Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования
Астраханский государственный технический университет
Институт нефти и газа

Кафедра «Химическая технология переработки нефти и газа»

АНАЛИЗ ПРОДУКТОВ НЕФТЕГАЗОПЕРЕРАБОТКИ

Лабораторный практикум
для студентов очной и очно-заочной форм обучения
направления подготовки
18.04.01 «Химическая технология»

Астрахань 2016

Разработчики: к.т.н., доцент Власова Г.В.
к.т.н., доцент Лаврентьева Т.А.
к.т.н., доцент Рамазанова А.Р.

Рецензент – зав. кафедрой «Химическая технология переработки нефти и газа»,
д.т.н. профессор Тараканов Г.В.

Лабораторный практикум для проведения работ по дисциплине «Применение продуктов нефтегазопереработки в современных агрегатах» по направлению 18.04.01 «Химическая технология», Астрахань: АГТУ, 2016. - 35 с.

Предлагаемый лабораторный практикум предназначен для проведения лабораторных работ студентов очной и очно-заочной форм обучения направления 18.04.01 «Химическая технология» и содержит требования безопасного проведения работ, теоретическую часть, руководство к выполнению лабораторных работ по анализу физико-химических свойств нефти и нефтепродуктов, а также контрольные вопросы и список литературных источников.

Лабораторный практикум рассмотрен и рекомендован к внутрикафедральному использованию на заседании кафедры «Химическая технология переработки нефти и газа» (протокол № 6 от 30.05.2016)

© Астраханский государственный технический университет

Содержание

1. Меры безопасности при выполнении
лабораторных работ……..…….4
2. Структура отчета……4
3. Определение плотности……..…….……4
4. Определение фракционного состава……8
5. Определение температуры застывания……..……14
6. Определение вязкости и индекса вязкости……16
7. Определение температур вспышки……..……...20
8. Определение давление насыщенных паров……..…….24
9. Определение содержания воды……..…….26
10. Определение коррозионного воздействия на медную пластинку…….29
11. Определение коксуемости по Конрадсону……...…31
Приложение…….35

1. Меры безопасности при выполнении лабораторных работ

К проведению лабораторных работ студенты допускаются только после прохождения первичного инструктажа по технике безопасности.

Для выполнения лабораторной работы студент должен:

- использовать спецодежду (халат хлопчатобумажный, который следует носить в застегнутом виде);
- не загромождать проходы, лабораторные столы и стулья рюкзаками, портфелями, сумками и т.п.
- перед началом работы включить систему вентиляции;
- осмотреть электрические розетки и вилки, электрические провода и блоки питания на электроприборах и т.п., используемые при выполнении данной работы на предмет целостности;
- изучить методические рекомендации по выполняемой работе;
- перед использованием стеклянной посуды проверить ее путем наружного осмотра на наличие царапин, трещин, сколов;
- для разогрева вязких нефтепродуктов использовать водяную баню;
- во избежание ожогов осторожно переносить и переливать разогретые нефтепродукты;
- во избежание порезов аккуратно обращаться с химической посудой;
- при розливе небольшого количества нефтепродукта использовать ветошь, при больших розливах – песок;
- после завершения анализа утилизировать нефтепродукты и смеси в соответствии с установленными требованиями;
- привести в порядок свое рабочее место (вымыть за собой использованную химическую посуду и части прибора, выключить приборы из сети).

2. Структура отчета

Отчет по каждой лабораторной работе должен включать следующие разделы:

- цель лабораторной работы;
- порядок выполнения лабораторной работы;
- результаты измерений в виде таблиц и графиков;
- обсуждение результатов, выводы

Титульный лист отчета оформляется согласно Приложению.

3. Определение плотности

ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Изучить методику определения плотности нефти и нефтепродуктов ареометрическим и пикнометрическим методами.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Абсолютная плотность измеряется массой вещества, заключенной в единице его объёма и имеет размерность в системе СИ – кг/ м^3.

Для нефтей и нефтепродуктов определяют относительную плотность ρ_4^{20}, которая представляет собой отношение плотности нефтепродукта при 20°С к плотности воды при 4°С и является безразмерной величиной. Поскольку плотность воды при 4°С равна 1 г/см^3, относительная плотность численно равна абсолютной [1].

