановые числа низкооктановой и высокооктановой составляющих этих проб с учетом их объемных долей в товарном бензине, и по значению этой суммы проводят текущий контроль октанового числа товарного бензина. При этом предварительно формируют многомерную калибровочную характеристику для низкооктановой составляющей, поскольку именно неконтролируемые вариации концентраций ее компонент являются основным источником погрешностей измерения октанового числа. Такая калибровочная характеристика позволяет учитывать неконтролируемые вариации концентраций компонент низкооктановой составляющей в отличие от способов, используемых в аналогах.

B1**033683****033683****B1**

Изобретение относится к измерительной технике и может быть использовано для текущего контроля в рабочей зоне октановых характеристик моторных топлив и, в частности, автомобильных бензинов в процессе их производства, что позволяет создать на его основе измерительную аппаратуру, предназначенную для применения в производстве моторных топлив и, в частности, бензинов в целях текущего контроля их октановых характеристик, а также при разработке новых марок автомобильных бензинов. Заявленное изобретение предназначено для предприятий нефтеперерабатывающего комплекса РФ.

Изобретение относится к исследованию моторных топлив и, в частности, автомобильных бензинов методом многомерной абсорбционной молекулярной спектроскопии в средней области ИК-диапазона и может быть использовано в нефтеперерабатывающей, нефтехимической и химической отраслях промышленности в целях текущего контроля производства различных видов продукции сложного молекулярного состава.

Изобретение относится к оптическим методам контроля октановой характеристики моторных топлив и, в частности, автомобильных бензинов с использованием инфракрасной спектроскопии в среднем ИК-диапазоне, а также методов многофакторной математической статистики в обработке результатов измерений с дальнейшим применением для быстрого определения октанового числа бензинов с применением серийно выпускаемой аппаратуры.

Известен способ определения октанового числа бензинов, заключающийся в использовании набора смесей изооктана (его октановое число равно 100 ед.) и н-гептана (его октановое число равно 0 ед.) на специальных установках, оснащенных двигателями внутреннего сгорания. Методом постепенного изменения состава этой смеси добиваются равной детонационной способности испытуемого бензина с детонационной способностью смеси. При этом считают, что октановое число испытуемого бензина равно октановому числу этой (эталонной) смеси (ГОСТ 511-82. Топливо для двигателей. Моторный метод определения октанового числа). Однако этот способ требует существенного времени (до 1,5-2 ч на один образец) для определения октанового числа (проба берется с технологической установки и доставляется в специальную лабораторию), а также в том, что требует сложного, громоздкого и дорогого (стоимость современной установки десятки миллионов рублей при очень ограниченном моторесурсе) оборудования для его технической реализации [1].

Известен способ определения октанового числа топлива (авт. св. СССР № 1245975, кл. C01N 25/20), заключающийся в том, что пробу бензина подают в потоке воздуха в предварительно нагретый до 280-320°C реактор, где осуществляется так называемая реакция холодно-пламенного окисления. Октановое число определяют по максимальному значению температуры реакции холодно-пламенного окисления.

Недостатками способа являются сложность его технической реализации, необходимость обеспечения специальных мер пожаро- и взрывозащиты, наличие нагреваемого реактора, необходимость в специальном устройстве дожигания газа, выходящего из реактора [2].

Известен способ определения октанового числа бензинов (см. заявку на изобретение РФ № 2005102284, МПК G01N 1/00; Мановян А.К. Технология переработки природных энергоносителей - М.: Химия, Колос С, 2004, с. 52) при использовании жидкостного хроматографа. Способ включает диагностику концентрационного состава бензина, содержащего более 200 компонент углеводородов, с помощью разделения бензиновой смеси, которое происходит вследствие разной скорости диффузии в жидкостном хроматографе. Для каждой из компонент анализируемого бензина определяется детонационная стойкость при использовании тестовых измерений в одноцилиндровых двигателях внутреннего сгорания на установках ИТ9-2М или УИТ-65 по моторному методу или использованию табличных значений детонационной стойкости для каждой из обнаруженных компонент углеводородов, при этом октановое число изооктана C_8H_{18} составляет 100 единиц, а н-гептана составляет 0 единиц, и в соответствии с относительной концентрацией компонент бензина находится его детонационная стойкость. Такой способ определения детонационной стойкости наиболее информативный. Однако способ имеет существенные ограничения по быстродействию, сложности обработки сигнала хроматограмм, требующей высокой квалификации оператора. Кроме того, жидкостный хроматограф является исследовательским прибором высокой стоимости [3].

