



Определение содержания водорода в топливах методом ядерной магнитно-резонансной спектроскопии низкого разрешения (стандарт ASTM D7171-05)

1. Введение

Содержание водорода представляет собой самый важный параметр качества авиационных топлив, коррелирующий со многими техническими характеристиками этого продукта. Свойства сгорания топлива связаны прежде всего с общим содержанием водорода. Неоптимальное содержание водорода в топливе приводит к образованию нагара, повышенному количеству выхлопных газов и дыма, а также увеличению тепловыделения, что может привести к разрушению камеры сгорания.

Метод импульсного ядерного магнитной резонанса (ЯМР) является наиболее простым и точным методом определения данной характеристики.

Преимущества метода ЯМР:

- Очень простая и быстрая пробоподготовка;
- Высокая точность и воспроизводимость;
- Отсутствие частых калибровок;
- Неразрушающий анализ позволяет проводить повторные измерения;
- Небольшое время измерения.

2. Сущность метода

После возбуждения образца мощным 90° радиочастотным импульсом регистрируется сигнал ССИ (спад свободной индукции). ССИ - это электрический сигнал, регистрируемый приемной частью прибора. Он сопровождает процесс релаксации магнитных моментов протонов водорода - возвращение спиновой системы в состояние равновесия после радиочастотного возбуждения. Амплитуда сигнала ССИ прямо пропорционально числу протонов в образце. Таким образом, ЯМР-анализатор может быть линейно прокалиброван по эталонным веществам с известным содержанием водорода (табл. 1).

Таблица 1. Эталонные вещества с известным водородосодержанием

Вещество	Содержание водорода, %
3-Циклогексанпропионовая кислота	10,324
Циклогексилацетат	9,924
Диэтиловый эфир малоновой кислоты	7,552
Додекан	15,386
Этилкапронат	12,077
Этилгептаноат	11,466
2-Нонанол	12,756
Октилацетат	11,703
Пентадекан	15,185
2-фенилэтилацетат	7,367

Стандарт ASTM D7171-05 был разработан с целью замены стандартов ASTM D3701-01 и D4808-01, поскольку

ку импульсный ЯМР является более быстрым и точным по сравнению с методом непрерывной развертки.

3. Рекомендуемое оборудование

ЯМР-анализатор низкого разрешения «Спин Трэк» (рис. 1), производимый ООО «Резонансные системы», в следующей конфигурации:



Рис 1. ЯМР-анализатор «Спин Трэк»

- Анализатор с термостабилизированной магнитной системой (индукция 0,4 - 0,5 Тл, зазор для использования датчика с пробиркой диаметром 18 мм*);
- Управляющий ПК с предустановленной ОС Microsoft® Windows® 7, 8 или 10** и управляющей программой Relax 8.0;
- Термостат «СТ-80»;
- Пробирки диаметром 18 мм;
- Пробка фторопластовая;
- Стержень для установки/извлечения пробки;
- Центрирующее кольцо для взвешивания пробирки;
- Средства периодической поверки.

*Требование стандарта

**Определяется производителем ПК

ЯМР-анализатор «Спин Трэк» чрезвычайно прост в использовании и обслуживании, поскольку процедура измерений и валидации максимально автоматизированы. В комплект поставки дополнительно могут быть включены электронные аналитические весы, автоматический дозатор жидкостей, эталонные вещества, подставки для пробирок.

4. Измерения и калибровка

Калибровка анализатора проводится по 2 или более веществам из таблицы 1 путем сопоставления известной массовой доли водорода амплитуде сигнала ЯМР. Калибровочная кривая, построенная с использованием циклогексилацетата, 2-нонанола и додекана показана на рис. 2.

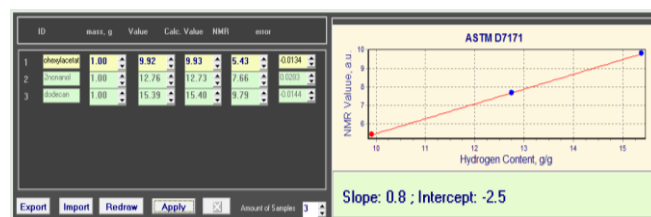


Рис 2. Калибровочная кривая ЯМР-анализатора «Спин Трэк»



Пробоподготовка сводится к помещению фиксированного объема (следуя указаниям производителя) исследуемого вещества в пробирку с помощью дозатора и определению его массы. Пробирка с образцом выдерживается в термостате, поддерживающем температуру равной температуре магнитной системы, не менее 20 минут. Далее пробирка помещается в датчик, выдерживается 10 секунд, после чего запускается процесс измерения. Содержание водорода вычисляется автоматически с точностью 0,01%* и сохраняется в электронном журнале измерений (рис. 3). Программное обеспечение позволяет работу в следующих режимах: настройка, калибровка, измерение и валидация (оценка воспроизводимости).

Sample #	Value	Date
Sample #12.809	14.937	12-26-26 20:07:2016
Sample #12.809	14.905	12-26-23 20:07:2016
Sample #12.809	14.834	12-26-20 20:07:2016
Sample #12.809	14.820	12-24-17 20:07:2016
Sample #12.809	14.880	12-23-13 20:07:2016
Sample #12.809	14.896	12-21-10 20:07:2016
Sample #12.809	14.893	12-19-07 20:07:2016
Sample #12.809	14.907	12-18-03 20:07:2016
Sample #12.809	14.839	12-18-00 20:07:2016
Sample #12.809	14.824	12-14-07 20:07:2016
Sample #12.809	14.953	12-12-24 20:07:2016
Sample #12.809	14.900	12-11-11 20:07:2016
Sample #12.809	14.929	12-09-27 20:07:2016
Sample #12.809	15.030	12-07-24 20:07:2016
Sample #12.809	15.079	12-03-07 20:07:2016

Рис. 3. Рабочее окно программы Relax 8.0 с загруженной методикой (электронный журнал измерений)

ЯМР-анализатор поставляется с предустановленной методикой и настроенными эксплуатационными параметрами. Настройка прибора на месте заключается только лишь в выводе термостатов образца и магнита на рабочий режим (минимальное требуемое время – 4 часа, рекомендуемое – 12 часов)**. Для более детальной информации о методе, характеристиках оборудования и возможностях программного обеспечения обратитесь в ООО «Резонансные системы».

*Параметр может быть изменен

**Перед оборудованием рабочего места изучите требования стандарта к условиям внутри помещения

5. Сертификация

Приказом № 401 от 1 апреля 2015 г. Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии (Росстандартом) утвержден тип средств измерений "ЯМР-анализатор "Спин Трэк". Регистрационный номер в Государственном реестре средств измерений 32677-15.

6. Наш адрес

Фактический адрес:

424000, Россия, Марий Эл, г. Йошкар-Ола, Поволжский государственный технологический университет, пл. Ленина, 3, кафедра физики.

Юридический адрес:

424002, Россия, Марий Эл, г. Йошкар-Ола, ул. Комсомольская, 145, 7.

Тел.: 8 8362 532799
8 8362 436020

E-mail: info@nmr-design.com

URL: <http://www.nmr-design.com/ru/>

Банковские реквизиты:

ИНН 1215132129, КПП 121501001, ОГРН 1081215004496, ОКПО 83984100, р. сч. 40702810300390000886 в ПАО "АК БАРС" БАНК, г. Казань, кор. сч. 3010181040000000225, БИК 044525225