

Измеритель содержания воды в нефти и нефтепродуктах на основе инфракрасных оптоэлектронных пар светодиод—фотодиод

© М.В. Богданович,¹ Д.М. Кабанов,² Е.В. Лебедок,^{2,¶} П.В. Шпак,¹ А.Г. Рябцев,¹ Г.И. Рябцев,¹ М.А. Щемелев,¹ И.А. Андреев,³ Е.В. Куницына,³ Э.В. Иванов,³ Ю.П. Яковлев³

¹ Институт физики НАН Беларуси,
220072 Минск, Беларусь

² ГНПО „Оптика, оптоэлектроника и лазерная техника“,
220072 Минск, Беларусь

³ Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе Российской академии наук,
194021 Санкт-Петербург, Россия

¶ e-mail: y.lebiadok@ifanbel.bas-net.by

(Поступило в Редакцию 4 марта 2016 г. В окончательной редакции 26 мая 2016 г.)

Показана возможность использования светодиодов, максимумы спектров излучения которых приходится на длины волн 1,7, 1,9 и 2,2 мкм, для определения концентрации воды в нефти и нефтепродуктах (бензин, керосин, дизельное топливо). Установлено, что для снижения погрешности измерений необходимо стабилизировать температуру светодиодов с точностью 0,5–1 °С, использовать кювету с прокачкой через нее постоянно перемешиваемой анализируемой пробы, а также подбирать частоту следования импульсов излучения светодиодов в соответствии с необходимым временем усреднения. Разработан измеритель содержания воды в нефти и нефтепродуктах на основе инфракрасных оптопар светодиод—фотодиод, осуществляющий непрерывный контроль содержания воды с точностью не хуже 1,5%.

DOI: 10.21883/JTF.2017.02.44146.1791

Введение

В работе [1] впервые была продемонстрирована возможность применения оптоэлектронной пары „светодиодная матрица—широкополосный фотодиод“ среднего инфракрасного (ИК) диапазона (1,6–2,4 мкм) для экспресс-анализа водонефтяной эмульсии. На основе оригинальной методики разработан и создан портативный оптический анализатор, позволяющий измерять концентрацию воды в водонефтяной смеси в диапазоне от 0 до 80%.

Однако разработанный в [1] анализатор обладал рядом ограничений с точки зрения условий его практического применения. В частности, одним из существенных недостатков конструкции анализатора является образование капель воды в пробе в тонкой кювете. Это приводит к зависимости измерений от положения светодиодов или количества капель в плоскости кюветы, что заметно снижает достоверность измерений. Кроме того, в [1] не достаточно полно изучено влияние температуры на параметры работы светодиодов, и, как следствие, точность измерений при изменении внешних условий.

Настоящая работа посвящена изучению характеристик светодиодов среднего ИК диапазона спектра, входящих в состав оптоэлектронных пар, с целью повышения точности и временной стабильности выполняемых с их помощью оптических измерений. Большое внимание уделено физическому методу обеспечивающему формирование водонефтяной эмульсии с минимальным количеством капель воды, что значительно повышает точность измерений и позволяет применять анализатор для проточных систем в режиме реального времени.

измерений. В настоящей работе исследуются физические принципы расширения сферы применения анализатора на измерение концентрации воды в нефтепродуктах (бензин, керосин, дизельное топливо).

Характеристики светодиодов

В соответствии с оптическим методом [1] для анализа содержания воды в нефти и нефтепродуктах в настоящей работе нами были выбраны три светодиода LED 17, LED 19 и LED 22 на основе гетероструктур в системе