Известен также способ и устройство для определения октанового числа при измерении диэлектрической проницаемости на одной радиочастотной частоте с помощью емкостного датчика (см. заявку на изобретение РФ № 2003121713, МПК G01N 27/22; патент на изобретение РФ № 2240548, МПК G01N 27/22). Создание устройства на основе такого способа позволяет идентифицировать бензины в диапазоне октановых чисел 70-100. Устройство содержит емкостный датчик с датчиком температуры пробы бензина, причем емкостный датчик соединен с генератором, подключенным к блоку управления. Генератор выполнен с возможностью формирования напряжения с частотами от 1 до 30 МГц и соединен с емкостным датчиком через одну из первичных полуобмоток дифференциального трансформатора, вторая первичная полуобмотка которого соединена с опорным конденсатором. Вторичная обмотка трансформатора подсоединена через усилитель сигнала, канал передачи данных к одному из независимых каналов двухканального аналого-цифрового преобразователя, выход которого подсоединен к одной из цифровых шин блока управления, выполненного в виде ПЭВМ, к другой цифровой шине которой подсоединен датчик температуры пробы бензина через усилитель и одноканальный аналого-цифровой преобразователь. Об-

шая точка подключения генератора и двух первичных полуобмоток дифференциального трансформатора подключена через другой независимый канал передачи данных к другому каналу двухканального аналого-цифрового преобразователя. ПЭВМ содержит нейронную сеть, предварительно обученную сравнению поступающих с цифровой шины входных сигналов в виде амплитудно-частотной и фазочастотной характеристик исследуемого бензина с амплитудно-частотной и фазочастотными характеристиками эталонных бензинов с учетом поправочных коэффициентов, выбираемых нейронной сетью в зависимости от сигнала, поступающего через другую цифровую шину от датчика температуры пробы бензина, и формированию данных для определения октанового числа бензина на основе сравнения [4, 5].

Известен также способ определения октанового числа (см. патент РФ на изобретение РФ № 92007848, МПК G01N 27/22, G01N 33/22) при измерении комплексной диэлектрической проницаемости на СВЧ-частоте и с помощью емкостного датчика. По предлагаемому способу, использующему измерение и сопоставление физических параметров исследуемого и образцового бензинов, у образцового и исследуемого топлив измеряют комплексную диэлектрическую проницаемость, проводят компарирование полученных значений проницаемостей и по их разнице судят об октановом числе исследуемого топлива. В предлагаемом устройстве, содержащем резервуары с образцовыми и исследуемыми топливами и связанный с ними через коммутатор измерительный преобразователь и регистратор, измерительный преобразователь выполнен в виде двух идентичных камер, снабженных двумя проводящими поверхностями, образующими емкостные преобразователи, причем каждая камера через коммутатор связана с резервуарами, при этом регистратор выполнен в виде частотного компаратора и пересчетной схемы с отсчетным устройством. Это позволяет выполнять непрерывные измерения комплексной диэлектрической проницаемости исследуемого бензина и тем самым получать непрерывную информацию о значении октанового числа исследуемого бензина относительно образцового.

Однако радиочастотные способы имеют ограничения по точности, связанные с малой чувствительностью диэлектрической проницаемости к изменению октанового числа в используемом метровом, дециметровом и сантиметровом диапазоне [6].

Известен способ определения октанового числа, основанный на зондировании (просвечивании) кюветы с бензином оптическим пучком ближнего ИК-диапазона на 15 дискретных длинах волн с разницей между линиями 10 нм в полосе от 880 до 1050 нм, измерении поглощения в кювете на каждой из зондируемых оптических линий, определении соответствующей оптической плотности бензина в этом спектральном диапазоне и определении детонационных свойств бензина из сравнения оптической плотности с эталонными кривыми для бензинов с известными детонационными свойствами, используя регрессионный анализ (см. Королев В.Н., Маругин А.В., Цареградский В.Б. ЖТФ, 2000, т. 70, № 9, с. 83-88). Однако данный способ обладает малой чувствительностью, так как оптическое излучение в ближнем ИК-диапазоне слабо поглощается бензином вследствие того, что основные сильно поглощающие колебательные полосы поглощения углеводов лежат в области 3,4 мкм, и при этом более слабое поглощение (на два-три порядка) на второй и третьей гармониках (обертонах) на длинах волн 1,7 и 1,2 мкм не входит в анализируемый спектральный состав зондирующего ИК-излучения. Малое поглощение бензином оптического излучения в ближней ИК-области спектра является причиной использования протяженных кювет, зондирования на большом числе длин волн и использования сложных методов обработки информационного сигнала [7].

