



ОБОРУДОВАНИЕ И МЕТОДИКИ ЛАЗЕРНОГО ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗА НЕФТЕПРОДУКТОВ

И.Н.Шиганов, д.т.н., Д.М.Мельников к.т.н.,
М.А.Якимова,
Московский Государственный Технический
Университет им.Н.Э.Баумана

Российский рынок наполнен подделками нефтепродуктов – как масел, так и топлива, – ситуация требует их оперативного выявления. Представлен новый комплексный метод лазерного фазового экспресс-анализа свойств и качества нефтепродуктов. В основе метода лежит анализ фазовых превращений в мутной жидкой технологической среде при ее охлаждении до застывания и последующем нагреве. На базе этого метода разработан и изготовлен автоматизированный измерительный комплекс для экспресс-анализа различных видов жидких нефтепродуктов.

Качество и состав нефтепродуктов во многом определяют работоспособность машин и механизмов, в которых они используются. В наибольшей степени на эффективность и безопасность работы двигателей внутреннего сгорания, авиационных двигателей и газодинамических турбин оказывают влияние такие дефекты нефтепродуктов, как загрязнение, обводнение, изменение их состава и свойств в процессе эксплуатации. Загрязнение масла приводит к преждевременному износу двигателя и снижению его мощности вплоть до 30%, а также повышает токсичность выбросов. Превышение содержания воды в бензине и дизельных топливах может привести к аварии двигателя при пониженных температурах, что особенно важно для авиационных двигателей и работы машин в полярных условиях. Кроме этого, следует учитывать, что российский рынок наполнен подделками нефтепродуктов, среди них встречаются как технические масла, так и топливо. Интересы потребителей требуют оперативного выявления фальсификата.

Для оценки качества нефтепродуктов уже разработано достаточно большое количество методов и приборов [1-3]. Однако большинство признанных и сертифицированных методов контроля качества топлива – это лабораторные установки, не приспособленные для мобильного и оперативного кон-

EQUIPMENT AND METHODS OF LASER RAPID ANALYSIS OF PETROLEUM PRODUCTS

I.N.Shiganov, D.S., D.M.Melnikov, D.S.,
M.A.Yakimova,
Bauman Moscow State Technical University

The Russian market is filled with imitations of petroleum products, both oil and fuel, and the situation requires their prompt detection. We present a new complex method of laser phase rapid analysis of the properties and the quality of petroleum products. The method is based on analysis of phase transformations in the turbid liquid process medium when it is cooled to solidification and subsequent heating. On the basis of this method we have designed and manufactured an automated measuring system for rapid analysis of various types of liquid petroleum products.

The quality and composition of petroleum products largely determine the performance of the machinery in which they are used. To the greatest extent, the efficacy and safety of operation of internal combustion engines, aircraft engines and turbines of gas-dynamic is influenced by various petroleum defects such as pollution, flooding, changes in their composition and properties during operation. Petroleum contamination leads to premature wear of the motor and reduces its power up to 30%, and also increases the emission toxicity. Excess water content in gasoline and diesel fuel can cause engine failure at low temperatures, which is particularly important for aircraft engines and machines in polar conditions. In addition, it should be noted that the Russian market is filled with imitations of petroleum products, among them there are both technical oils and fuels. Consumer interests require prompt detection of counterfeits.

To assess the quality of petroleum products sufficiently large number of methods and devices has been developed [1-3]. However, most recognized and certified methods of quality control of fuel are laboratory installations, not adapted for mobile and operational control directly near the operating engine or the fuel storage. Existing methods of express-control determine typically no more than one or two characteristics [4]. Often the implementation of these methods requires expensive equipment, highly trained staff and long time to analyze, from a few hours to several days. These problems can be solved with the development of a rapid method and the establishment of mobile portable

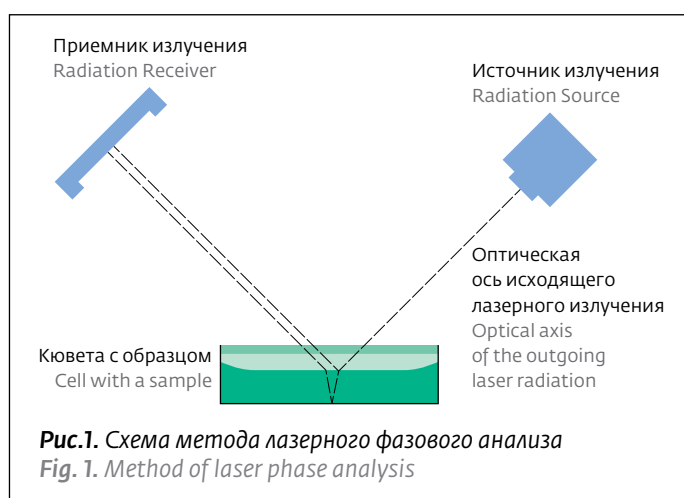
троля непосредственно около эксплуатируемого двигателя или хранилища топлива. Существующие методы экспресс-контроля определяют, как правило, не более одной или двух характеристик [4]. Часто для реализации этих методов требуется дорогостоящее оборудование, высококвалифицированный персонал и длительное время на проведение анализа – от нескольких часов до нескольких дней. Решить эти проблемы позволит разработка экспресс-метода и создание мобильного портативного оборудования для проведения анализа – измерительного прибора, характеризующегося малым весом, высоким быстродействием, удовлетворительной точностью, низкой стоимостью, простотой в обслуживании и возможностью измерять сразу несколько основных характеристик нефтепродукта.

