



Lab Report XRF I 57

S2 POLAR

- ASTM D4294: Phân tích nhanh chóng và đáng tin cậy hàm lượng lưu huỳnh trong dầu mỏ và sản phẩm dầu mỏ

Giới thiệu

Huỳnh quang tia X (XRF) là phương pháp hoàn hảo để phân tích nhanh chóng và tin cậy hàm lượng lưu huỳnh trong dầu mỏ và các sản phẩm dầu mỏ. So với kỹ thuật quang phổ khác như hấp thụ nguyên tử (AAS) hoặc plasma cảm ứng (ICP), việc chuẩn bị mẫu dễ dàng và đơn giản hơn. Ngoài ra, XRF không cần hiệu chuẩn lại hằng ngày và không sử dụng lượng lớn khí dễ cháy hoặc khí Argon plasma, dẫn đến chi phí mỗi mẫu XRF thấp hơn nhiều

Phép phân tích lưu huỳnh trong dầu mỏ và các sản phẩm dầu mỏ thường được mô tả bằng các tiêu chuẩn quốc tế. Một tiêu chuẩn phổ biến và được chấp nhận rộng rãi là ASTM D4294, bao gồm việc xác định hàm lượng S trong phạm vi nồng độ từ 16 ppm đến 5% S trong nhiên liệu ô tô, dầu diesel sinh học, nhiên liệu máy bay phản lực, dầu thô và sản phẩm dầu mỏ tương tự. Máy phân tích huỳnh quang tia X tán xạ năng lượng (EDXRF) để bàn S2 POLAR đáp ứng các yêu cầu của cả ba phạm vi nồng độ ASTM D4294-16 trong phiên bản sửa đổi mới nhất, và do đó hoàn toàn tuân thủ tiêu chuẩn này

Thiết bị

Máy EDXRF S2 POLAR (Hình 1) với hệ thống chiếu tia phân cực HighSense™ được tối ưu hóa cho các ứng dụng hóa dầu. Điều này mang lại tỷ lệ tín hiệu trên nền tuyệt vời, đặc biệt đối với các nguyên tố như lưu huỳnh, và giới hạn phát hiện vượt trội trong phạm vi dưới ppm đối với dầu diesel và xăng.

Thiết bị được trang bị ống tia X Pd và đầu dò Silicon HighSense ULS. Với kích thước nhỏ gọn đặt trên bàn, thiết kế nhỏ gọn này lý tưởng cho việc phân tích tiết kiệm không gian phòng thí nghiệm hoặc kiểm soát quy trình tại chỗ trong các nhà máy lọc dầu, kho chứa dầu và các kho dầu.

Giao diện TouchControl™ đa ngôn ngữ dễ sử dụng kết hợp với các gói ứng dụng được hiệu chuẩn tại nhà máy theo tiêu chuẩn ASTM D4294 cung cấp giải pháp "Một nút bấm" sẵn sàng phân tích (Hình 2). Điều này cho phép người dùng chỉ cần đào tạo tối thiểu để chạy mẫu thông thường



Hình 1: Máy EDXRF S2 POLAR để bàn nhỏ gọn



Hình 2: Dễ dàng và đơn giản sử dụng với phương pháp One-Button TouchControl™ được hiệu chuẩn sẵn tại nhà máy. Tiêu chuẩn bao gồm ba phạm vi nồng độ thấp (thấp, trung bình, cao), tất cả đều được điều khiển bằng một nút duy nhất "ASTM D4294 All"

Chuẩn bị

Bộ phụ kiện chuẩn bị mẫu dầu (K410C215) chứa các bộ phận cần thiết để chuẩn bị cốc chứa mẫu. Bộ dụng cụ này bao gồm cốc đựng mẫu có đường kính ngoài 40 mm, cốc SampleCare có đường kính 51 mm, và màng Prolene dày 4 µm. Dụng cụ chuẩn bị cốc đựng mẫu được cấp kèm theo S2 POLAR rất hữu ích cho chuẩn bị cốc đựng mẫu một cách tối ưu và hiệu quả. Nhờ sử dụng cốc đựng mẫu tiêu chuẩn, chi phí mỗi mẫu thấp. Để chuẩn bị mẫu, chỉ cần 7g mẫu nhiên liệu và cốc đựng mẫu và đặt vào cốc SampleCare lớn hơn để đo. Bản thân cốc SampleCare cũng được chuẩn bị với màng Prolene dày 4 µm (Hình 3)



Hình 3: Cốc chứa mẫu lỏng (Ø 40 mm) bên trái và cốc SampleCare rộng hơn (Ø 51 mm) bên phải

Phép đo

Nhờ quy trình chuẩn bị mẫu đơn giản và dễ thực hiện, kết quả phân tích có thể được đo trong vòng vài phút sau khi lấy mẫu. Bảng 1 trình bày chi tiết các thông số phép đo

