

ОПЕРАТИВНЫЙ КОНТРОЛЬ ПАРАМЕТРОВ ЖИДКИХ ГОРЮЧЕ-СМАЗОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Введение

Контроль параметров горюче-смазочных материалов (ГСМ), таких как бензины, керосины, дизельные топлива, моторные и трансформаторные масла, а также других жидких диэлектриков в процессе их производства, транспортировки и хранения представляет актуальную задачу.

Параметры диэлектриков, представляющих основные типы ГСМ, анализируются в рамках методов, определяемых специализированными ГОСТами [1, 2 и др.]. Методы проведения анализа для каждого типа ГСМ различны, требуют специализированного дорогостоящего оборудования, трудоемки, энерго- и времязатратны, поэтому они не обеспечивают оперативный анализ ГСМ в полевых условиях и на технологических линиях в процессе их производства.

Для контроля параметров жидких диэлектриков непосредственно в местах их производства, хранения или эксплуатации используются методы экспресс-анализа, позволяющие в реальном времени получать информацию о соответствии или несоответствии контролируемого образца заданному эталону.

Среди различных методов экспресс-анализа [3, 4 и др.] определенный интерес представляет резонаторный метод СВЧ диэлектromетрии, на базе которого был создан экспресс-анализатор октановых чисел неэтилированных автомобильных бензинов [5].

Перспективность развития данного метода обусловлена возможностью исследовать комплексную диэлектрическую проницаемость анализируемых ГСМ, высоким разрешением составляющих комплексной диэлектрической проницаемости, высокой оперативностью и возможностью эксплуатации в потоке.

В работе представлены результаты исследований комплексной диэлектрической проницаемости для нескольких типов жидких ГСМ с помощью резонаторного метода и рассматриваются его использование для экспресс-анализа различных типов жидких ГСМ.

Резонаторный метод СВЧ диэлектromетрии

В наиболее распространенных методах диэлектromетрии для анализа используется информация [3]:

- об изменении частоты генератора, резонансная система которого нагружена исследуемым диэлектриком;
- о поглощении или отражении электромагнитной волны от анализируемого образца диэлектрика, размещенного в волноведущем тракте.

Первый вариант обычно реализуется в диапазоне частот ниже 1 ГГц и применяется для контроля действительной части диэлектрической ε' проницаемости. Второй вариант применяется для контроля параметров сыпучих и жидких диэлектриков с большими величинами ε и реализуется в СВЧ диапазоне волн.

Основной недостаток этих методов заключается в том, что они, например, не позволяют распознавать диэлектрики, у которых практически совпадают величины ε' , но имеются отличия между величинами ε'' . Этот недостаток обусловлен тем, что они не позволяют одновременно исследовать действительную ε' и мнимую ε'' составляющие комплексной диэлектрической проницаемости диэлектрика.

В резонаторном методе СВЧ диэлектromетрии полезная информация заключена в результатах измерения величин резонансной частоты (пропорциональной ε') и добротности резонатора (пропорциональной ε''), нагруженного исследуемым диэлектриком. Результаты

измерений $f(\varepsilon')$ и $Q(\varepsilon'')$ могут быть представлены в виде точки на комплексной плоскости. Положение этой плоскости несет информацию о величине комплексной диэлектрической проницаемости диэлектрика, связанной с интегральным химическим составом исследуемого диэлектрика.

Структурные схемы одно- и двухрезонаторных экспресс-анализаторов приведены на рис. 1, а, б соответственно.