Нами был разработан один из таких методов и создано соответствующее оборудование. Метод относится к области оптической диагностики состояния жидких технологических сред. Он получил название "лазерный фазовый анализ" (ЛФА) [5,6]. Метод ЛФА заключается в анализе жидких сред путем лазерного оптического контроля фазовых превращений, происходящих в мутной жидкой среде при ее охлаждении до момента застывания и последующем нагреве. Известно, что характер взаимодействия лазерного излучения с претерпевающим фазовые превращения веществом уникален не только для любого вещества, но и для разной концентрации его составляющих. Этот факт мы использовали для определения концентрации токсичных веществ.

Существующие методы фотометрии, основанные на просвечивании среды лазерным излучением, имеют ряд недостатков: 1) после застывания нефтепродукт сильно мутнеет, и для его просвечивания требуются достаточно мощные источники; 2) такие нефтепродукты, как моторное масло, являются непрозрачными и вообще могут не пропускать лазерное излучение.

Для повышения точности и корректности результатов было предложено использовать принцип зеркального отражения (рис.1). В этом случае лазерное излучение попадает на приемник излучения, не проходя сквозь среду, а отражаясь от ее поверхности.

Физическая сущность метода заключается в следующем. Низкотемпературные свойства нефтепродуктов преимущественно определяются содержанием парафиновых фракций. Их содержание существенно повышает вязкость топлива и температуру его замерзания. Главная причина такой проблемы состоит даже не в массовой доле парафиновой фракции, а в способности кристаллов парафинов



equipment for analysis, a measuring device having a light weight, high performance, satisfactory accuracy, low cost, ease of maintenance and the ability to measure multiple characteristics of petroleum products.

We have developed one of these techniques and created the appropriate equipment. The method relates to the field of optical diagnostics of the state of liquid media technology. It was named "Laser phase analysis" (LPA) [5,6]. LPA method consists in analyzing liquids by laser optical control of phase transformations occurring in a turbid liquid medium while being cooled until solidification and subsequent heating. It is well known that the nature of the interaction of laser radiation with a substance undergoing phase transformations is unique not only for any substance, but also for the different concentrations of its components. This fact has been used by us to determine the concentration of toxic substances.

The existing methods of photometry based on radioscopy of the medium with laser have several disadvantages: 1) after solidification, the petroleum becomes strongly turbid and it requires fairly powerful radiographic sources; 2) such petroleum products as engine oil, are generally opaque and are not transparent to laser.

To improve the accuracy and correctness of the results, it was proposed to use the specular reflection principle (Figure 1). In this case, the laser radiation falls on the radiation detector without passing through the medium, and is reflected from its surface.

The physical essence of the method is as follows. Low-temperature properties of petroleum products are mainly determined by the content of paraffin fractions. Their content greatly increases the viscosity of the fuel and its freezing point. The main reason for this problem is not even in a mass fraction of paraffin, but in the property of paraffin crystals to significantly increase in volume as the temperature decreases. If in normal conditions, paraffin

значительно увеличиваться в объеме при понижении температуры. И если в нормальных условиях кристаллы парафинов образуют с основной массой коллоидные либо истинные растворы, то при охлаждении происходит образование геля, золя или схожих состояний. В технологии для исключения этого процесса используют депрессаторы в составе присадок к топливам и маслам. Такие депрессаторы не позволяют расти кристаллам парафинов, увеличивая количество зародышей кристаллизации. Изучению механизма их действия и условий применения посвящен ряд работ [7], но полной ясности в данном вопросе не достигнуто из-за большого количества трудно контролируемых факторов, влияющих на эффективность действия депрессатора. Нефть сама содержит природные депрессаторы в виде смол и асфальтенов и поэтому добавление синтетических депрессаторов в нефть часто не приводит к желаемым результатам.