Плотность нефти и нефтепродуктов уменьшается с повышением температуры нагрева. Изменение плотности в зависимости от температуры может быть рассчитано по формуле:

$$\rho_4^t = \rho_4^{20} - \alpha(t-20) \qquad (3.1)$$

где ρ_4^t – относительная плотность нефтепродукта при температуре испытания;

ρ_4^{20}- относительная плотность нефтепродукта при температуре 20°С;

α – поправка на изменение плотности при изменении температуры на один градус (см. табл. 1 [3]);

t – температура, при которой определяется плотность нефтепродукта, °С.

Формула была предложена Д. И. Менделеевым. Однако следует иметь в виду, что результат пересчета плотности по формуле будет правильным при условии определения плотности испытуемого нефтепродукта при температурах не ниже 0°С и не выше 50°С [2].

Плотность необходима для расчета массы нефти и нефтепродукта при их приеме, отпуске и учете, поскольку учет количества нефтей и нефтепродуктов в объёмных величинах неудобен, так как объём жидких нефтепродуктов зависит от температуры, которая изменяется в довольно в довольно широких пределах. Величина плотности входит составной частью во многие формулы, используемые при технологических и механических расчетах. Кроме того, плотность является нормируемым показателем для многих товарных нефтепродуктов. Плотности нефтей и нефтепродуктов находятся в следующих пределах:

- нефти- 0,720-1,070, чаще 0,800-0,900 г/см^3;
- бензиновые фракции – 0,650-0,760 г/см^3;
- керосиновые фракции – 0,775-0,850 г/см^3;
- дизельные фракции 0,810-0,890 г/см^3;
- вакуумные газойли – 0,820-0,930 г/см^3;
- масляные дистилляты – 0,880-0,940 г/см^3;
- гудроны – 0,970-0,985 (иногда 1,020-1,040) г/см^3.

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

2.1 Определение плотности ареометром

По ГОСТ 3675-2014 сущность метода заключается в погружении ареометра в испытуемый продукт, снятии показания по шкале ареометра при температуре определения и пересчете результатов на плотность при температуре 20°С [3].

Приборы и оборудование:

- Набор ареометров;
- Стеклянные цилиндры;
- Ртутные стеклянные термометры.

Проведение испытания

Плотность нефти и нефтепродуктов определяют при температуре, при которой известен объём. Для этого пробу испытуемого продукта выдерживают при температуре окружающей среды до достижения этой температуры.

Цилиндр необходимо установить на ровной поверхности. Пробу нефтепродукта осторожно наливают в цилиндр, избегая образования пузырьков. Пузырьки воздуха, образовавшиеся на поверхности, снимают фильтровальной бумагой.

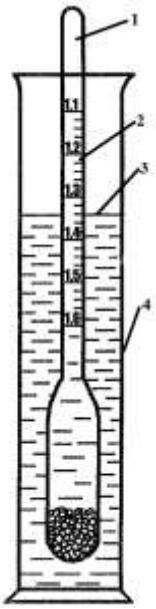
Чистый и сухой ареометр медленно опускают в цилиндр с испытуемым продуктом, держа ареометр за верхний конец (рис. 3.1).

После того как ареометр установится и прекратятся его колебания произвести отсчет по верхнему краю мениска. Температуру нефтепродукта измеряют до и после испытания. Отсчет по шкале ареометра является плотностью пробы при температуре испытания.

Обработка результатов

Температуру испытания округляют до ближайшего значения температуры. Округление производят в соответствии с таблицей перевода плотности при температуре испытания в плотность при 20°С [3].

По полученному значению температуры и плотности, определенной по шкале ареометра, находят плотность испытуемого продукта при 20°С.