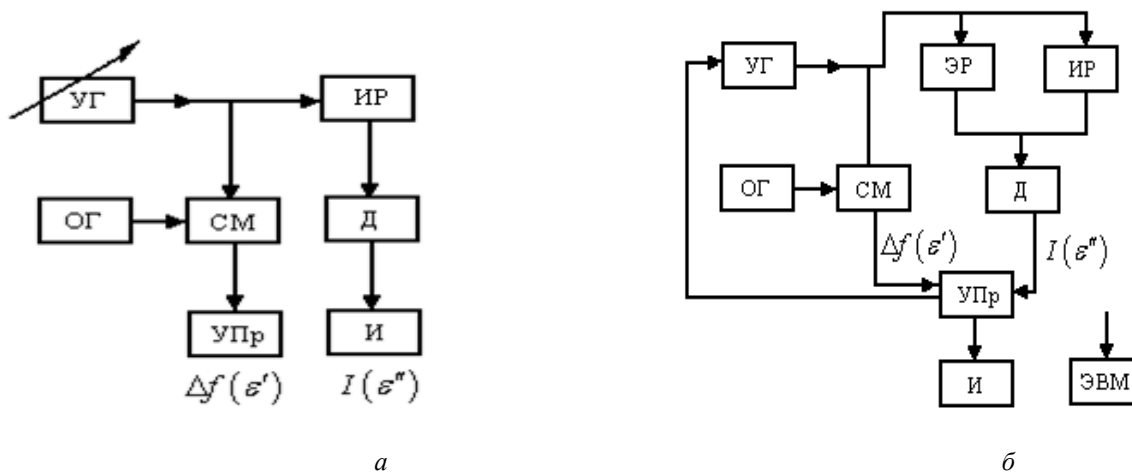


Рис. 1. Структурные схемы экспресс-анализаторов

В состав обоих экспресс-анализаторов (рис. 1) входят управляемый генератор (УГ), опорный генератор (ОГ), измерительный (ИР) резонатор, смеситель (СМ), детектор (Д), управляющий процессор (УПр) и индикатор (И). Экспресс-анализатор (рис.1, а) выполнен в переносном варианте и предназначен для автономной работы в полевых условиях, а экспресс-анализатор (рис. 1, б), имеющий дополнительный эталонный резонатор (ЭР), – в лабораторных условиях как автономно, так и в составе с внешней ЭВМ.

Сущность резонаторного метода (рис. 1) заключается в настройке частоты управляемого генератора (УГ) на резонансную частоту измерительного резонатора (ИР), нагруженного исследуемым диэлектриком, и эталонного резонатора (ЭР), нагруженного эталонным диэлектриком. Так как резонаторы включены “на проход”, то при попадании сигнала УГ в полосу пропускания ЭР или ИР на их выходах появляется сигнал, который детектируется детектором (Д) и регистрируется индикатором (рис. 1, а) или выводится на индикатор после обработки в управляющем процессоре (рис.1, б). При достижении максимального сигнала на выходе детектора, прошедшего через ИР или ЭР, процесс настройки прекращается и регистрируются величины тока детектора $I(\varepsilon'')$ и разностной частоты $\Delta f(\varepsilon') = f_1 - f_0$, пропорциональных ε'' и ε' исследуемого или эталонного диэлектриков соответственно, где f_1 и f_0 – частоты управляемого (ИГ) и опорного (ОГ) генераторов.

В двухрезонаторном варианте (рис. 1, б) данные о $I(\varepsilon'')$ используются для расчета реальной добротности измерительного и эталонного резонаторов. Кроме того, при работе с внешней ЭВМ результаты измерений могут выводиться на комплексную плоскость. В однорезонаторном варианте данные $\Delta f(\varepsilon')$ и $I(\varepsilon'')$ регистрируются и затем представляются на комплексной плоскости для последующего анализа.

Применение практически двух идентичных генераторов УГ и ОГ позволяет обеспечить кратковременную нестабильность разностной частоты $\Delta f(\varepsilon')$ на уровне до 10^{-5} , а использование обязательной калибровки перед каждым измерением – существенно снизить влияние условий проведения анализа.

На этапе изучения возможности использовать экспресс-анализаторы, приведенные на рис. 1, для оперативной оценки параметров жидких ГСМ необходимо получить следующую информацию:

- находятся ли параметры $\Delta f(\varepsilon')$ и $I(\varepsilon'')$ исследуемого типа ГСМ в рабочем диапазоне экспресс-анализатора или выходят за его пределы;
- обеспечивает ли экспресс-анализатор достаточное разрешение по $\Delta f(\varepsilon')$ и $I(\varepsilon'')$ для исследования отличий между различными сортами одного типа ГСМ;
- пересекаются ли на комплексной плоскости области взаимного расположения различных типов ГСМ.

Для обеспечения максимального рабочего диапазона по обеим составляющим комплексной диэлектрической проницаемости исследования были проведены с помощью однорезонаторного экспресс-анализатора (рис. 1, а). В процессе измерений контролировались разностная частота $\Delta f(\varepsilon')$ и величина тока $I(\varepsilon'')$, прошедшего через измерительный резонатор, пропорциональные соответственно действительной и мнимой составляющим комплексной диэлектрической проницаемости исследуемого образца ГСМ.