Известен способ определения октанового числа, который включает измерение коэффициента поглощения на более чем одной длине волны в области 0,6-2,6 мкм, сравнение сигналов поглощения, или производной с сигналами поглощений, или производных на той же самой длине волны для множества стандартных образцов. Для исследуемого образца выбирается не менее одного стандарта таким образом, чтобы среднее значение абсолютной разности между сигналами от образца и стандарта на каждой длине волны было минимальным. К недостаткам способа относится ухудшение точности за счет использования производных от величины поглощения, а также отсутствие контроля за формой спектра поглощения топлива (патент US 6070128, МПК G01N 21/35, 1997) [8].

Известен способ определения октанового числа топлива, заключающийся в том, что через кювету с анализируемым образцом бензина и контрольную кювету пропускают инфракрасное излучение с длиной волны 0,8-2,6 мкм. Для определения октанового числа используют корреляционные зависимости, полученные для стандартных образцов с известными октановыми числами. Октановое число испытуемого топлива рассчитывают по разности сигналов, полученных на выходе из рабочей и контрольной кювет (патент RU 2091758, МПК G01N 21/35, 1997). К недостаткам способа относится сложность его технической реализации, требующей наличия оптического переключателя и элементов обратной связи по опто-электронному каналу [9].

Известен способ, по которому измеряют коэффициенты экстинкции калибровочных топлив на нескольких длинах волн в ближней инфракрасной области, усредняют их на каждой длине волны, составляют уравнение регрессии и, используя разности между средними значениями коэффициентов экстинкции калибровочных топлив и анализируемого бензина, находят октановое число последнего (патент RU 2094776, МПК G01N 21/35, 1997).

Недостатком способа является использование небольшого количества длин волн и регрессионного

метода, что исключает контроль за видом спектра поглощения бензина ввиду неполного представления информации о спектре и снижает точность и достоверность результата определения октанового числа [10].

Наиболее близким к заявляемому изобретению является патент RU 96103817 МПК, G01N 21/35 (1995.01) на способ определения октанового числа топлива, который может служить прототипом заявляемого, заключающийся в измерении в ближнем инфракрасном диапазоне коэффициентов экстинкции калибровочных топлив с известными октановыми числами, построении по оптическим данным уравнения регрессии и расчете по уравнению регрессии октанового числа анализируемого топлива с измеренными оптическими данными, отличающийся тем, что построение уравнения регрессии и расчет октанового числа доводят по оптическим данным, представляющим собой разность между значениями коэффициентов экстинкции анализируемого топлива и средними значениями коэффициентов экстинкции всех калибровочных топлив.

Однако данный способ обладает малой чувствительностью, так как оптическое излучение в ближней ИК-области слабо поглощается бензином вследствие того, что основные сильно поглощающие колебательные полосы поглощения углеводородов лежат в области 3,4 мкм (средний ИК-диапазон), и при этом более слабое поглощение (на два-три порядка) на второй и третьей гармониках (обертонах) на длинах волн 1,7 и 1,2 мкм не входит в анализируемый спектральный состав зондирующего ИК-излучения. Малое поглощение бензином оптического излучения в ближней ИК-области спектра является причиной использования протяженных кювет, зондирования на большом числе длин волн и использования сложных методов обработки информационного сигнала. Кроме того, недостатком является и использование для калибровки образцов товарных бензинов, октановые числа которых измерены моторным методом. Дело в том, что получаемые на технологической линии бензины в результате корректирующих мероприятий имеют более или менее близкие октановые числа. В результате этого калибровочная характеристика может быть слишком пологой, что приводит к низкой чувствительности измерений. Более того, введение корректирующих добавок высокооктановой составляющей (составляющая, формирующая необходимый уровень октанового числа высокооктановых бензинов, представленная, как правило, одним компонентом) нивелируют неконтролируемые вариации относительных концентраций компонент низкооктановой составляющей (совокупность компонент бензина за исключением высокооктановой составляющей) только до тех пор, пока параметры технологического процесса остаются неизменными. Если же они по той или иной причине изменяются, то полученная калибровочная характеристика будет уже недействительной, ее использование в изменившихся условиях приведет к дополнительной погрешности измерений [11].