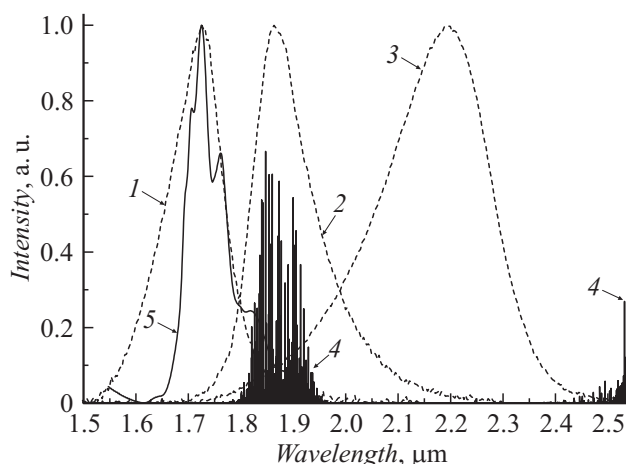


Рис. 1. Спектры излучения светодиодов LED 17 (1), LED 19 (2), LED 22 (3), спектры поглощения воды [2] (4) и нефти марки Urals, поступающей из России на Мозырский НПЗ (5), при температуре 20 °С.

GaSb–InAs (разработка ФТИ им. А.Ф. Иоффе РАН и ООО АИБИ), максимумы спектров излучения которых приходятся на длины волн 1,7, 1,9 и 2,2 μm соответственно. Как следует из рис. 1 и 2, данный набор светодиодов позволяет независимо контролировать вариации интенсивности светового пучка, прошедшего через измерительную кювету, которые обусловлены преимущественным поглощением излучения нефтью/нефтепродуктами (LED 17) или водой (LED 19). Светодиод LED 22 предназначен для детектирования фонового поглощения.

Результаты измерений спектров поглощения базовых типов топлива (бензин А-92, дизельное топливо, керосин), поставляемого на заправочные станции Республики Беларусь (рис. 2), позволяют заключить, что предложенный в [1] оптический метод определения содержания воды в нефти может быть распространен на более широкий класс нефтепродуктов. Важно отметить, что бензин, дизельное топливо и керосин достаточно отчетливо различаются по спектрам поглощения в ультрафиолетовой области спектра (см. вставку на рис. 2). Таким образом, для идентификации вида нефтепродуктов с учетом требований низкого энергопотребления и компактности можно использовать светодиоды, излучающие в спектральном интервале 240–260 nm в сочетании с узкополосными фильтрами.

Чтобы оценить количественно степень влияния температуры окружающей среды T на точность измерений, выполняемых с помощью оптоэлектронной пары „светодиодная матрица–широкополосный фотодиод“, в рабочем интервале значений T от +10 до +40°C исследовались спектры излучения светодиодов LED 17, LED 19 и LED 22. Как видно из рис. 3, спектры электролюминесценции светодиодов представляют собой достаточно гладкие кривые как при $T = 20^\circ\text{C}$, так и при $T = 40^\circ\text{C}$. Увеличение температуры окру-

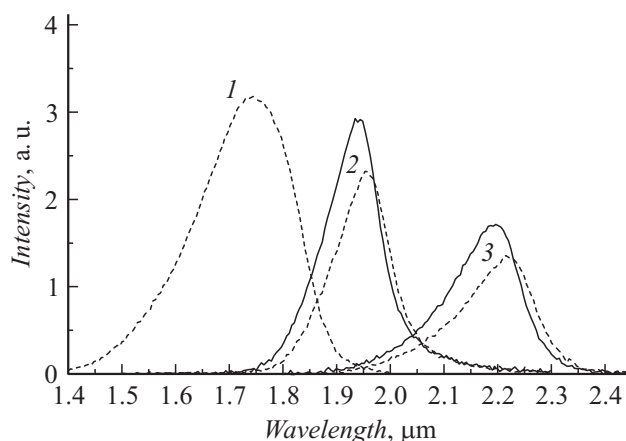


Рис. 3. Спектры излучения светодиодов LED 17 (1), LED 19 (2), LED 22 (3) при температуре 20°C (сплошная) и 40°C (штриховая линия).