1 - ареометр,
2 – шкала плотности,
3 – линия отсчета плотности,
4 – стеклянный цилиндр

Рисунок 3.1 - Прибор для измерения плотности нефтепродуктов

Сходимость метода

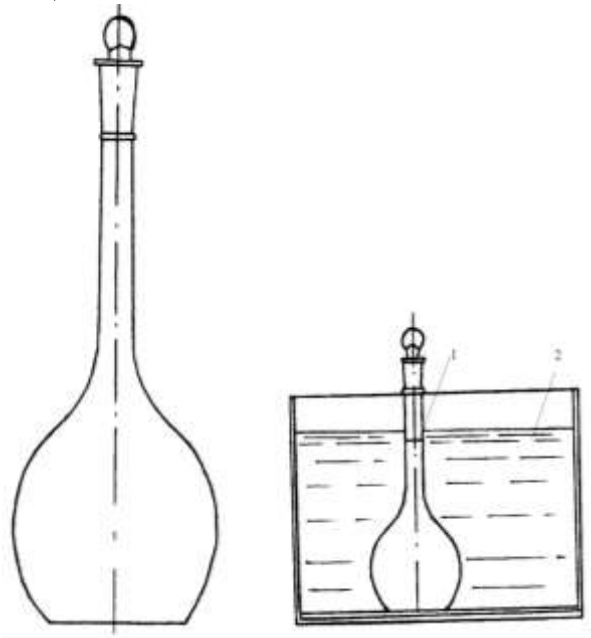
Проводят параллельно два определения плотности. Расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,001.

2.2 Определение плотности с помощью пикнометра

По ГОСТ 3900-85 [4] метод определения плотности с помощью пикнометра основан на сравнении массы испытуемого нефтепродукта определенного объёма и при определенной температуре с массой воды того же объёма и при той же температуре.

Пикнометры (рис.2.2) применяют для очень точного измерения плотности различных веществ, применим для любых нефтепродуктов, включая битумы, асфальтены, гудроны [4].

Этот метод определения плотности самый точный, но более длительный по сравнению с другими. Пикнометрический метод незаменим в тех случаях, когда исследуемое вещество имеется в небольшом количестве.



1 – метка,
2 – водяная баня

Рисунок 3.2 – Пикнометр

Аппаратура, реактивы и материалы:

- пикнометры;
- термометры ртутные стеклянные;
- водяная баня;
- весы аналитические;
- сушильный шкаф;
- глицериновая баня;
- фильтровальная бумага;
- пипетка с оттянутым капилляром;
- этиловый спирт или ацетон;
- вода дистиллированная.

Проведение испытания

Промытый пикнометр споласкивают дистиллированной водой, остаток которой удаляют споласкиванием этиловым спиртом или ацетоном и после высушивания используют для определения плотности.

Определение «водного числа» пикнометра.

Взвешивают сухой чистый пикнометр с пробкой на аналитических весах. Наполняют пикнометр водой выше метки при помощи пипетки. Погружают пикнометр с водой до горловины в термостат при 20 °С и выдерживают до тех пор пока уровень воды в пикнометре перестанет изменяться. Избыток воды удаляют при помощи фильтровальной бумаги так, чтобы верхний край мениска установился на уровне метки. Пикнометр вытирают снаружи и взвешивают на аналитических весах. «Водное число» пикнометра определяют по формуле:

$$m = m_c - m_0 \qquad (3.2)$$

где m_c – масса пикнометра с водой, г;

m_0 – масса пустого пикнометра, г.

Определение плотности жидких нефтепродуктов

Пикнометр взвешивают на аналитических весах, заполняют испытуемым нефтепродуктом. Более вязкий продукт предварительно перед заполнением пикнометра следует нагреть до 40 °С и пикнометр вместе с нефтепродуктом устанавливают в сушильный шкаф при температуре 50 °С на 20-30 мин. Для удаления пузырьков воздуха.

Помещают пикнометр с нефтепродуктом в водяную баню с температурой 20 °Сна 30 мин и выдерживают до тех пор, пока уровень испытуемого нефтепродукта не перестанет изменяться. Устанавливают уровень исследуемого продукта по верхнему краю мениска и взвешивают пикнометр с нефтепродуктом на аналитических весах.

Определение плотности вязких и твердых нефтепродуктов

Подготовленный пикнометр с известным «водным числом» взвешивают на аналитических весах и заполняют примерно наполовину испытуемым нефтепродуктом, предварительно нагретым до 50 °С. В случае твердого нефтепродукта (битума, твердого парафина и др.) пикнометр заполняют примерно наполовину кусочками испытуемого нефтепродукта. Помещают на 30 мин. для удаления пузырьков воздуха и полного растворения в глицериновую баню и сушильный шкаф, температуру которых поддерживают на 10-20 °С выше температуры плавления или размягчения испытуемого нефтепродукта.