Результаты предварительных исследований параметров некоторых типов ГСМ

Бензины. На рис.2 представлены результаты исследований $\Delta f(\varepsilon')$ и $I(\varepsilon'')$ для бензинов, где по оси ординат отложены величины тока $I(\varepsilon'')$ в мкА, а по оси абсцисс – разностной частоты $\Delta f(\varepsilon')$ в МГц. Точки 1, 2 и 3 соответствуют образцам с октановыми числами 92,7; 92,1 и 91,9 октановых единиц (о.е.) по исследовательскому методу; точки 4 и 5 относятся к прямогонным бензинам с октановым числом 65,5 и 68 о.е. по моторному методу.

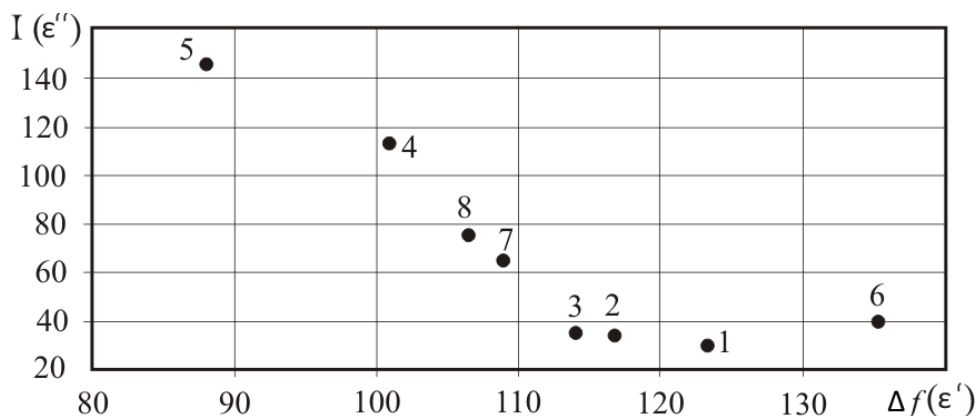


Рис. 2. Результаты исследований бензинов

Расположение точек 1 – 3 на комплексной плоскости свидетельствует, что увеличение октанового числа для высокооктановых бензинов приводит к возрастанию разностной частоты $\Delta f(\varepsilon')$ и уменьшению $I(\varepsilon'')$. Для прямогонных бензинов наблюдается обратная ситуация, что, вероятнее всего, связано с наличием в их составе воды, диэлектрическая проницаемость которой существенно превышает ее величину у бензинов. Это потребовало применения различных калибровок у экспресс-анализаторов, предназначенных для измерения октановых чисел прямогонных и высокооктановых бензинов [5]. Данные на рис. 2 свидетельствуют, что на комплексной плоскости области размещения прямогонных низкооктановых и высокооктановых бензинов не перекрываются, что позволяет применить метод СВЧ диэлектротометрии для их раздельного анализа.

Точка 6 на рис. 2 соответствует образцу бензина АИ-95, точка 7 – также образцу бензину АИ-95, но другого производителя, а точка 8 – бензину АИ-92. Образцы 6, 7 и 8, в отличие от образцов 1 – 3 (произведенных из газового конденсата), произведены из нефти.

Так как плотность “нефтяных” бензинов выше плотности бензинов из газового конденсата, то при одинаковом октановом числе они имеют большую величину диэлектрической проницаемости. Поэтому на комплексной плоскости бензины с одинаковым октановым числом, но произведенные из различного исходного сырья, будут располагаться в близких, но разнесенных областях. Близкое расположение точек 7 (АИ-95) и 8 (АИ-92) на комплексной плоскости позволяет предположить, что у образца 7 октановое число “95”, по-видимому, обеспечено за счет антидетонационной добавки в исходный бензин, близкий по параметрам к АИ-92. Данное предположение обусловлено тем, что комплексная диэлектрическая проницаемость практически не чувствительна к антидетонационным добавкам, поэтому экспресс-анализатор регистрирует исходный бензин.

Керосины авиационные. На рис. 3 представлены результаты измерений $\Delta f(\varepsilon')$ и $I(\varepsilon'')$ для нескольких типов авиационных керосинов. Точка 1 на рис.3 соответствует керосину марки РТ, точка 2 – марки РТ+КМ, точка 3 – Jet А-1, точка 4 – образцу, которому более 20 лет. В отличие от бензинов, основным требованием к авиационным керосинам является стабильность вспышки. Поэтому в их составе минимизируется присутствие высокооктановых ароматических углеводородов.