жающей среды сопровождается сдвигами максимумов спектров излучения светодиодов в область больших длин волн со скоростями 0,3 (LED 17), 0,7 (LED 19) и 1,2 (LED 22) nm/K. При этом не наблюдается значительного уширения спектральных полос — ширины спектров излучения светодиодов на полувысоте при температурах 20 и 40°C отличаются менее чем на 10%. Интегральная по спектру мощность излучения светодиодов LED 17, LED 19 и LED 22 с ростом T от +20 до +40°C падает на 16, 19 и 20% соответственно.

Полученные экспериментальные данные позволяют заключить, что для обеспечения высокой точности (на уровне 1,5%) и надежности измерений, выполняемых с помощью светодиодов LED 17, LED 19 и LED 22, необходимо стабилизировать их рабочую температуру с точностью 0,5–1°C. Следует отметить, что термостабилизация светодиодов важна в большей степени для обеспечения постоянства мощности излучения в процессе измерений, а не для эффективного перекрытия спектральных полос излучения светодиода и поглощения анализируемой среды.

Методы повышения достоверности данных измерителя содержания воды в нефти и нефтепродуктах

Базовый принцип работы измерителя содержания воды в нефти и нефтепродуктах, заявленного в [1], основывается на анализе амплитуд оптических сигналов от нескольких источников излучения, ослабленных после прохождения кюветы со смесью вода–нефть или вода–нефтепродукт. В данном подходе светодиод LED 22 используется в схеме учета общего поглощения исследуемой среды, включая рассеяние излучения на границах раздела плохо смешиваемых малоразмерных фаз „вода–нефть“.

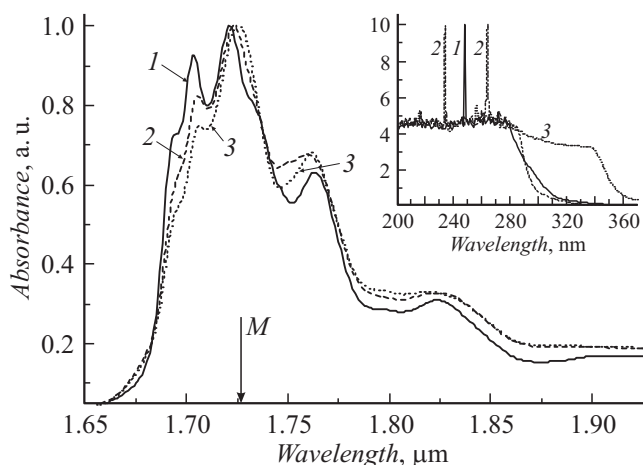


Рис. 2. Спектры поглощения бензина (1), керосина (2) и дизельного топлива (3) в средней ИК-области спектра. Буквой M обозначено положение максимума спектра поглощения нефти. На вставке представлены спектры поглощения бензина (1), керосина (2) и дизельного топлива (3) в области длин волн 0,20–0,36 μm .



Рис. 4. Измеритель содержания воды в нефти и нефтепродуктах. 1 и 2 — входной и выходной шланги для подачи анализируемой смеси в кювету прибора, 3 — кабель питания, 4 — порт microUSB для программирования прибора.

Для предотвращения образования рассеивающих капель воды различного размера в анализируемой пробе авторами [1] была применена тонкая кювета (толщина измеряемого слоя среды 0.1–0.5 mm). Однако, как установлено нами, при относительно больших концентрациях воды (свыше 10%) капли образуются и в тонкой кювете. Такого рода пространственная неоднородность измеряемого слоя ведет к уменьшению степени достоверности результатов измерений.