Разработанная нами методика позволяет контролировать рост кристаллов парафина и на этой основе создавать методики оценки различных свойств нефтепродуктов.

Для реализации этой методики нами был разработан и изготовлен автоматизированный экспресс-анализатор состава сред жидких нефтепродуктов, получивший название "ACC-экспресс" (рис.2). Прибор позволяет за несколько минут давать информацию о температуре застывания, содержании воды, количестве механических примесей, концентрации инородного вещества, а также скорости потери текучести жидких веществ, таких как моторные топлива и масла, вода, нефть.

Прибор содержит охлаждающий элемент, осветитель, средство измерения, средство регистрации фазовых превращений. При этом осветитель выполнен в виде лазерного источника излучения с длиной волны 650 нм и фокусирующей системой, измерительное средство выполнено в виде цилиндрической кюветы, дно которой сильно рассеивает лазерное излучение, а средство регистрации отраженного от поверхности вещества лазерного излучения состоит из приемника отраженного луча и связанного с ним компьютера.

Использование лазерного источника излучения позволяет повысить точность метода, поскольку для монохроматического излучения уменьшается размытие вариаций коэффициента отражения материала при фазовых превращениях. В результате фазовых превращений, происходящих в материале при его охлаждении до температуры застывания под действием охлаждающего элемента, происходит изменение коэффициента отражения от поверхно-

crystals form the colloidal or true solutions with the bulk, then with cooling gel, sol is formed or similar conditions occur. The depressants in the composition of additives for fuels and lubricants are used in the technology to eliminate this process. Such depressants prevent the growth of paraffin crystals, increasing the number of nucleation centers. The study of the mechanism of their action and the use of conditions is described in a number of researches [7], but full clarity is not achieved due to a large number of obstinate factors that affect the efficiency of depressant action. The oil itself contains natural depressant such as resin and asphaltene, and therefore adding of synthetic depressants in the oil does not often lead to the desired results.

The developed technique allows controlling the growth of paraffin crystals and based on this fact we can create a methodology for assessing the various properties of petroleum products.

To implement this technique, we have developed and manufactured automated rapid analyzer of liquid petroleum fluids named "ACC-Express" (Figure 2). This device allows receiving information about the temperature of solidification, water content, amount of solids, concentration of foreign matter, as well as pouring rate of liquid substances such as fuel and motor oil, water and oil, as a matter of minutes.

The device comprises a cooling element, a lamp, a measuring tool, a detector of phase transformations. Furthermore, the lamp is designed as a laser radiation source with a wavelength of 650 nm and a focusing system, the measuring means is a cylindrical cell, the bottom of which strongly scatters laser light, and the detector of substance surface reflected laser consists of a receiver of the reflected beam and an associated computer.

Using the laser source allows us to increase accuracy of the method, since for the monochromatic radiation



Рис.2. Автоматизированный экспресс-анализатор состава сред жидких нефтепродуктов "ACC-экспресс": а) – прибор для измерений; б) – ноутбук для обработки результатов измерений

Fig. 2. Automated rapid analyzer of liquid petroleum products "ACC-Express": a) measuring device; b) laptop for measuring results processing

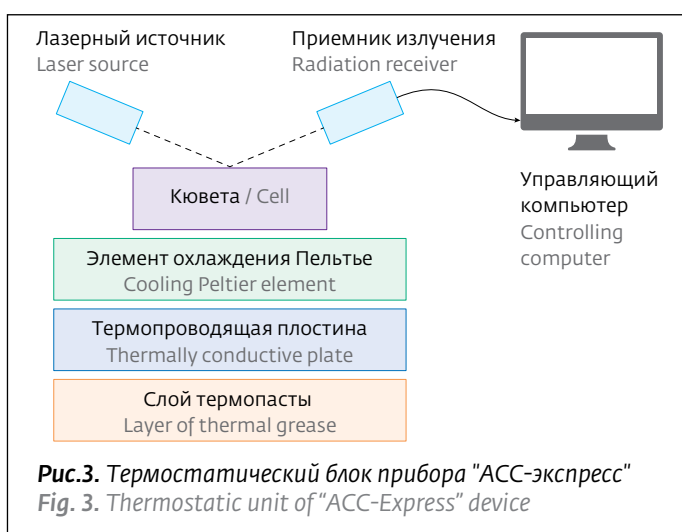
сти материала. Зависимость изменения интенсивности зеркального отражения от температуры материала при его охлаждении уникальна для каждого материала.

Программное обеспечение позволяет определять количественную оценку происходящих в материале изменений, которая, в свою очередь, служит основанием для определения необходимых свойств материала.