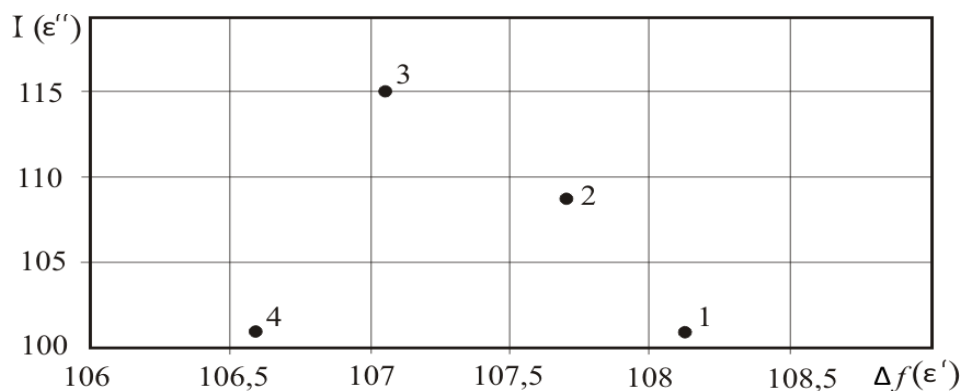


Рис. 3. Результаты исследований керосинов

С точки зрения диэлектрической проницаемости, авиационные керосины должны иметь минимальные величины ε' и максимальные ε'' . Поэтому из трех образцов современных керосинов наиболее предпочтительным является образец № 3, а наименее – № 1. Как следует из данных, представленных на рис. 3, дополнительная обработка исходного типа керосина (образец № 1) до типа образца № 2 действительно обеспечивает снижение его действительной части ε' и возрастание мнимой части ε'' , что, в итоге, позволяет повысить параметры авиационного топлива. Точка № 4 на комплексной плоскости расположена несколько в стороне от точек 1 – 3, что может быть вызвано превышением допускаемого срока хранения.

Дизельное топливо. На рис. 4 представлены результаты измерений для трех типов дизельного топлива. Точка 1 на рис. 4 соответствует летнему дизтопливу марки NANO, точка 2 – летнему марки EXTRA, а точка 3 – зимнему. Основными характеристиками дизельного топлива являются цетановое число, стабильность температуры вспышки и температура замерзания, которые определяются его химическим составом. Типовой состав дизтоплива включает парафиновые, нафтеновые и ароматические углеводороды, а также сернистые соединения и воду, количество которых строго регламентируется. Зимнее дизтопливо обычно получают путем специальных добавок в летнее.

Данные на рис. 4 показывают, что резонаторный метод позволяет различать три типа дизтоплива, однако для анализа их взаимного размещения на комплексной плоскости необходима, по крайней мере, информация об их химическом составе, цетановом числе и др.

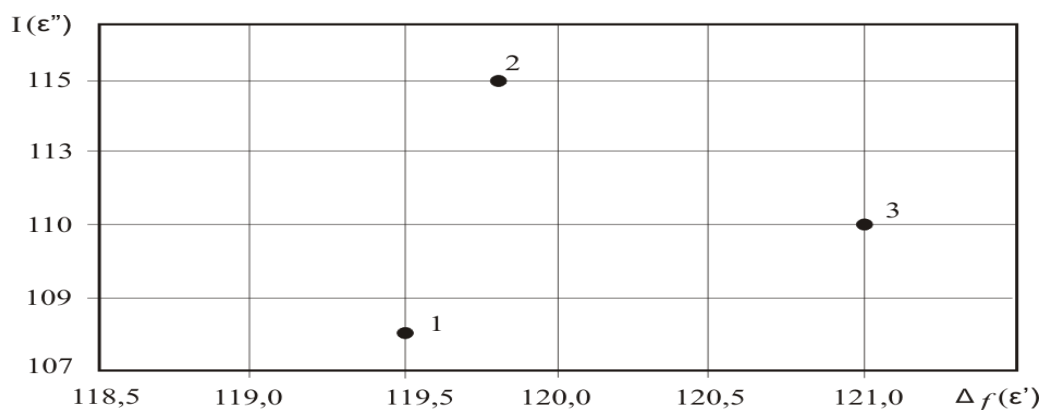


Рис. 4. Результаты исследований дизельных топлив

Масла. На рис. 5 приведены результаты измерений для чистых масел типов Д-16 (точка 1) и RENEF C6468 (точка 2), а также отработанного масла Д-16 (точка 3).

