

## Аналитический обзор исследований по разработке и применению калибровочных моделей для поточного анализатора качества нефтепродуктов

А.Ш. Зиануров<sup>1,2</sup>, А.Г. Шумихин<sup>2</sup>

<sup>1</sup>ООО «Промышленная кибернетика», г. Пермь, Россия

<sup>2</sup>Пермский национальный исследовательский политехнический университет

**Аннотация:** В нефтепереработке для анализа свойств нефтепродуктов используются поточные анализаторы качества, которые работают на основе преобразования спектров ИК-излучения в показатели качества при помощи калибровочных моделей. Применение данного метода обосновано тем, что характеристики ИК-спектра и определяемого вещества тесно связаны. Это касается структуры, химического состава, агрегатного состояния и др. Однозначность связи между молекулярным строением вещества и его инфракрасным спектром позволяет определить состав смеси, для чего должны быть построены калибровочные модели, связывающие ИК-спектр со значением показателей качества нефтепродуктов.

В работе рассмотрены методы создания калибровочных моделей, предложенные различными авторами, представленные в известных литературных источниках. Для создания калибровочных моделей в данной работе предлагается использовать методы главных компонент (МГК) и нейросетевого моделирования (NET). А также с целью повышения надежности системы автоматизированного управления процессами компаундирования моторных топлив предлагается использовать виртуальные анализаторы (ВА) в виде моделей связи показателей качества, рассчитанных по калибровочным моделям поточного анализатора с соответствующими технологическими переменными процесса компаундирования. Выход калибровочных моделей используется при этом и для подстройки ВА.

**Ключевые слова:** нефтепереработка, ИК-спектрометр, показатели качества нефтепродуктов, поточный ИК-анализатор качества, калибровочные модели анализатора, виртуальный анализатор качества.

На нефтеперерабатывающих заводах (НПЗ) для определения показателей качества могут использоваться поточные анализаторы, обычно ИК-спектрометры. Данные приборы могут иметь различную конструкцию (FTIR, FT-NIR, NIR и др.), представлены различными поставщиками и применяются на разных стадиях нефтепереработки. Одним из самых эффективных применений поточного анализа на НПЗ является анализ свойств бензинов в процессе компаундирования.

Основным недостатком ИК-спектрометров является то, что они нуждаются в периодической калибровке. Под калибровкой подразумевается

обновление калибровочных моделей, т.е. построение математической зависимости между измеряемыми спектрами и свойствами бензинов. Этот процесс также называют построением хемометрической модели.

Применение ИК-спектроскопии даёт возможность достоверной идентификации (качественный и количественный анализ) каждого свойства бензина.

Анализ литературных источников с описанием опыта использования ИК-спектрометров и разработки калибровочных моделей для них является актуальным, так как отсутствуют русскоязычная литература по данной тематике и российские стандарты на поточную ИК-спектрометрию, а также наблюдается рост числа применяемых поточных анализаторов на НПЗ, на что обращено внимание в работах [1, 2].

Открытие ближней инфракрасной энергии приписывается Уильяму Гершелю. Однако первое промышленное применение началось лишь в 1950-х годах. Первоначально ближняя инфракрасная (БИК) спектроскопия применялась только в качестве дополнительного блока к другим оптическим приборам, которые использовали другие длины волн, такие, как, например, ультрафиолетовые или видимые. О том, что данная отрасль науки сравнительно медленно развивалась, можно судить по количеству статей на 1970 год. Их было лишь около семидесяти. В 1980-х годах была создана единая автономная система БИК (NIR) спектроскопии. Её применение было сосредоточено больше на химическом анализе. Со временем БИК-спектроскопия стала важнейшим инструментом для научных исследований. Этому способствовало появление оптической волоконной связи (1980 г.) и монохроматоров (1990 г.). Универсальность данного оптического метода позволяет использовать его в разных областях науки, включая химию, физику, физиологию, медицину, сельское хозяйство и др. [3].

---

## Принцип работы поточного анализатора

В спектрометре, применяемом в нефтепереработке, ИК-излучение проходит сквозь пробу исследуемого продукта. Часть ИК-излучения поглощается образцом, а часть проходит через него. Молекулярная сигнатура образца определяется спектром поглощения для каждого продукта индивидуально. Измеряя значение энергии источника излучения  $E_0$  и значение энергии  $E_{tr}$  после прохождения его потоком образца на каждой частоте, определяем энергию поглощения  $E_{abs}$  (рис.1).