Термостатический блок (рис.3) состоит из цилиндрической кюветы, дно которой выполнено с высокой шероховатостью, лазерного источника излучения и приемника отраженного лазерного излучения. Для оптимальной регистрации данных источник и приемник лазерного излучения расположены под взаимно обратными углами. Кювета с исследуемым материалом расположена на элементе Пельтье, который служит для преобразования электрической энергии в тепловую. Изменяя протекание электрического тока через элемент Пельтье, можно выполнять как охлаждение, так и нагревание материала в кювете. Между кюветой с материалом и элементом Пельтье расположена теплопроводящая пластина, назначение которой – более эффективная теплопередача от элемента Пельтье к материалу. Пластина, в свою очередь, установлена на элемент Пельтье с использованием тонкого слоя термопасты, которая обеспечивает повышение теплопередачи. Сигнал с фотоприемника передается на управляющий компьютер для дальнейшей обработки.

Устройство экспресс-анализа работает следующим образом. Жидкий образец, помещенный в кювету, охлаждается с фиксированной скоростью при помощи элемента Пельтье до заданной температуры охлаждения. Скорость охлаждения задается от управляющего компьютера. Лазерное излучение от источника попадает на поверхность образца и отражается от нее. После отражения излучение попадает на фотоприемник. По сигналу с фотоприемника определяют коэффициент отражения от поверхности материала. Так как коэффициент отражения изменяется в течение всего времени охлаждения, то по сигналу с фотоприемника программное обеспечение строит зависимость коэффициента отражения от температуры и выводит на экран характеристики, заданные оператором.

Для использования прибора "АСС-экспресс" было разработано несколько методик анализа нефтепродуктов. Методика измерения температуры застывания жидких нефтепродуктов позволяет проводить измерения с точностью не менее $0,1^{\circ}\text{C}$ в соответствии ГОСТ на эти материалы. Для проведения измерений образец, например дизельное топливо в количестве



blurring of variations in the substance reflectance during phase transitions is reduced. As a result of the phase transformations occurring in the substance as it cools to the freezing temperature by the action of the cooling element, there is a change in reflectance of the surface substance. Dependence of change in intensity of specular reflection from the substance temperature during its cooling is unique for each substance.

The software allows defining a quantitative assessment of changes occurring in the substance, which, in turn, serves as a basis for determining the required substance properties.

Thermostatic unit (Figure 3) consists of a cylindrical cell, the bottom of which is arranged with a high degree roughness, a laser source and a receiver of the reflected laser radiation. The source and the receiver of laser radiation are arranged at angles mutually inverse for optimal data recording. The cell with the test substance is located on the Peltier element, which serves to convert electrical energy into heat. By varying the flow of electric current through the Peltier element it is possible to perform both cooling and heating of the substance in the cell. Between the cell with the substance and the Peltier element there is a thermally conductive plate, the purpose of which is to more efficiently transfer the heat from the Peltier element to the substance. The plate, in turn, is mounted on the Peltier element using a thin layer of thermal grease, the use of which has the same aim of improving the heat transfer. The signal from the photodetector is transmitted to the control computer for further processing.

The rapid analysis device operates as follows. A liquid sample placed in the cell is cooled at a fixed speed using the Peltier element to a predetermined cooling temperature. The cooling speed is set by the controlling computer. Laser radiation from the source falls on the sample surface and is reflected therefrom. Then the

3–4 г, помещается в небольшую кювету из теплопроводящего материала (алюминия), которая охлаждается при помощи термоэлектрического элемента. Задаётся скорость охлаждения в диапазоне от 7 до 11°С/мин, что обеспечивает равномерность застывания. В процессе застывания по отражению лазерного излучения измеряем коэффициент отражения поверхности образца. По изменению этого коэффициента во времени строим кривую охлаждения. На следующем этапе измерительной процедуры функция, описывающая изменение коэффициента отражения, дифференцируется. Пример такой кривой для летнего дизельного топлива (ГСО 8356–2003) показан на рис.4. Температура застывания определяется как минимум дифференциальной функции охлаждения. Точность измерения температуры составляет 0,1°С, время проведения анализа не превышает 10 минут.

Методика определения содержания воды в нефтепродуктах основана на сравнении значений, полученных на исследуемом образце, с эталонными значениями. Для этого проводится процедура построения кривых охлаждения по методике, рассмотренной выше, для эталонных и измеряемых нефтепродуктов. Например, для дизельного топлива готовят эталоны с содержанием воды в нем 1, 2 и 3% и строят для них и стандартного дизельного топлива кривые охлаждения, показанные на рис.5.