Задачей изобретения является текущий контроль октанового числа бензинов в процессе их производства, обеспечение его простоты, достоверности, точности, возможности использования серийной аппаратуры, а также низкой стоимости измерений и высокого уровня взрывобезопасности.

Поставленная задача решается тем, что в способе определения октанового числа бензинов, включающем зондирование оптическим излучением кюветы с бензином, детектирование прошедшего оптического излучения на выходе кюветы, в измерении в ближнем инфракрасном диапазоне оптических данных калибровочных топлив с известными октановыми числами, построении по оптическим данным уравнения регрессии и расчете по уравнению регрессии октанового числа анализируемого топлива с измеренными оптическими данными, определение октанового числа проводят при условиях, способствующих существенному расширению возможностей абсорбционного спектрального метода в исследовании октановых характеристик моторных топлив и, в частности, автомобильных бензинов.

Первое. Учитывая то, что информативность спектров поглощения автомобильных бензинов в ближнем ИК-диапазоне низкая, как вследствие относительно слабого молекулярного поглощения компонентов бензина в этой области, так и вследствие довольно слабого спектрального разрешения молекулярных спектральных полос, в отличие от аналогов, в заявляемом способе для измерений использовали спектр в среднем ИК-диапазоне ($400\text{--}1600\text{ см}^{-1}$). Это обеспечило существенно более высокую информационность спектроскопических измерений.

Второе. Используемое в аналогах малое число информационных точек спектра (от одной до максимум трех) не позволяет эффективно использовать информацию, содержащуюся в спектре. Следует учитывать, что в спектре каждая его точка (длина волны или волновое число) несет в себе необходимую исследователю информацию. Поэтому чем в более широком диапазоне длин волн или волновых чисел, а также, чем больше информационных точек в спектре будет участвовать в измерениях, тем выше будет эффективность измерений, что в конечном итоге выражается и в чувствительности измерений и точности характеристик их результатов. Хотя, безусловно, существуют и здесь ограничения, связанные с перегрузкой измерительной базы, увеличением времени машинной обработки результатов и др. Необходимо найти оптимум. В заявляемом способе использовали указанный выше диапазон волновых чисел, а число информационных точек в спектре не менее тысячи. Это в итоге обусловило высокую точность спектроскопических измерений.

Третье. Немаловажную роль имеет переход от абсолютных измерений оптических спектров бензинов к измерениям их разностных спектров. Это позволило отказаться от довольно грубых методов учета

фоновых составляющих спектра (например, довольно произвольный отсчет фона с помощью проводимых так называемых линий фона. Это формирует заметные погрешности измерений. В заявляемом способе, с учетом того, что в пределах конкретной задачи (автомобильные бензины, например) спектры довольно однородные по распределению поглощения в фоновой и информативной частях. Это означает возможность простого и предельно полного нивелирования негативного влияния фона на точность измерений получить на основе использования разностных спектров. Это и использовано в заявляемом способе.