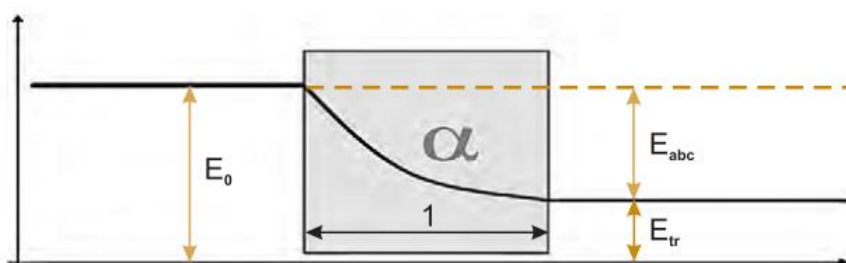


Рис.1 - Поглощение энергии образцом:  $E_0$  – энергия источника излучения;  $E_{tr}$  – энергия после прохождения излучением образца;  $E_{abs} = E_0 - E_{tr}$  – поглощенная образцом энергия

## Опыт отечественных и зарубежных исследователей по созданию калибровочных моделей

Вопрос создания калибровочных моделей встречается в работах наших соотечественников Шумихина А. Г., Сташкова С.И., Примака А.Е., Аносова А.А., Ефитова Г.Л., Зусмана С.Д., Михалицына Л.А.

В работах А.А. Аносова, Г.Л. Ефитова, С.Д. Зусмана [4] описываются вопросы построения калибровочной модели для поточных FTIR (спектроскопия на основе преобразования Фурье) анализаторов. Для создания калибровочных моделей авторы используют методы многомерной статистики: регрессию по основным компонентам (PCR), множественную линейную регрессию (MLR) и метод частных наименьших квадратов (PLS). Показатели качества продуктов при этом определяются известными методами.

Модель множественной линейной регрессии (MLR) описывается следующим уравнением:

$$Y = \beta_1 + \beta_2 X_2 + \dots + \beta_k X_{ki} + \varepsilon, i = 1 \dots n, \quad (1)$$

где  $n$  – число наблюдений,  $X_2, \dots, X_k$  – независимые переменные,  $Y$  – зависимая переменная,  $\varepsilon$  – случайная составляющая;  $\beta_1, \dots, \beta_k$  – коэффициенты регрессии.

Модель, основанная на методе главных компонент (PCR), имеет вид:

$$X = TP^T + E, \quad (2)$$

где  $T$  – матрица счетов;  $P$  – матрица нагрузок;  $E$  – матрица ошибок.

Модель, построенная на методе частных наименьших квадратов (PLS), имеет вид:

$$X = TP^T + E = \sum_{k=1}^l t_k \cdot p_k^T + E ; \quad (3)$$
$$Y = TQ^T + F = \sum_{k=1}^l t_k \cdot q_k^T + F ,$$

где  $T$  – матрица совместного описания объектов и ответов в латентном пространстве, причём столбцы матрицы  $T$  ортогональны;  $P, Q$  – матрицы перехода из латентного пространства в исходные пространства;  $E, F$  – матрицы невязок.

Михалицын Л.А. [5] рассматривает и проводит сравнение показателей качества, полученных в результате измерения поточными анализаторами и приборами, которые основаны на традиционных методах измерения. Описаны преимущества и принцип действия ИК-Фурье-спектроскопии, а также этапы разработки калибровочных моделей для спектрометров FT-NIR. Фурье-анализ электрического сигнала преобразует интерферограмму в спектр.

В работах [6, 7] описан процесс разработки и внедрения моделей поточного анализатора на станции компаундирования топлива на НПЗ. При построении моделей показателей качества были использованы метод главных компонент (МГК) и метод, основанный на нейросетевых моделях (NET). Суть МГК состоит в том, чтобы понизить размерность исходного набора данных без потери информативности данных. Исходный набор данных делится на две части: действительная структура и шум, который не оказывает влияния на результаты вычислений значения исследуемого параметра. Исходная матрица входных переменных заменяется двумя новыми матрицами: матрицей счетов и матрицей нагрузок, размерность которых меньше, чем число переменных исходной матрицы. МГК-модель имеет вид, представленный выражением (2).

Для нейросетевых калибровочных моделей поточного анализатора качества бензинов и их компонентов была взята многослойная нейронная сеть прямого распространения с одним промежуточным слоем (скрытым), содержащим десять нейронов и одним выходом, соответствующим показателю качества. На входы сети подаются с ИК-спектрофотометра значения данных о спектрах.