На следующем автоматизированном этапе с использованием специальных программ на компьютере проводят сравнения полученных данных. Определяется разница значений на кривых охлаждения для стандартного и обводненных образцов, затем строятся соответствующие зависимости (рис.6). Вычисляют площади под этими кривыми и по их значениям строят калибровочную зависимость (рис.7). Далее строим кривую охлаждения и кривую разницы значений для дизельного топлива с неизвестной концентрацией воды. Используя калибровочные кривые, программа выдает реальное содержание воды в исследуемом дизельном топливе. Точность измерения содержания воды составляет 0,01%, время анализа 10–15 мин.

Важным показателем топлива и масел является потеря текучести при понижении температуры эксплуатации. Была разработана специальная методика оценки потери текучести. Перед началом измерений образец, например дизельного топлива, помещают в кювету прибора и начинают охлаждать со скоростью, варьируемой в диапазоне 7–11°С/мин. В процессе застывания при помощи

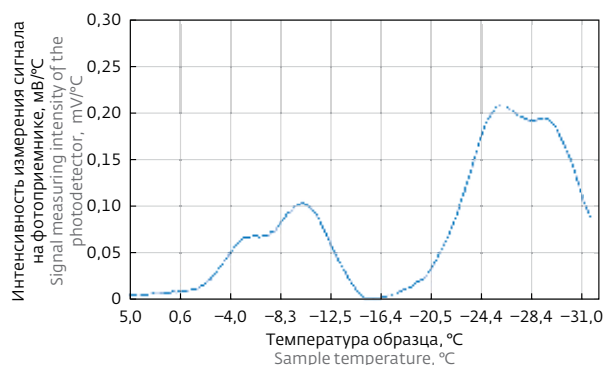
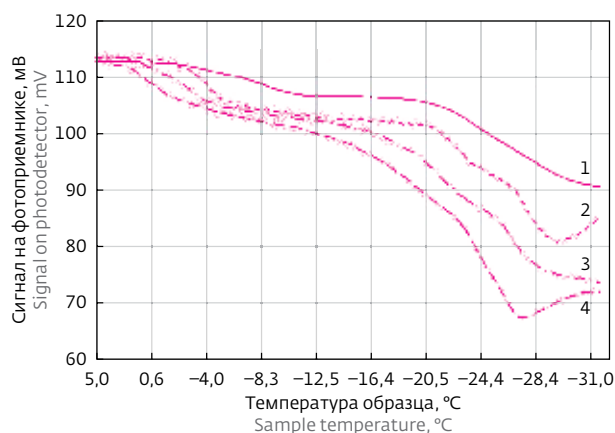


Рис.4. Дифференцированная кривая охлаждения летнего дизельного топлива

Fig. 4. Differentiated cooling curve of summer diesel fuel

reflected radiation falls on the photodetector. By a signal from the photodetector, the reflection coefficient of the surface substance is determined. Since the reflectance is changed during the cooling period, the signal from the photodetector is used by the software to plot reflectance dependence on temperature, and the characteristics set by the operator are displayed.

To use the device "ACC-Express" we have developed several techniques of the petroleum products analysis. The temperature measurement method of solidification of liquid petroleum products allows performing the measurements with an accuracy to within not less than 0,1 °C in accordance with GOST for the corresponding



- 1 – Стандартное дизельное топливо / Reference diesel fuel
- 2 – Концентрация воды 1% / Water concentration 1%
- 3 – Концентрация воды 2% / Water concentration 2%
- 4 – Концентрация воды 3% / Water concentration 3%

Рис. 5. Зависимость сигнала отраженного лазерного излучения от изменения температуры при охлаждении для эталонного дизельного топлива и обводненных образцов

Fig. 5. Dependence of the reflected laser signal from the temperature change during cooling for the sample of reference diesel fuel and the watered samples



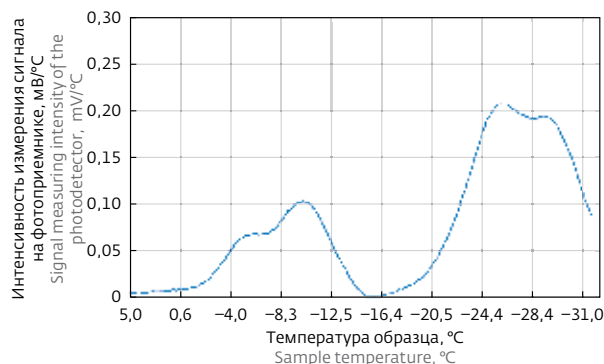
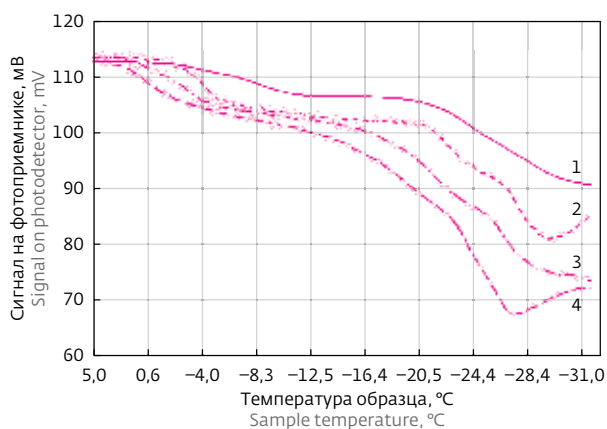