Четвертое. Принципиальным является фактор, существенно отличающий заявляемый способ от аналогов. Состоит он в определенной некорректности использования калибровочной характеристики, построенной по образцам бензинов, аттестованных по октановому числу моторным методом. Как следует из аналогов, для этого берут образцы готового бензина непосредственно с технологической линии его компаундирования. Естественно, что ни один производитель не выпустит бензин, октановое число которого заметно отличается от планового (особенно в случае, когда оно занижено по сравнению с плановым). Поэтому сколько бы образцов ни отбиралось для аттестации, их октановые числа будут близки. В худшем случае калибровочная характеристика "утонет" в случайной погрешности измерения октанового числа моторным методом, а в лучшем - калибровочная характеристика будет очень пологой и ее возможности измерений будут весьма ограниченными. Кроме того, следует учитывать и еще одно немаловажное обстоятельство. Следует полагать, что основная составляющая погрешности измерения октанового числа бензина при компаундировании формируется в результате имеющих место неконтролируемых вариаций относительного состава компонентов низкооктановой составляющей. Они подаются на компаундирование с систем их производящих. При этом контроль процесса компаундирования идет по величинам объемных скоростей этих компонентов, которые естественно не зависят от их составов, т.е. состав компонента может измениться по той или иной причине (нарушения условий технологического процесса, изменение состава сырья, погрешности показаний расходомеров и др.), а показания расходомера при этом останутся прежними. Введение высокооктановой составляющей (например, дорогостоящего метил-трет-бутилового эфира) осуществляется под более жестким контролем, тем более, что на многих предприятиях его не производят, а покупают в достаточно больших количествах и, кроме того, с соответствующим сертификатом. Иными словами, введение высокооктановой составляющей не является элементом, формирующим значимую часть погрешности в составе компаунда. Отсюда следует, что получить эффективный контроль октанового числа бензина на технологической линии возможно только при условии, если калибровочная характеристика будет построена не по составу конечного продукта (фактически товарного бензина), а по составу компонентов низкооктановой составляющей. Кроме того, полагая, что низкооктановая составляющая является сложной смесью, а концентрация каждого компонента может меняться независимо, учесть такие вариации можно только, используя многомерный вариант калибровочной характеристики. И еще одно немаловажное обстоятельство. К сожалению, ни в одном аналоге не описана процедура отбора проб на аттестацию моторным методом. Главное требование к этой процедуре состоит в том, чтобы пробы были независимы. Они не должны отбираться все в один день, поскольку в этом случае калибровочная характеристика не будет полностью учитывать возможные вариации состава низкооктановой составляющей, а результаты измерений не будут представительными. Для полной гарантии независимости пробы необходимо отбирать одну пробу в неделю, когда уже очевидно, что никакой связи составов отбираемой и предыдущей пробы нет. Только в этом случае калибровочная характеристика в известном смысле будет твердой. Такой подход реализован в заявляемом способе.

Пятое. Очевидный вопрос, как измерить октановое число низкооктановой составляющей и ее спектр. Также очевидно, что это невозможно сделать прямым способом, т.е. путем составления неких смесей ее компонентов и измерением октанового числа этой смеси. Такая же проблема встает и с получением спектра низкооктановой составляющей. В заявляемом способе эта проблема решается следующим образом:

- 1) отбирают N независимых проб товарного бензина и регистрируют в рабочем журнале N значений объемных долей высокооктановой составляющей в соответствующих пробах товарного бензина;
- 2) отбирают отдельно N проб высокооктановой составляющей, соответствующих образцам товарного бензина, и регистрируют в рабочем журнале их октановые числа;
- 2) измеряют моторным методом N значений октановых чисел отобранных образцов товарного бензина;
- 4) измеряют спектры оптической плотности N проб товарного бензина;
- 5) измеряют спектры оптической плотности N проб высокооктановой составляющей;
- 6) находят спектры оптической плотности низкооктановой составляющей N проб товарного бензина путем формирования разностных спектров оптической плотности проб товарных бензинов и соответствующих проб высокооктановой составляющей;
- 7) находят N значений октанового числа низкооктановой составляющей проб товарных бензинов путем вычитания из октанового числа товарных бензинов октановых чисел соответствующих проб высокооктановых составляющих;
- 8) по массивам разностных спектров и разностей октановых чисел, обрабатывая их методом проек-

ций на латентные структуры (ПЛС), формируют многомерную калибровочную характеристику (многомерную регрессию).

Шестое. Учитывая изложенное выше, в целом порядок текущего контроля октанового числа моторных топлив и, в частности, автомобильных бензинов, по заявляемому способу следующий:

- 1) отбирают пробу товарного бензина и фиксируют значение объемной доли высокооктановой составляющей в нем в рабочем журнале;
- 2) отдельно отбирают пробу высокооктановой составляющей с фиксированным значением октанового числа из канала ее поступления на компаундирование;
- 3) измеряют спектры оптической плотности в широком интервале длин волн (от 400 до 1600 см⁻¹) среднего ИК-диапазона в отобранной пробе товарного бензина и в пробе высокооктановой составляющей;
- 4) формируют спектр низкооктановой составляющей товарного бензина в виде разности спектра его пробы и спектра пробы высокооктановой составляющей;
- 5) по спектру оптической плотности низкооктановой составляющей по предварительно построенной многомерной градуировочной характеристике определяют октановое число низкооктановой составляющей;
- 6) получают сумму октановых чисел низкооктановой и высокооктановой составляющих с учетом их объемной доли в товарном бензине, по которой проводят текущий контроль октанового числа товарного бензина.

Предлагаемый способ определения октанового числа с использованием многомерной калибровки по низкооктановой составляющей товарных бензинов позволяет эффективно учитывать случайные вариации концентраций компонентов низкооктановой составляющей при компаундировании и тем самым повысить достоверность результатов определения и снизить их случайную погрешность.