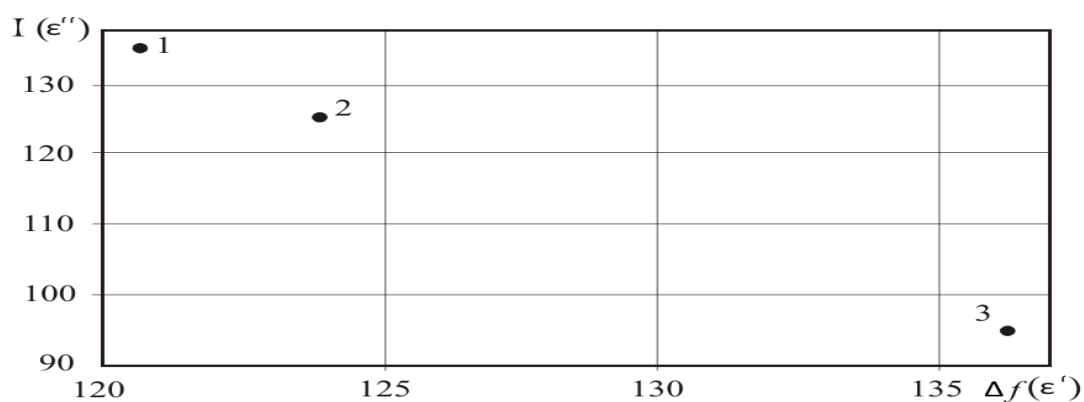


Рис. 5. Результаты исследований масел

Данные на рис.5, как и проводившиеся ранее исследования с моторными маслами, свидетельствуют, что экспресс-анализаторы (см. рис. 1) позволяют различать масла различных типов, а также перспективны для анализа степени их загрязнения в процессе эксплуатации.

Спирты. В настоящее время большое внимание уделяется производству высокооктановых бензинов на основе низкооктанового сырья и технических спиртов. Для решения этой задачи, помимо контроля низкооктанового сырья, необходим и контроль спиртов. Диэлектрическая проницаемость спиртов почти в два раза выше, чем у бензинов, поэтому для использования экспресс-анализатора (см. рис.1, б) потребовалось уменьшить объем исследуемого образца, вводимого в резонатор.

На рис. 6 приведены результаты для образцов спирта, выпускаемых одним из заводов изготовителей (образцы 1 – 6). Образцы 7 и 8 на рис.6 были произведены на других заводах.

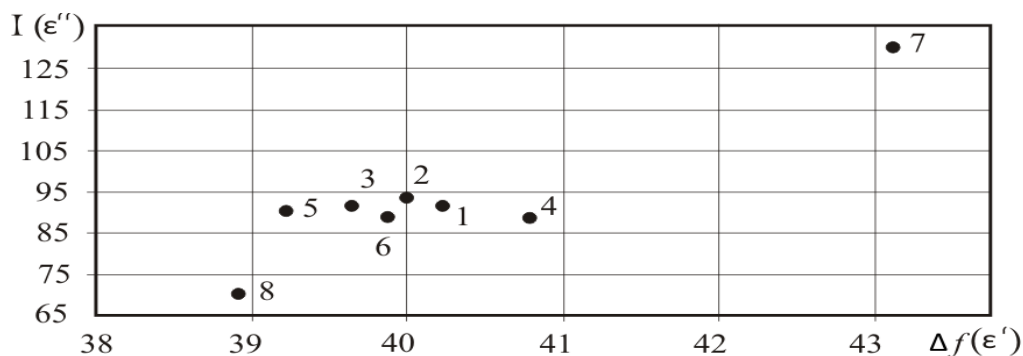


Рис. 6. Результаты исследований спиртов

Данные на рис. 6 показывают, что образцы (1 – 6), крепость спирта в которых находилась в пределах от 96 до 97 процентов, могли однозначно идентифицироваться в первую очередь по данным измерения $\Delta f(\epsilon')$. В связи с тем, что диэлектрическая проницаемость воды существенно выше диэлектрической проницаемости спирта, то возрастанию процентной крепости спирта должно соответствовать уменьшение $\Delta f(\epsilon')$. Поэтому наибольшей крепостью спирта обладал образец 5, а наименьшей – 4, что было подтверждено данными непосредственных измерений. Образцы 7 и 8 других заводов обладали существенно отличающимися величинами $\Delta f(\epsilon')$ и $I(\epsilon'')$ (см. рис. 6). Данные отличия могли быть вызваны различными причинами, включая отличия технологии их производства, сроками и условиями хранения.