Рис. 4. Дифференцированная кривая охлаждения летнего дизельного топлива

Fig. 4. Differentiated cooling curve of summer diesel fuel

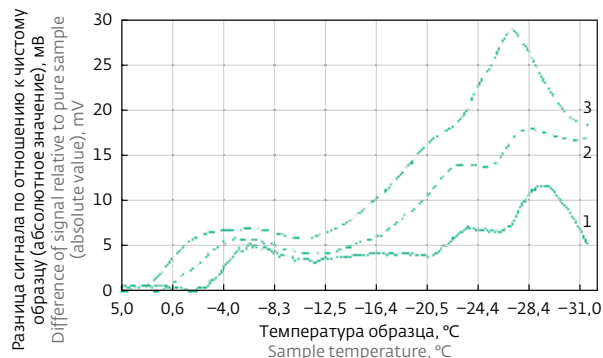
вспомогательного механизма производится показание содержимого кюветы, при этом постоянно измеряют коэффициент отражения поверхности образца. Отраженное лазерное излучение регистрируется на фотоприемнике, и сигнал от него передается на компьютер. По изменению этого коэффициента во времени строится кривая охлаждения. Кривая охлаждения имеет колебательный характер. Длина участка, соответствующего падению сигнала на фотоприемнике, соответствует степени текучести. Длины участков в начале кривой, когда температура соответствует комнатной, принимаются за 100% текучести, длины остальных



- 1 – Стандартное дизельное топливо / Reference diesel fuel
- 2 – Концентрация воды 1% / Water concentration 1%
- 3 – Концентрация воды 2% / Water concentration 2%
- 4 – Концентрация воды 3% / Water concentration 3%

Рис. 5. Зависимость сигнала отраженного лазерного излучения от изменения температуры при охлаждении для эталонного дизельного топлива и обводненных образцов

Fig. 5. Dependence of the reflected laser signal from the temperature change during cooling for the sample of reference diesel fuel and the watered samples



- 1 – Концентрация воды 1% / Water concentration 1%
- 2 – Концентрация воды 2% / Water concentration 2%
- 3 – Концентрация воды 3% / Water concentration 3%

Рис. 6. Разница сигналов для обводненных образцов по отношению к эталонному дизельному топливу

Fig. 6. Difference of signals for watered samples relative to a reference diesel fuel

substances. For the measurements, a sample, such as diesel fuel in an amount of 4.3 g, is placed in a small cell of thermally conductive substance (aluminum) that is cooled using a thermoelectric element. The cooling speed is set in the range of 7 to 11 °C/min, which provides uniform solidification. In the process of solidification the surface reflection factor of the sample is determined by measuring the reflection of laser. According to the change of this factor over time, we can plot a cooling curve. In the next stage of measuring procedure, the function describing the variation of the reflection coefficient, is differentiated. An example of such curve for summer diesel fuel (GSO 8356-2003) is shown in Figure 4. Pour point is defined as the minimum differential cooling function.

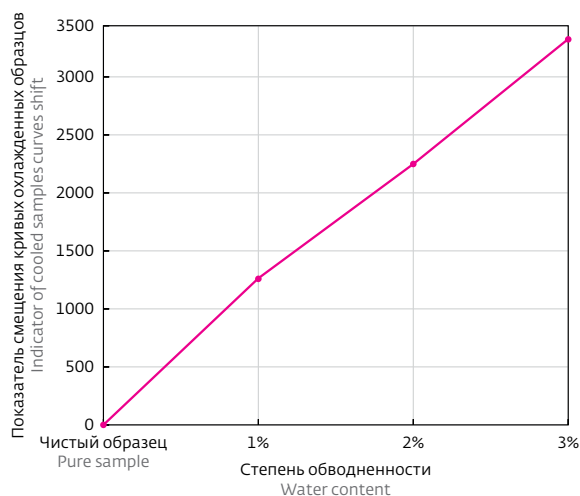


Рис. 7. Калибровочный график определения показателя содержания воды в дизельном топливе

Fig. 7. Calibration graph of water content indicator of diesel fuel

участков снижения сигнала программа пропорционально переводит в проценты. Принимаем условие, что отсутствие дальнейшего снижения сигнала на фотоприемнике во времени соответствует полному отсутствию текучести при полном застывании образца. Затем по этим данным с помощью специальной программы на компьютере строится зависимость снижения текучести дизельного топлива от температуры (рис.8). При этом так же определяется температура полного застывания топлива – она соответствует прекращению колебательных изменений отраженного сигнала.