Результаты исследований показывают, что разработанные модели точнее ранее применяемых для поточного ИК-анализатора, установленного на станции компаундирования топлив НПЗ, а точность прогнозирования показателей качества NET-моделями не уступает моделям, построенным на основе МГК.

Из зарубежных ученых можно выделить исследователей из ОАЭ, Китая и Индии.

Fazal Mabood с коллегами [8], с целью недопущения производства бракованной продукции на НПЗ в Омане, для разработки калибровочных моделей использует многомерные методы анализа. Вследствие полученных

---

результатов исследования приходит к выводу, что регрессионная модель, основанная на методе проекции на латентные структуры (PLS), наиболее точно определяет показатели качества, такие, как октановое число и т.д. Данный метод описывается соотношениями (3) и также используется для построения моделей виртуального анализатора (ВА).

Математические модели, связывающие определенные показатели качества нефтепродуктов со значениями технологических параметров, называются виртуальными анализаторами. Прогнозирование значений показателей качества происходит в режиме реального времени в темпе с технологическим процессом.

В настоящее время исследователи лаборатории оптимизации химических процессов из Китая Kaixun He, Maiying Zhong, Zhi Li, Jingjing Liu занимаются разработкой виртуальных анализаторов для прогнозирования показателей качества бензина на основе поточного анализатора БИК-спектроскопии. Они разработали регрессионные модели на основе метода частных наименьших квадратов (PLS) для оценки показателей качества компонентов смешения и производимой продукции, описываемого соотношениями (3). Результаты их исследования показывают, что ВА способны обеспечить надежные прогнозы показателей качества бензинов с небольшими отклонениями от результатов лабораторных испытаний в соответствии с международным стандартом ASTM [9].

Neirivaldo Cavalcante Da Silva с коллегами [10] предлагает создать виртуальный анализатор для определения октанового числа бензина на основе БИК-спектроскопии с целью улучшения процесса компаундирования. Согласно их исследованиям, использование ВА позволяет существенно сократить время, необходимое для анализа интересующих параметров технологического процесса по сравнению с аналитическими методами.

---

Метод частных наименьших квадратов (PLS), описываемый соотношениями (3), позволяет выделить из исходных данных компоненты, между которыми существует ковариационная связь. На основе этих компонент строится регрессионная модель. Метод имеет следующие преимущества: он позволяет снизить вычислительные затраты и повысить точность модели по сравнению с линейной регрессией, построенной с помощью метода наименьших квадратов.

Анализ работ, приведенных в литературных источниках, показывает, что применение поточных NIR-анализаторов и их калибровочных моделей в алгоритмах автоматизированного управления процессом компаундирования недостаточно освещено, что требует дальнейших исследований в данном направлении с построением калибровочных моделей различными методами и алгоритмами их подстройки при эксплуатации анализаторов. В автоматизированных системах управления процессами производства топлив в качестве моделей ВА наряду с моделями, связывающими значения технологических параметров со значениями показателей качества, определяемыми традиционными методами лабораторного анализа, применяются модели, при параметризации которых используются значения показателей качества, рассчитанные по калибровочным моделям поточным анализатором. ИК-анализаторы, имеющие высокую стоимость, как правило, в технологической системе на потоке не резервируются аппаратно. В этом случае, например, при выводе анализатора на профилактическое обслуживание или мелкий ремонт, значения показателей качества топлива определяются подобными ВА по измеренным текущим значениям технологических переменных процесса компаундирования. Т.е. ВА выступает в качестве резервного элемента автоматической системы аналитического контроля показателей качества производимых топлив, что позволяет в значительной степени повысить её надежность.