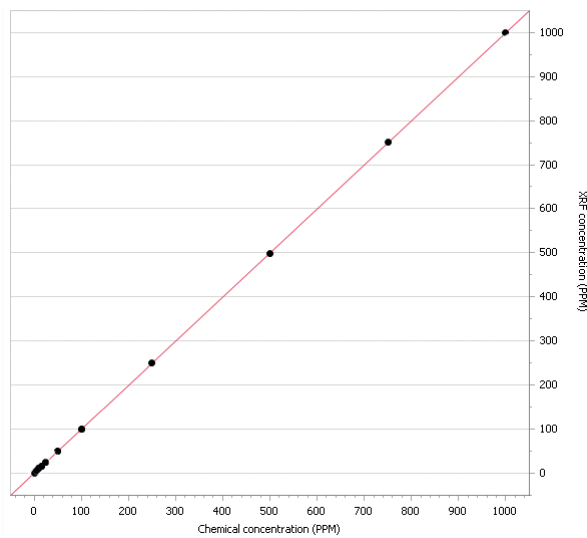
Bảng 1: Thông số phép đo

Nguyên tố	Vôn thế [kV]	Dòng ống [mA]	Thời gian phép đo [s]
S	25	1.7	300

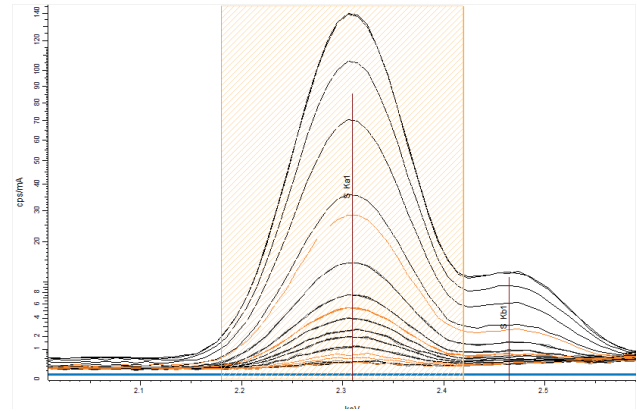
Để thu được kết quả phân tích tốt nhất với nồng độ lưu huỳnh thấp như vậy, các phép đo đã được thực hiện ở chế độ "Heli (giảm áp suất)". Theo quy định, các mẫu có nồng độ dưới 100 ppm S được đo lặp lại hai lần. Tất cả các phép đo đều được thực hiện với cốc SampleCare

Hiệu chuẩn

Tiêu chuẩn ASTM D4294 mô tả ba dải nồng độ, bắt đầu từ 0 – 1000 ppm S, 0.1 – 1.0% S và 1 – 5% S. Bộ dung dịch Bruker Ready-to-Analyze theo ASTM 4294 MO là một gói ứng dụng được hiệu chuẩn tại nhà máy và bao gồm tổng cộng 23 mẫu chuẩn lưu huỳnh đã được kiểm định dựa trên nền dầu khoáng. Với tùy chọn "Chuyển đổi đường dây tự động" của phần mềm S2 POLAR SPECTRA.ELEMENTS, thiết bị có khả năng bao phủ toàn bộ phạm vi hiệu chuẩn ASTM D4294 từ 0 đến 5% S trong 1 lần hiệu chuẩn. Tùy thuộc vào dải nồng độ, thiết bị sẽ tự động chọn đường cong hiệu chuẩn cho dải hiệu chuẩn phù hợp nhất. Đường cong hiệu chuẩn cho dải nồng độ thấp hơn được hiển thị trong Hình 4, và các tín hiệu lưu huỳnh chồng lên nhau trong dải hiệu chuẩn này được hiển thị trong Hình 5



Hình 4: Đường cong hiệu chuẩn cho lưu huỳnh trong dầu khoáng ở dải nồng độ thấp hơn từ 0 đến 1000 ppm S



Hình 5: Tín hiệu lưu huỳnh chồng lên nhau trong dầu khoáng ở nồng độ từ 0 đến 1000 ppm S. Phạm vi tích phân được hiển thị bằng màu cam

Để dễ sử dụng, dung dịch ASTM D4294 MO cũng chứa mẫu trắng QC cần thiết, bốn mẫu QC ở các nồng độ khác nhau cũng như các mẫu hiệu chuẩn độ trôi (DC). Không cần thiết lập phương pháp phức tạp và thiết bị sẵn sàng ngay lập tức cho các phép đo thường quy.