Для определения загрязненности нефтепродуктов твердыми частицами была разработана методика определения процентного содержания этих частиц в маслах и топливах. Методика основана на сравнении исследуемого материала с эталонами. В частности, для минерального масла определялось содержание металлических частиц со средним диаметром 300 нм. Жидкая проба с частицами подвергалась ультразвуковой гомогенизации. Затем пробу охлаждали и проводили измерения лазерного излучения, прошедшего сквозь пробу. На рис.8 показана относительная зависимость прошедшего сквозь пробу излучения от температуры пробы.

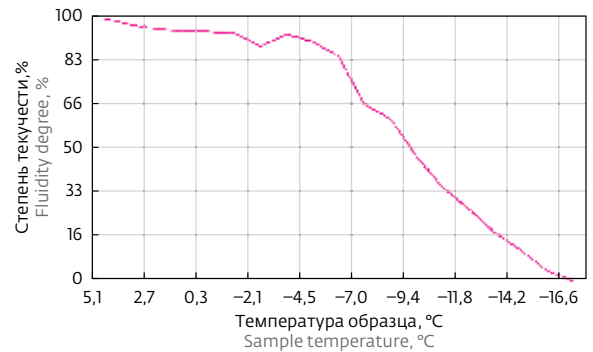
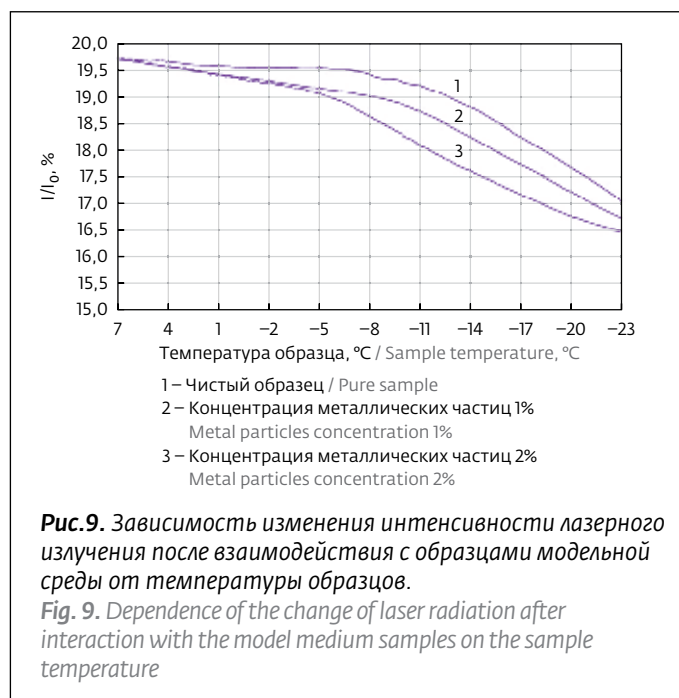


Рис.8. Зависимость степени текучести дизельного топлива от температуры

Fig. 8. Dependence of the fluidity degree on diesel fuel temperature

Temperature measurement accuracy is 0.1°C, the analysis time is less than 10 minutes.

Method for determining the water content in the petroleum products is based on a comparison of the values obtained for the sample, with the standard values. To do this, the cooling curves plotting procedure is carried out curves by the method discussed above, for the reference and the tested petroleum products. For example, the samples of diesel fuel with a water content of 1, 2 and 3% are prepared and the cooling curves are



Наблюдается расхождение в ходе кривых для чистого образца и образцов с примесями металлических частиц. Разница становится заметной еще при довольно высоких температурах, не достигших температуры фазового перехода. Этот факт важен для практического применения, поскольку позволяет применять его для контроля чистоты топлива без глубокого охлаждения, что уменьшает затраты времени и энергии. В дальнейшем относительная интенсивность прямо прошедшего излучения для чистого образца снижается существенно медленнее, чем для загрязненных образцов, очевидно, вследствие меньшего коэффициента рассеяния. До температуры 0°C ход кривых для жидких образцов с различными концентрациями частиц практически совпадает. При дальнейшем охлаждении разница между значениями интенсивности становится более заметной, что позволяет обеспечить высокую разрешающую способность метода и определять концентрацию примесей с высокой точностью (рис.9). При этом оптимальными температурами для измерений являются температуры ниже, чем -8 °C. Точность измерений этого метода составляет от 5 до 8%, время проведения анализа 10-15 мин. Погрешность измерения значений концентрации, определенная для разных моментов времени, составляет около 2%.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда, грант № 14-19-01216.

plotted for these samples and reference diesel as shown in Fig. 5.