Технический результат использования способа состоит в том, что заявляемый способ текущего контроля: октанового числа моторного топлива промышленно осуществим и полезен, поскольку его качественные по точности характеристики не хуже тех, которые присущи моторному методу измерения октанового числа. Его применение не требует расхода чистых веществ, он обладает многократно более высоким быстродействием. Используемые приборы имеют практически неограниченный ресурс. Способ в целом пригоден для создания на его основе системы автоматического регулирования процесса компаундирования бензинов. Способ может быть использован для измерения октанового числа моторного топлива с целью текущего контроля качества продукции или автоматического поддержания заданного значения октанового числа в процессе производства моторного топлива. Особенностью способа является обеспечение корректной калибровки при контроле производства бензинов, при приготовлении которых используются высокооктановые корректирующие добавки. Применение способа позволит сократить время использования моторного метода для контроля октанового числа бензинов не менее чем в два раза, что существенно с учетом высокой стоимости оборудования, обеспечивающего моторные измерения (десятки миллионов рублей), его относительно малого ресурса, высокой стоимости измерений и их длительности (не менее 1-2 ч на один образец).

Заявленный способ апробирован в лабораторных условиях Санкт-Петербургского государственного университета и результаты апробации приведены ниже в виде конкретной иллюстрации возможности реализации способа. Исследования и апробацию проводили на серийной аппаратуре.

Измерения проводили в среднем ИК-диапазоне на Фурье-спектрометре Nicolet 6700, фирма Thermo Scientific. Прибор снабжен детектором DTGS, работающим без охлаждения. Возможна запись спектров в диапазоне 7000-400 см⁻¹. Для работы в средней ИК-области используется светоделитель из KBr. Прибор позволяет снимать спектры с разрешением до 0,2 см⁻¹. Шаг измерений может быть установлен в 2 точки внутри установленного разрешения. Точность по волновому числу - не более 0.01 см⁻¹. Число повторений записи спектра выбрано достаточно большим. Это обеспечило возможность пренебречь спектроскопической составляющей погрешности измерений.

На первом этапе оценили оптимальную толщину поглощающего слоя и, следовательно, необходимую толщину абсорбционной кюветы. Решение этого вопроса необходимо для обеспечения максимально возможного линейного динамического диапазона при измерении оптической плотности бензинов. С этой целью проведены предварительные исследования возможностей использования слоев различной толщины, соответственно используя различной толщины кюветы с исследуемыми объектами. В исследованиях использованы кюветы с окнами из KBr. Оптический слой варьировали в диапазоне от 20 мкм до 1 мм. При этом для каждого объекта использован индивидуальный шприц. После каждого измерения кювету промывали ацетоном и высушивали. Все измерения проводили при комнатной контролируемой температуре. В случае повышенной влажности спектрометр прокачивали осушенным воздухом с помощью генератора сухого воздуха Lab Gas Generator. В качестве оптимальной выбрана кювета толщиной 72 мкм, поскольку в этих условиях, с одной стороны, нет "зашкаливающих" молекулярных полос, а, с другой стороны, спектр оптической плотности в целом достаточно интенсивен.

Эксперимент проводился с целью решения двух задач. Первая - экспериментально оценить случайный разброс результатов измерений октанового числа испытуемых образцов. Вторая - оценить границы