Результаты выполненных нами исследований показали, что однородность анализируемой пробы в измерителе содержания воды в нефти и нефтепродуктах можно значительно повысить, если перед измерительной кюветой установить систему предварительного перемешивания смеси нефти или нефтепродукта с водой, а саму смесь подавать в кювету проточным способом [3]. Кювета в данном варианте измерений может быть выполнена в виде двух плоскопараллельных пластин из кварцевого стекла, разнесенными друг от друга на расстояние порядка 1 mm (при толщине пластины 2 mm). Минимальный необходимый объем исследуемой смеси составляет 30–50 ml. Такая измерительная схема позволяет получать надежные данные при больших концентрациях воды, появляется возможность использования кюветы с большим расстоянием между плоскопараллельными пластинами. В результате технология изготовления кюветы становится более простой, повышается точность и достоверность измерений по сравнению с вариантом конструкции прибора, представленным в [1]. При интегрировании измерителя в систему нефте- или топливопровода необходимо использовать систему понижения давления. При этом в соответствии с техническими характеристиками конкретного нефтепровода (системы понижения давления) следует выбирать соот-

ветствующее время усреднения для накопления выборки измерений, обеспечивающей необходимые точность и достоверность.

Частота следования импульсов излучения светодиодов задавалась равной 500 Hz, что обеспечивает необходимый объем выборки при времени усреднения 1–10 s, достаточном для обеспечения достоверности и точности (не хуже 1.5%) измерений при использовании системы прокачки [3]. При этом длительность импульсов излучения составляет 10 μ s. Светодиоды включаются попеременно и синхронизировано с фотоприемником для предотвращения перекрытия сигналов и снижения влияния шумов. Ток питания, подаваемый на каждый светодиод, выбирается на основе следующих трех критериев: 1) обеспечение мощности излучения светодиодов, достаточной для устойчивой регистрации сигнала; 2) максимум длины волны излучения светодиодов должен лежать в соответствующей области поглощения среды; 3) не следует использовать предельную величину тока, поскольку это способствует снижению ресурса работы и повышению энергопотребления прибора.

Для используемых в работе светодиодов всем трем критериям соответствует величина тока питания 2 A. Отметим, что экспериментально измеренное смещение длины волны максимума излучения для светодиодов составляет 14 (LED 17), 16 (LED 19) и 19 nm/A (LED 22). Напряжение питания прибора — 9 V постоянного тока, что делает возможным использование аккумуляторов в качестве источников питания.

Измерения концентрации воды в нефти или нефтепродукте проводятся на основании заранее построенных калибровочных кривых. Прибор допускает программирование управления, калибровки и параметров измерения (время усреднения сигналов, частота импульсов) от компьютера посредством порта microUSB (рис. 4). Габаритные размеры созданного прибора с размещенной в нем кюветой не превышают 55 × 70 × 145 mm.

Заключение

На основе проведенных спектральных исследований показана возможность использования светодиодов LED 17, LED 19 и LED 22 для определения концентрации воды в нефти и в нефтепродуктах (бензине, керосине, дизельном топливе).

Установлено, что для снижения погрешности измерений необходимо термостабилизировать светодиоды с точностью 0.5–1°C, а также использовать кювету с прокачкой через нее постоянно перемешиваемой анализируемой пробы.

Настоящая работа частично поддержана договором № 1-Прамень/2011 от 22.11.2011 г. между Институтом физики НАН Беларуси и Национальной академией наук Беларуси.

Список литературы

- [1] *Калинина К.В., Молчанов С.С., Стоянов Н.Д., Астахова А.П., Салихов Х.М., Яковлев Ю.П.* // ЖТФ. 2010. Т. 80. Вып. 2. С. 99–104.
- [2] *Rothman L.S. et al.* // J. Quant. Spectr. Rad. Trans. 2009. Vol. 110. P. 533–572.
- [3] Устройство для определения содержания воды в нефти или нефтепродуктах / Безъязычная Т.В., Богданович М.В., Григорьев А.В., Кабанов В.В., Кабанов Д.М., Лебедев Е.В., Лепченков К.В., Рябцев А.Г., Рябцев Г.И., Тепляшин Л.Л., Титовец В.С., Шпак П.В., Щемелев М.А. Патент РФ № 148069, опубликован 27.11.2014 г.