In the next stage, a comparison of the data is performed using special automated computer programs. The difference in the values for the cooling curves of the reference sample and the watered samples is determined, then the corresponding dependency is plotted (Figure 6). The areas beneath these curves are calculated, and a calibration dependence by these values is plotted (Figure 7). Next, we plot a cooling curve and a value differential curve for the diesel fuel with an unknown concentration of water. Using the calibration curves, the program outputs the actual content of water in the tested diesel fuel. The accuracy of measurement of water content is 0.01%, the analysis time is 10-15 minutes.

An important indicator of the fuel and oil is a slump loss at low temperature operation. A special method of estimating the slump loss has been developed. Before measurement a sample, such as diesel fuel, is placed in the device cell and is cooled at a speed varying in the range of 7-11 °C/min. In the process of solidification the cell contents is rocked using additional mechanism while constantly measuring the reflectance of the sample surface. The reflected laser radiation is recorded by the photodetector and a signal thereof is transmitted to the computer. By changing this factor over time, a cooling curve is plotted. The cooling curve has an oscillatory character. The length of the section corresponding to the signal incidence on the photodetector corresponds to the degree of fluidity. The length of the sections at the beginning of the curve, when the temperature corresponds to the ambient temperature, is 100% of fluidity, the length of the remaining sections of signal reduction is translated proportionally into percentage value by the program. We accept the condition that no further reduction of the signal in time in the photodetector corresponds to the complete absence of flow after full solidification of the sample. Then, based on these data, the dependence of fluidity reduction of diesel fuel on the temperature is plotted using special software on the computer (Figure 8). At the same time the temperature of complete solidification of the fuel is determined which corresponds to the termination of the oscillating changes of the reflected signal.

The method of determining the percentage of particles in the oil and fuel has been developed to determine the contamination of oil solids. The method is based on comparison of the substance with the reference. In particular, for mineral oil the content of metal particles having an average diameter of 300nm has been determined. The liquid sample with particles was exposed to ultrasonic homogenization. Then the sample was cooled and the measurements of the laser radiation transmitted through the sample were taken. Figure 8 shows the



ЛИТЕРАТУРА

1. **Никонов Е.М.** Методы анализа, исследований и испытаний нефти и нефтепродуктов. – М.: ВНИИ НП, 1998.
2. **Скворцов Б.В.** Электрофизические устройства контроля качества углеводородных топлив. – Самара: Самарский гос. аэрокосмич. ун-т им. акад. С.П. Королева, 2000.
3. **Абрютина Н.Н. и др.** Современные методы исследования нефтей. – Л.: Недра, 1984.
4. **Шатохина Е.В.** Устройство для экспресс-контроля качества масел. – Химия и технология топлив и масел, 2007, № 5, с. 46–48.
5. **Шиганов И.Н., Мельников Д.М.** Влияние скорости охлаждения образцов на показатели метода лазерного фазового анализа. Научные технологии в машиностроении, 2014, № 3, с.25–27.
6. **Мельников Д.М., Шиганов И.Н.** Определение низкотемпературных свойств дизельных топлив путем экспресс-анализа жидких нефтепродуктов. – Технология машиностроения, 2011, № 11, с.65–67.
7. **Шишкин Ю.Л., Язынина И.В., Овчар Е.В.** Исследование кристаллизации и плавления твердых парафинов фотометрическим и термическими методами. – Химия и технология топлив и масел, 2008, № 1, с.47–50.

relative dependence of the radiation transmitted through the sample from the sample temperature.

There is a divergence in the curves for the pure sample and a sample doped with metal particles. The difference becomes noticeable even at relatively high temperatures not reaching the phase transition temperature. This fact is important for practical use, since it is practicable in the application of fuel purity control without deep cooling, which reduces the amount of time and energy. Subsequently, the relative intensity of radiation transmitted directly through a pure sample decreases significantly slower than for the contaminated samples, apparently due to the smaller dissipation factor. Up to a temperature of 0°C, the curves for liquid samples with different concentrations of the particles are practically the same. With further cooling, the difference between the intensity values becomes more visible, thus allowing for high resolution and the ability of the method to determine the concentration of impurities with high precision (Figure 9). Thus the optimum temperatures for the temperature measurement are lower than -8 °C. Measuring accuracy of this method is 5 to 8%, the analysis time is 10-15 minutes. The error of measurement of the concentration values determined for different moments of time is about 2%.

This research has been performed supported by the Russian Science Foundation, grant No 14-19-01216.