Охлажденный пикнометр с нефтепродуктом устанавливают в водяную баню с температурой 20 °С на 20 мин. Вынимают пикнометр с нефтепродуктом, взвешивают с точностью до 0,0002 г. Наливают в пикнометр с нефтепродуктом дистиллированную воду повыше метки и помещают в водяную баню при 20 °С на 20 мин. Вынимают пикнометр с нефтепродуктом и водой, удаляют избыток воды и снова взвешивают с точностью до 0,0002 г.

Обработка результатов

Расчёт плотности жидких нефтепродуктов:

$$\rho_{20}^{20}=(m_3-m_1)/(m_2-m_1) \quad \text{или} \quad \rho_{20}^{20}=(m_3-m_1)/m_в \qquad (3.3)$$

где ρ_{20}^{20} – видимая плотность нефтепродукта, г/см^3;

m_1 – масса пустого пикнометра, г;

m_2 – масса пикнометра с водой, г;

m_3 – масса пикнометра с нефтепродуктом, г;

$m_в$ – водное число пикнометра, г.

Действительную плотность нефтепродукта определяют по формуле:

$$\rho_4^{20} = 0{,}99703 \cdot \rho_{20}^{20} + 0{,}0012 \qquad (3.4)$$

где 0,99823 – плотность воды при 20 °С, г/см^3;

0,0012 – плотность воздуха при 20 °С и 760 мм. рт. ст., г/см^3.

Расчет плотности вязких и твердых нефтепродуктов:

$$\rho_{20}^{20} = \frac{m_2 - m_1}{m_в - (m_3 - m_2)} \qquad (3.5)$$

где $m_в$ – водное число пикнометра, г;

m_1 – масса пустого пикнометра, г;

m_2 – масса пикнометра с нефтепродуктом, г;

m_3 – масса пикнометра с нефтепродуктом и водой, г.

Действительная плотность вязких и твердых нефтепродуктов ρ_4^{20} рассчитывается по формуле (3.4).

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ К ОТЧЕТУ

1. Что называют абсолютной и относительной плотностью?
2. Каково практическое значение плотности нефти?
3. Как изменяется плотность нефтепродуктов с изменением температуры и давления?
4. Каковы методы определения плотности нефтей и нефтепродуктов?
5. Каковы примерные пределы плотностей для нефтей и различных нефтепродуктов?
6. Каков порядок определения плотности ареометром, пикнометром?
7. Как определить плотность газов?
8. Как рассчитать плотность газа при стандартных и отличных от стандартных условиях?
9. Как рассчитать плотность смеси, если известны плотности компонентов и их соотношение (объёмное, массовое, мольное)?

ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Карманный справочник нефтепереработчика. / под ред. М.Г. Рудина. М.: ЦНИИТЭнефтехим, 2004. 336 с.
2. Мановян А. К. Технология первичной переработки нефти и природного газа: учеб. пособие для вузов / А.К. Мановян; М.: Химия, 1999. – 568 с.
3. ГОСТ ISO 3675-2014. Нефть сырая и нефтепродукты жидкие. Лабораторный метод определения плотности с использованием ареометра. М.: Стандартинформ, 2015. –11с.
4. ГОСТ 3900-85. Нефть и нефтепродукты. Методы определения плотности. М.: Издательство стандартов, 1991. – 60 с.

4. Определение фракционного состава

ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Определение фракционного состава нефтепродуктов.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Фракционным составом называют зависимость количества выкипающего продукта от повышения температуры кипения. Такая зависимость имеет место для любых смесей

веществ, имеющих разные температуры кипения. Для индивидуальных веществ с определенной температурой кипения такой зависимости нет, так как вещество начинает кипеть и полностью выкипает при одной и той же температуре, называемой температурой кипения [1].

Знание фракционного состава нефти необходимо для квалифицированного выбора направления переработки нефтяного сырья. Показатели фракционного состава нефти, такие как выход фракций, перегоняющихся до 350 °С и потенциальное содержание базовых масел, входят в технологическую классификацию нефтей. Фракционный состав нефти определяется обычно методами перегонки или ректификации [2].