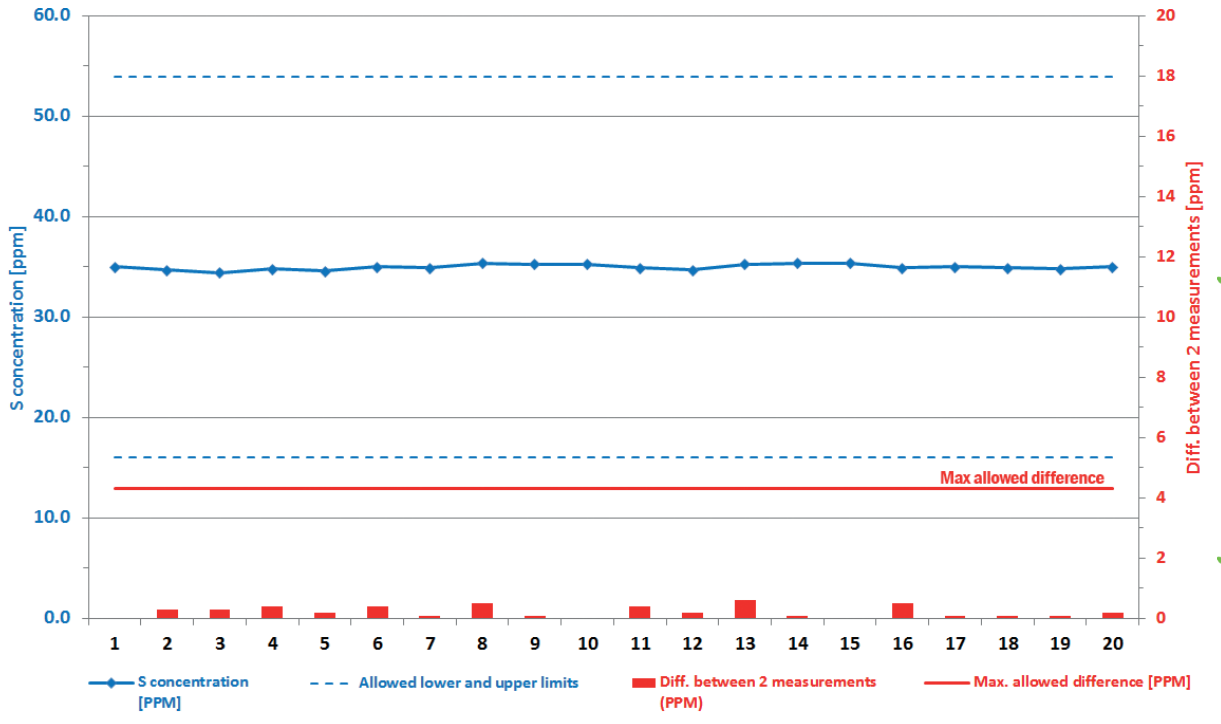
Kết quả

S2 POLAR thể hiện khả năng tái lập kết quả tuyệt vời với các phép đo trong thời gian dài. Bảng 2 hiển thị dữ liệu của 10 phép đo khác nhau trên cùng một mẫu QC trong vòng 2 tuần và xác nhận hiệu suất phân tích xuất sắc của máy S2 POLAR

Bảng 2: Khả năng tái lập của mẫu QC với 35 ppm S

# Phép đo	Thời gian	S [ppm]
1	07.02.2018, 14:26	35.2
2	08.02.2018, 11:37	34.6
3	09.02.2018, 13:23	34.8
4	12.02.2018, 17:42	35.2
5	13.02.2018, 13:18	35.2
6	14.02.2018, 16:32	34.7
7	15.02.2018, 17:06	35.4
8	16.02.2018, 15:23	35.3
9	19.02.2018, 18:12	35.1
10	20.02.2018, 11:39	35.7
Mean		35.1
Abs. Std. Dev.		0.35
Rel. Std. Dev. [%]		0.99

Hình 5 mô tả độ lặp lại của mẫu S 35 ppm trong 20 lần đo (đường màu xanh). Các thanh màu đỏ ở dưới cho thấy sự khác biệt giữa các lần đo liên tiếp đều nhỏ hơn 1 ppm. Sự khác biệt tối đa cho phép là 4.3 ppm S, dễ dàng đạt được với S2 POLAR



Hình 5: Độ tái lập của 20 phép đo mẫu dầu khoáng, theo tiêu chuẩn ASTM D4294

Kết luận

Với đường dẫn tia HighSense được tối ưu hóa, máy S2 POLAR cho phép giám sát nhanh chóng và đáng tin cậy hàm lượng lưu huỳnh trong nhiên liệu ô tô, dầu diesel sinh học, nhiên liệu máy bay phản lực, dầu thô và các sản phẩm dầu mỏ tương tự. Thiết bị hoàn toàn tuân thủ tiêu chuẩn quốc tế ASTM D4294-16 về tất cả dải nồng độ. Với phương pháp TouchControl "Một nút bấm" được hiệu chuẩn sẵn tại nhà máy và quy trình chuẩn bị mẫu đơn giản, các phép đo thường quy trở nên dễ dàng và thuận tiện. Chức năng SampleCare ngăn rò rỉ mẫu lỏng và bảo vệ bộ phận quan trọng của hệ thống. Điều này đảm bảo tối đa khả năng hoạt động của thiết bị. Thiết bị nhỏ gọn này phù hợp cho kiểm soát quy trình tại chỗ trong các nhà máy lọc dầu hoặc phòng thí nghiệm, cũng như để giám sát chuỗi cung ứng hạ nguồn đường ống, kho chứa dầu và trạm xăng.

Bruker AXS GmbH
info.baxs@bruker.com

www.bruker.com

Worldwide offices
bruker.com/baxs-offices



Online information
bruker.com/s2polar