Результаты предварительных исследований показали, что резонаторный метод СВЧ диэлектromетрии может использоваться для экспресс-анализа прямогонных и высокооктановых бензинов, авиационных керосинов, дизельного топлива, различных сортов масел. На рис. 7 показаны области, в которых расположены перечисленные типы ГСМ на комплексной плоскости.

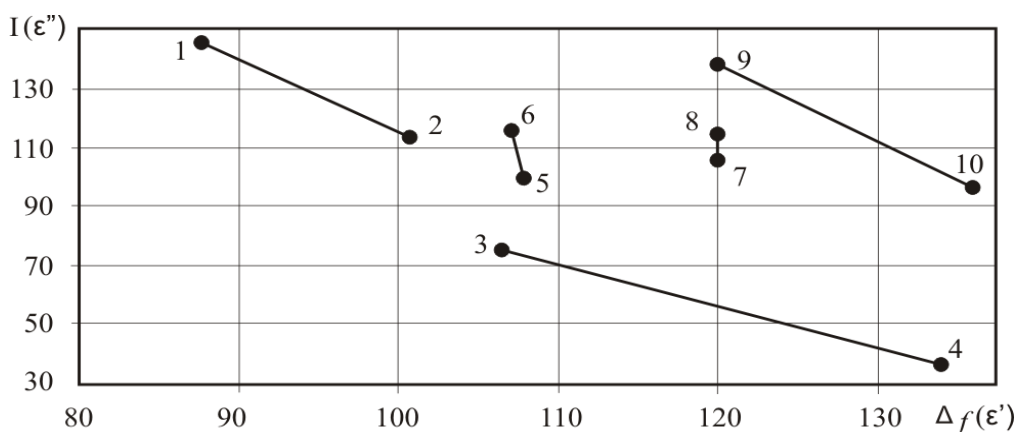


Рис. 7. Результаты предварительных исследований

Область, ограниченная точками 1 и 2 на рис. 7, соответствует прямогонным бензинам. Область, ограниченная точками 3 и 4 – высокооктановым бензинам, области 5 и 6 – керосинам, области 7 и 8 – дизельным топливам, области 9 и 10 – маслам. Данные на рис. 7 свидетельствуют, что на комплексной плоскости области перечисленных ГСМ не перекрываются.

Погрешности измерения $\Delta f(\epsilon')$ и $I(\epsilon'')$ в процессе исследований, проведенных с помощью однорезонаторного диэлектromетра (рис. 1, а), не превышали ± 10 кГц (10^{-4}) и ± 2 мкА (10^{-2}) соответственно. Это обеспечивает перспективность использования резонаторного метода для анализа ГСМ с близкими параметрами (у керосинов, дизельного топлива и масел), а также наличия примесей в составе ГСМ.

Выводы

Исследования возможностей резонаторного метода СВЧ диэлектromетрии для экспресс-анализа параметров жидких ГСМ показывают, что:

- метод представляется перспективным для экспресс-анализа параметров бензинов, дизельных топлив, керосинов и масел;
- СВЧ диэлектromетр (см. рис. 1) обладает достаточным разрешением для исследования ГСМ с близкими величинами диэлектрической проницаемости, что имеет место у дизельного топлива, керосинов и масел.

Для использования диэлектromетра в режиме экспресс-анализатора соответствующих ГОСТу параметров ГСМ необходима его предварительная калибровка на базе результатов

комплексных синхронных исследований диэлектрической проницаемости ГСМ и его параметров, контролируемых ГОСТ.

Список литературы:

1. ДСТУ 8736:2017. Топливо для двигателей. Моторный метод определения октанового числа.
2. ДСТУ 7687:2015. Бензины автомобильные Евро.
3. Шестопалов В.П., Яцук К.П. Методы измерения диэлектрических проницаемостей вещества на сверхвысоких частотах // Успехи физических наук. 1961. Т.LXXIV, вып.4. С.721-755.
4. Диденко Ю.В., Молчанов В.И., Пашков В.М., Татарчук Д.Д., Шмыгин Д.А. СВЧ методы измерения параметров диэлектрических материалов на основе составного диэлектрического резонатора // Electron Comm. 2014. Vol. 19, № 6(83). С.14-20.
5. Жуков Б.В. СВЧ диэлектрометр для экспресс-анализа октановых чисел автомобильных топлив // Датчики и системы. 2008. № 11. С.15-17.

*Институт радиофизики
и электроники НАН Украины*

Поступила в редколлегию 09.02.2019