В основе всех методов определения фракционного состава нефти лежит дистилляция – физический метод разделения сложной смеси углеводородов нефти на отдельные фракции с различными температурными интервалами кипения путем испарения нефти и последующей дробной конденсацией образовавшихся паров.

В зависимости от числа ступеней конденсации паров различают три варианта дистилляции нефти:

1. простая дистилляция (перегонка) – образующиеся при испарении нефти пары полностью конденсируют;
2. дистилляция с дефлегмацией – из образовавшихся при испарении нефти паров конденсируют часть высококипящих фракций, возвращая их в виде жидкой флегмы в кипящую нефть, а оставшиеся пары, обогащенные низкокипящими компонентами, полностью конденсируют;
3. ректификация – дистилляция с многократно повторяющейся дефлегмацией паров и одновременным испарением низкокипящих компонентов из образующейся флегмы, чем достигают максимальной концентрации низкокипящих фракций в парах перед их полной конденсацией.

Эти три варианта дистилляции нефти положены в основу большинства лабораторных методов определения фракционного состава нефти и нефтепродуктов, причем в первом из них достигается наименьшая четкость выделения фракции из кипящей нефти, а в последнем – наибольшая.

Различают следующие характерные температуры в процесс разгонки нефтепродуктов:

- температура начала кипения: Температура, отмеченная в момент падения первой капли конденсата с конца холодильника во время перегонки в стандартных условиях;
- температура конца кипения: Максимальная температура, отмеченная в период завершающей стадии перегонки в стандартных условиях. Это обычно происходит после выпаривания всей жидкости со дна колбы. Максимальная температура часто используется как синоним температуры конца кипения.
- температура конца перегонки (выпаривания): Температура, отмеченная в момент испарения последней капли жидкости со дна колбы во время перегонки в стандартных условиях. Капли или пленка жидкости на стенке колбы или термометра не учитываются.

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

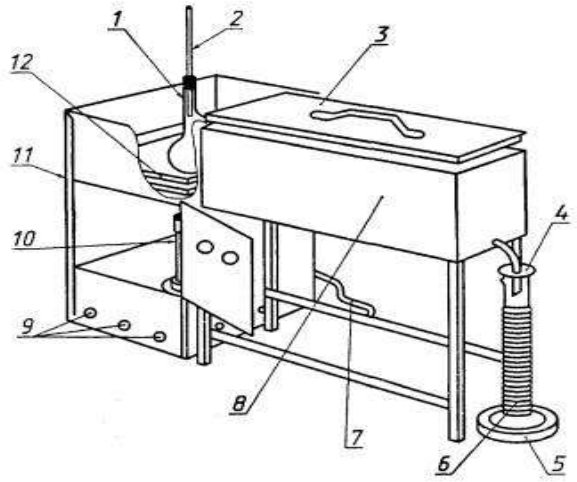
4.1 Метод А

(для автомобильных бензинов, авиационных бензинов, авиационных топлив для турбореактивных двигателей, растворителей с установленной точкой кипения, нафты, керосина, газойлей, дистиллятных жидких топлив и аналогичных нефтепродуктов)

Аппаратура, реактивы, материалы

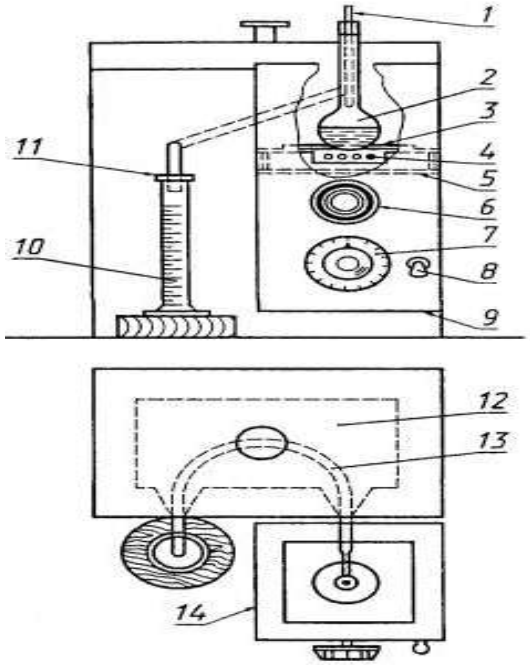
- Стандартные типы приборов представлены на рисунках 4.1 и 4.2. (допускается использовать и другие типы аппаратов)
- Колба для перегонки