---

## Литература

1. Зиануров А.Ш., Вялых И.А. Формирование базы данных для создания калибровочных моделей поточного анализатора // Вестник ПНИПУ. Химическая технология и биотехнология. - 2020. - № 2. - С.113-122.
2. Пашаева Б.А. Синтез системы управления процессом каталитического крекинга нефти с использованием прогнозирующей модели // Инженерный вестник Дона, 2013 №1. URL: [ivdon.ru/ru/magazine/archive/n1y2013/1485](http://ivdon.ru/ru/magazine/archive/n1y2013/1485).
3. Бёккер Ю, Спектроскопия. Москва: Техносфера, 2009. – 528 с.
4. Аносов А.А., Ефитов Г.Л., Зусман С.Д. Опыт использования ИК-спектрометрии для измерения свойств бензинов на НПЗ // Автоматизация в промышленности, 2012, №7, с.41-47.
5. Михалицын Л.А. Анализ физических и химических свойств нефтепродуктов методом ИК-Фурье спектроскопии // Автоматизация в промышленности, 2013, №7, с.20-25.
6. Примак А. Е., Шумихин А. Г., Сташков С. И. Предварительная обработка данных спектрального анализа в обучающей выборке для создания моделей для поточного анализатора светлых нефтепродуктов // Вестник ПНИП. Химическая технология и биотехнология. - 2012. - № 14. - С. 34-43.
7. Сташков С.И., Шумихин А.Г., Сокольчик П.Ю., Ширкунов А.С., Юрков Д.А. Прогнозирование и управление качеством битумов на основе формальных моделей // Инженерный вестник Дона, 2019. №1. URL: [ivdon.ru/ru/magazine/archive/n1y2019/5508](http://ivdon.ru/ru/magazine/archive/n1y2019/5508).
8. Mabooda Fazal, Gilani Syed Abdullah, Albroumi Mohammed, Alameri Saif, M.O. Mahmood, Nabhania Al, Jabeen Farah, Hussain Javid, Al-Harrasi Ahmed, Boqué Ricard, Farooq Saima, Hamaed Ahmad M., NaureenZakira, Khan Alamgir, Zahid Hussain. Detection and estimation of super-premium 95 gasoline adulteration with premium 91 gasoline using new NIR



spectroscopy combined with multivariate methods // FUEL, Vol. 194 (2017), pp. 388-396.

9. Kaixun He, Maiying Zhong, Zhi Li, Jingjing Liu. Near-infrared spectroscopy for the concurrent quality prediction and status monitoring of gasoline blending // Control Engineering practice, Vol. 101 (2020), 104478.

10. Da Silva Neirivaldo Cavalcante, Caribe de Goes Massa Ana Rosa, Domingos Daniela, Amigo Jose Manuel, das Virgens Rebouças Marcio, Pasquini Celio, Pimenteleca Maria Fernanda. NIR-based octane rating simulator for use in gasoline compounding processes // FUEL, Vol. 243 (2019), pp. 381-389.

### References

1. Zianurov A.Sh., Vyalykh I.A. Vestnik PNIPU. Himicheskaja tehnologija i bioteknologija. 2020. № 2. С.113-122.

2. Pashaeva B.A. Inzhenernyj vestnik Dona, 2013. №1. URL: [ivdon.ru/ru/magazine/archive/n1y2013/1485](http://ivdon.ru/ru/magazine/archive/n1y2013/1485).

3. Becker Yu, Spektroskopija [Spectroscopy]. Moskva: Tehnosfera, 2009. p.528.

4. Anosov A.A., Efitov G.L., Zusman S.D. Avtomatizacija v promyshlennosti, 2012, №7, pp.41-47.

5. Mihalicyn L.A. Avtomatizacija v promyshlennosti, 2013, №7, pp.20-25.

6. Primak A. E., Shumihin A. G., Stashkov S. I. Vestnik PNIPU. Himicheskaja tehnologija i bioteknologija. 2012. № 14. pp. 34-43.

7. Stashkov S.I., Shumihin A.G., Sokol'chik P. Ju., Shirkunov A.S., Jurkov D.A. Inzhenernyj vestnik Dona, 2019, №1. URL: [ivdon.ru/ru/magazine/archive/n1y2019/5508](http://ivdon.ru/ru/magazine/archive/n1y2019/5508).

8. Mabooda Fazal, Gilani Syed Abdullah, Albroumi Mohammed, Alameri Saif, M.O. Mahmood, Nabhania Al, Jabeen Farah, Hussain Javid, Al-



Harrasi Ahmed, Boqué Ricard, Farooq Saima, Hamaed Ahmad M., NaureenZakira, Khan Alamgir, Zahid Hussain. FUEL, Vol. 194 (2017), pp. 388-396.

9. Kaixun He, Maiying Zhong, Zhi Li, Jingjing Liu. Control Engineering practice, Vol. 101 (2020), 104478.

10. Da Silva Neirivaldo Cavalcante, Caribe de Goes Massa Ana Rosa, Domingos Daniela, Amigo Jose Manuel, das Virgens Rebouças Marcio, Pasquini Celio, Pimenteleca Maria Fernanda. FUEL, Vol. 243 (2019), pp. 381-389.