систематической составляющей погрешности измерения октановых чисел. Для этого были подготовлены тридцать четыре пробы различных образцов бензина с известными октановыми числами в диапазоне от 94,5 до 96,3, а также проба метил-трет-бутилового эфира (МТБЭ) с октановым числом, равным 120. Из них 30 проб были использованы для получения многомерной калибровочной характеристики низкооктановой составляющей по изложенной выше схеме. Четыре пробы использовали как аттестуемые. На фиг. 1 для сравнения представлены спектры абсорбции бензинов в ближней ИК-области (а) и средней ИК-области (б). Из него видно насколько спектр в среднем ИК-диапазоне более информативен спектра в ближнем ИК-диапазоне. Проведена оценка случайной погрешности спектроскопических измерений на уровне не более 0,1% отн. На фиг. 2 представлены средние спектры оптической плотности товарного бензина и бензина с повышенным октановым числом (добавлена высокооктановая составляющая), а также их разностный спектр, который, как видно, уверенно регистрируется. На фиг. 3 и 4 иллюстрируется чувствительность измерений с использованием разностных спектров, а также показаны спектры шумов измерений оптической плотности. На фиг. 3 показан спектр шумов, влияющих на чувствительность измерений для товарного бензина с добавкой высокооктановой составляющей. На фиг. 4 иллюстрируется возможность измерения разностных спектров товарного бензина при неконтролируемых вариациях во времени (отбор проб проведен в разные дни) условий технологического процесса. Как видно, спектроскопический шум результатов измерения оптической плотности не менее чем в десять раз ниже полезного сигнала абсорбции. Кроме того, видно, что уверенно измеряются разностные спектры проб бензина одной марки, отобранных в разные дни. При этом, поскольку их разность превышает сигнал шума измерения оптической плотности, различия сверх шума следует отнести к небольшим вариациям состава низкооктановой составляющей. Проведенные в целом исследования позволили провести первоначальную апробацию способа. Результаты представлены в таблице, где приведены итоги измерения октановых чисел четырех проб товарного бензина. Тестирование проводили по трем образцам от каждой пробы. Результаты определения сопоставляются с данными, полученными моторным методом.

Результаты апробации заявляемого способа

Номер пробы	Номер образца	Результат определения	Среднее значение по пробе	Данные, полученные моторным методом.
1.	1.1.	94,7	94,9±0,1	94,5
	1.2.	95,0		
	1.3.	94,9		
2.	2.1.	95,7	95,7±0,1	95,6
	2.2.	95,8		
	2.3.	95,5		
3.	3.1.	95,1	95,1±0,1	95,8
	3.2.	95,3		
	3.3.	95,0		
4.	4.1.	96,5	96,4±0,1	96,3
	4.2.	96,3		
	4.3.	96,5		

Случайная погрешность результатов абсорбционно-спектральных измерений не превышает 0,1 отн.%. В то же время видно, что расхождения результатов, полученных моторным и абсорбционно-спектральным методом (0,7 пункта) могут заметно выходить за пределы случайного разброса результатов абсорбционно-спектральных измерений, что связано с существенно более высоким случайным разбросом результатов моторных измерений. Это обстоятельство, очевидно, потребует при отработке методики измерений введения некоторых специальных методических приемов.

Все объекты, исключая время подготовки и проведения измерений, содержались при температуре 0-2°C. Измерения проводились при температуре 19±1°C.

Заявленный способ, как показали результаты исследований и проведенной апробации, обладает высокой достоверностью результатов, высокой точностью, оперативностью, что обуславливает возможность существенного сокращения времени контроля октанового числа.

Коммерческая значимость способа

Результаты апробации подтвердили, что заявленный способ текущего контроля октанового числа моторного топлива промышленно осуществим и полезен, поскольку его точностные характеристики не хуже присущих моторному методу измерения октанового числа. Его применение не требует расхода чистых веществ, он обладает многократно более высоким быстродействием. Используемые приборы имеют практически неограниченный ресурс. Способ в целом пригоден для создания на его основе системы автоматического регулирования процесса компаундирования бензинов. Способ может быть использован для измерения октанового числа моторного топлива с целью текущего контроля качества продукции или

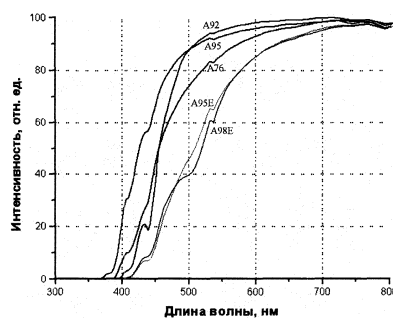
автоматического поддержания заданного значения октанового числа в процессе производства моторного топлива. Особенностью способа является обеспечение корректной калибровки при контроле производства бензинов, при приготовлении которых используются высокооктановые корректирующие добавки. Применение способа позволит сократить время использования моторного метода для контроля октанового числа бензинов не менее чем в два раза, что существенно с учетом высокой стоимости оборудования, обеспечивающего моторные измерения (десятки миллионов рублей), его относительно малого ресурса, высокой стоимости измерений и их длительности (не менее 1-2 ч на один образец).