- Холодильник и охлаждающая баня
- Металлический экран или кожух для колбы
- Источник нагрева
- Подставка для колбы
- Мерный цилиндр на 100 мл
- Баня, охлаждающая для цилиндра
- Термометры



1 - колба для перегонки; 2 - термометр; 3 - крышка бани; 4 - фильтровальная бумага; 5 - подставка; 6 - мерный цилиндр; 7 - газопровод; 8 - охлаждающая баня; 9 - вентиляционные отверстия; 10 - горелка; 11 - кожух; 12 - асбестовая прокладка

Рисунок 4.1 - Аппарат типа 1 (с применением газовой горелки)



1 - термометр; 2 - колба для перегонки; 3 - асбестовая прокладка; 4 - электрический нагревательный элемент; 5 - подставка; 6 - ручка для регулирования положения колбы; 7 - диск для регулирования нагрева; 8 - выключатель;
9 - открытое дно кожуха;10 - мерный цилиндр;
11 - фильтровальная бумага; 12 - охлаждающая баня;
13 - трубка холодильника; 14 – кожух

Рисунок 4.2 - Аппарат типа 2 (с применением электрического нагревателя)

Проведение испытания

Заполняют охлаждающую баню холодильника, например, колотым льдом, водой, льдом с солью и водой или раствором этиленгликоля так, чтобы вся трубка холодильника находилась в охлаждающей жидкости.

Отбирают 100 $см^3$ пробы мерным цилиндром и переносят по возможности полностью в колбу для перегонки, соблюдая все меры предосторожности так, чтобы ни одна капля жидкости не попала в пароотводную трубку.

Вставляют термометр через отверстие плотно пригнанной пробки в горловину колбы так, чтобы ртутный шарик термометра располагался по центру горловины колбы и нижний конец капилляра находился на одном уровне с самой высокой точкой нижней внутренней стенки пароотводной трубки (см. рис. 4.3).

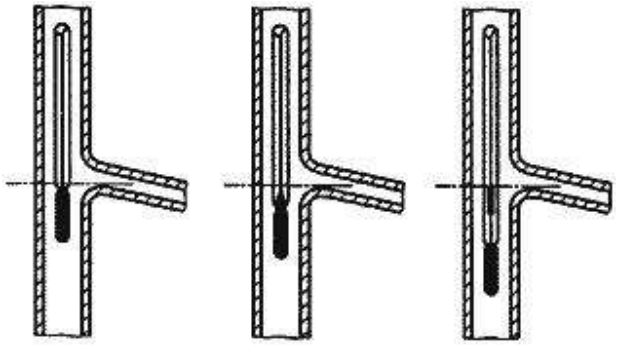


Рисунок 4.3 - Положение термометра в перегонной колбе

Колбу с пробой устанавливают на подставку и с помощью пробки, через которую проходит пароотводная трубка, плотно соединяют ее с трубкой холодильника; закрепляют колбу в вертикальном положении так, чтобы пароотводная трубка входила в трубку холодильника на расстояние от 25 мм до 50 мм.

Мерный цилиндр, которым отмеряли пробу для испытания, помещают без высушивания в баню для цилиндра под нижний конец трубки холодильника с таким расчетом, чтобы конец трубки холодильника находился в центре цилиндра и входил в него на расстояние не более 25 мм, но не ниже отметки 100 $см^3$. Плотно закрывают цилиндр куском фильтровальной бумаги или другого аналогичного материала, подобранного так, чтобы он плотно прилегал к трубке холодильника.

Записывают барометрическое давление.

Нагревают колбу для перегонки с ее содержимым. Регулируют нагрев так, чтобы период времени между началом нагрева и температурой начала кипения соответствовал указанному.

После того, как отмечена температура начала кипения, цилиндр ставят так, чтобы кончик холодильника соприкасался с его внутренней стенкой, а конденсат стекал по стенке. Продолжают регулировать нагрев с таким расчетом, чтобы скорость перегонки от 5 %-ного отгона до получения 95 $см^3$ отгона в мерный цилиндр была постоянной для всех групп. От начала кипения до конца испытания записывают данные через каждые 10 $см^3$. Отмечают температуру конца перегонки.

По мере поступления конденсата через конденсаторную трубку в цилиндр отмечают его объем с интервалом в 2 мин до тех пор, пока два последовательных измерения не дадут одинаковых результатов.

Тщательно измеряют этот объем, записывают его значение с точностью до 0,5 $см^3$ как процент отгона (выхода).

После охлаждения колбы ее содержимое выливают в конденсат, собранный в цилиндре, и дают ему стечь до тех пор, пока не будет наблюдаться значительное увеличение

объема жидкости в мерном цилиндре, записывают этот объем с точностью до 0,5 $см^3$ как восстановленный общий процент продукта.

Процент потерь равен разности 100 и общего восстановленного процента.

4.1 Метод Б

(для нефти и темных нефтепродуктов.)

Реактивы, материалы и оборудование

- Аппарат для разгонки нефтепродуктов или четырехгнездный, или шестигнездный аппарат.
- Колба круглодонная для разгонки по ГОСТ 25336, типа КРН, вместимостью 100 и 250 $см^3$ для разгонки нефти и темных нефтепродуктов.
- Термометр типа ТН-7.
- Цилиндры по ГОСТ 1770, исполнений 1 и 3, вместимостью 10 и 100 $см^3$.
- Секундомер не ниже 2-го класса точности или песочные часы на 1, 3, 5, 10 и 15 мин.
- Горелки газовые с регулятором или электронагреватели с плавным регулированием мощности.
- Барометр.

Проведение испытания

Перед перегонкой нефтепродукты обезвоживают. Обводненную нефть или темный нефтепродукт смешивают с деэмульгатором в герметично закрытом сосуде и нагревают до 40 - 60 °С. Выдерживают при этой температуре 1,5 - 2,0 ч и охлаждают до 20 °С, не открывая сосуда, чтобы избежать потерь легких фракций.

Колбу промывают легким бензином и просушивают воздухом. По мере накопления в колбе коксового остатка его отмывают хромовой смесью или раствором щелочи либо прожигают в муфельной печи.

Сухим, чистым цилиндром отмеряют 100 $см^3$ испытуемого нефтепродукта и осторожно переливают его в колбу так, чтобы жидкость не попала в отводную трубку колбы. Объем нефти и темных нефтепродуктов в цилиндре отсчитывают по верхнему мениску. При наливе в колбу нефтепродукт должен иметь температуру (20 ± 3) °С. Для парафинистых нефтей и жидких парафинов температура при наливе в колбу должна быть (33 ± 3) °С.

В горловину колбы с продуктом вставляют термометр на плотно пригнанной пробке так, чтобы ось термометра совпадала с осью шейки колбы, а верх ртутного шарика находился на уровне нижнего края отводной трубки в месте ее припая (см. рис. 3.3).

Колбы с жидким парафином и нефтью ставят на прокладку с внутренним фасонным отверстием 40/50 мм. Отводную трубку колбы соединяют с верхним концом трубки холодильника при помощи плотно пригнанной пробки так, чтобы отводная трубка входила в трубку холодильника на 25 - 40 мм и не касалась стенок последней. Соединения на корковых пробках заливают коллодием. Затем ставят верхний кожух на огнестойкую асбестовую прокладку, закрывая колбу.

При перегонке темных нефтепродуктов, полученных из парафинистых нефтей и имеющих температуру застывания выше минус 5 °С, а также жидкого парафина температура воды в ванне холодильника в начале перегонки должна быть (50 ± 2) °С, а к концу перегонки может подниматься до 60 - 70 °С за счет теплообмена.

При перегонке нефти в начале температура воды в холодильнике должна быть 0-5 °С. Перегонку ведут без подачи проточной воды в холодильник.

При перегонке парафинистых нефтей при достижении 250 °С температуру воды в холодильнике доводят до 50 °С, добавляя в нее горячую воду.

Записывают барометрическое давление и равномерно нагревают колбу так, чтобы до падения первой капли конденсата с конца трубки холодильника в соответствующий цилиндр прошло:

- 5 - 10 мин - при перегонке нефти;
- 10 - 15 мин - при перегонке жидких парафинов и темных, нефтепродуктов.