Список использованных источников информации:

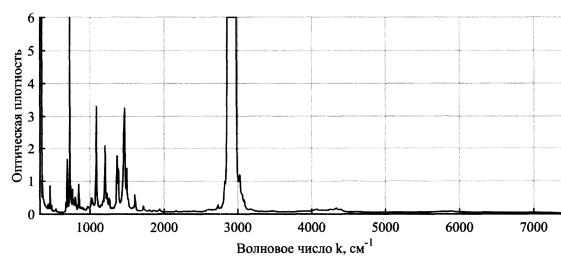
- 1) ГОСТ 511-82;
- 2) авт. св. СССР № 1245975, кл. C01N 25/20;
- 3) РФ № 2005102284, МПК G01N 1/00;
- 4) РФ № 2003121713, МПК G01N 27/22;
- 5) РФ № 2240548, МПК G01N 27/22);
- 6) РФ № 92007848, МПК G01N 27/22, G01N 33/22;
- 7) ЖТФ, 2000, т. 70, № 9, с. 83-88);
- 8) US 6070128, МПК G01N 2135, 1997;
- 9) RU 2091758, МПК G01N 21/35, 1997;
- 10) RU 2094776, МПК G01N 21/35, 1997;
- 11) RU 96 103 817, МПК, G01N 21/35, 1995/01 (прототип).

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

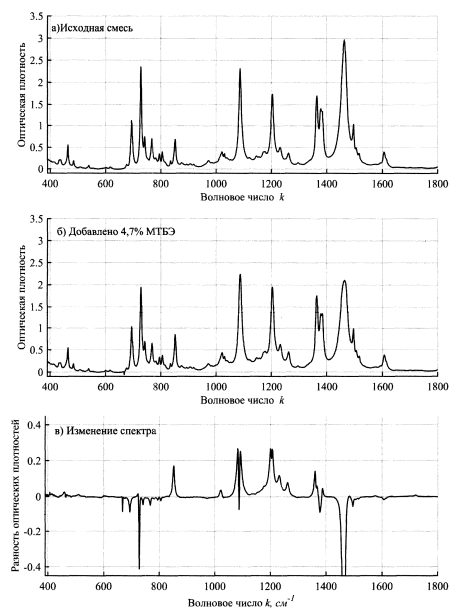
Способ текущего контроля октанового числа бензинов при их производстве, заключающийся в отборе пробы товарного бензина на технологической линии его производства и определении его октанового числа по калибровочному графику, построенному по коэффициенту экстинкции в ИК-диапазоне на длинах волн 1,2 и 1,7 мкм, отличающийся тем, что проводят отбор двух проб, одна из которых является товарным бензином с фиксированной объемной долей высокооктановой составляющей в нем, отбираемой на технологической линии его производства, а вторую пробу с высокооктановой составляющей товарного бензина с фиксированным паспортным значением ее октанового числа отбирают на линии ее подачи на компаундирование, измеряют спектры оптической плотности этих проб в широкой области среднего ИК-диапазона и определяют их разностный спектр, по которому по предварительно сформированной многомерной калибровочной характеристике определяют октановое число низкооктановой составляющей первой пробы, после чего суммируют октановые числа низкооктановой и высокооктановой составляющих этих проб с учетом их объемных долей в товарном бензине и по значению этой суммы проводят текущий контроль октанового числа товарного бензина.



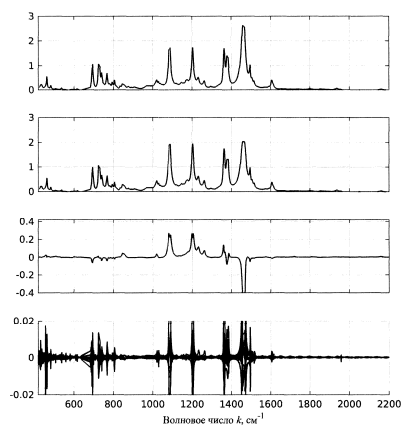
Фиг. 1а



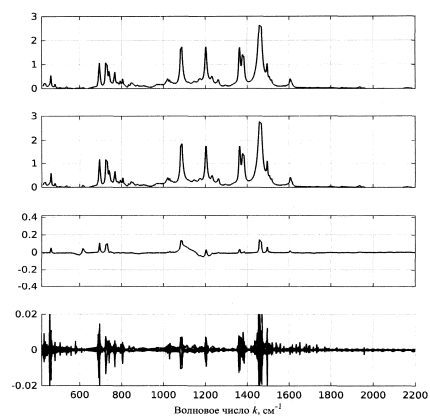
Фиг. 16



Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4