При работе на многогнездном аппарате нагревают колбы поочередно, чтобы между моментами падения первых капель из двух различных трубок проходило не менее 2 мин.

Отмечают температуру, показываемую термометром в момент падения первой капли конденсата с конца трубки холодильника в мерный цилиндр, записывают как температуру начала перегонки (начала кипения).

Затем мерный цилиндр устанавливают так, чтобы конденсат стекал по стенке цилиндра. Далее перегонку ведут с равномерной скоростью 2-5 $см^3$ в 1 мин, что соответствует примерно 20 - 25 каплям за 10 с. Для проверки скорости перегонки по количеству капель цилиндр отставляют на короткий промежуток времени от конца трубки холодильника.

Начальную перегонку темных нефтепродуктов ведут так, чтобы скорость отгона первых 8-10 $см^3$ была 2-3 $см^3$ в 1 мин. Далее перегонку ведут со скоростью 4-5 $см^3$ в 1 мин.

При перегонке нефти скорость отгона вначале должна быть 2-5 $см^3$ в минуту, а затем 2-2,5 $см^3$ в 1 мин (одна капля в одну секунду).

В процессе перегонки производят записи в соответствии с нормативной документацией на испытуемый нефтепродукт. Эти данные включают показания термометра при указанном проценте отгона или процент отгона при заданном показании термометра.

Показания термометра записывают с учетом поправок на погрешность термометра, указанных в приложенном к нему свидетельстве, и на барометрическое давление.

После достижения конечной температуры, установленной в нормативной документации на испытуемый нефтепродукт, нагрев колбы прекращают, дают стечь конденсату в течение 5 мин и записывают объем жидкости в цилиндре.

Если в нормативной документации на испытуемый нефтепродукт нормируется температура конца кипения, колбу нагревают до тех пор, пока ртутный столбик термометра не остановится на некоторой высоте, а после этого начинает спускаться. Максимальную температуру, показываемую при этом термометром, записывают как температуру конца кипения. При появлении белых паров анализ считается недействительным. Для таких продуктов за температуру конца кипения принимают температуру, при которой произошла остановка ртутного столбика термометра и еще не появились белые пары. После этого нагрев колбы прекращают, дают стечь конденсату в течение 5 мин и записывают объем жидкости в цилиндре.

После прекращения нагрева колбу охлаждают в течение 5 мин, снимают термометр, отсоединяют колбу от трубки холодильника и осторожно выливают горячий остаток из колбы в измерительный цилиндр вместимостью 10 $см^3$. Цилиндр с остатком охлаждают до (20 + 3) °С и записывают объем остатка с погрешностью не более 0,1 $см^3$.

Разность 100 $см^3$ и суммы объемов конденсата и остатка записывают как процент потерь при перегонке.

При перегонке нефти остаток не измеряют.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух последовательных определений.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ К ОТЧЕТУ

1. Что называют фракционным составом нефти?
2. Какими методами определяют фракционный состав нефти?
3. В чем заключается различие между простой перегонкой и ректификацией?
4. Какие эксплуатационные свойства топлив тесно связаны с данными фракционного состава?
5. Что называют началом и концом кипения?

ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Мановян А. К. Технология первичной переработки нефти и природного газа: учеб. пособие для вузов /А. К. Мановян; М. : Химия, 1999 г. 568 с.
2. ГОСТ 2177-99 Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава.

5. Определение температуры застывания

ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Определение температуры застывания нефтепродуктов.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Нефти, нефтяные фракции и товарные нефтепродукты в случае охлаждения переходят из одного агрегатного состояния в другое. При понижении температуры их отдельные компоненты (углеводороды) или примеси (вода) становятся постепенно более вязкими и малоподвижными, а некоторые из них переходят в твердое состояние и выделяются в виде осадка или кристаллов. Для характеристики низкотемпературных свойств нефтепродуктов введены показатели: температура застывания, температура помутнения и температура начала кристаллизации [1].

За температуру застывания нефтепродуктов принимают максимальную температуру, при которой, налитый в пробирку продукт при охлаждении в стандартных условиях застывает настолько, что при наклоне пробирки с испытуемой жидкостью под углом 45 ° уровень жидкости остается неподвижным в течение 1 мин.

Температура застывания нефтепродукта представляет собой техническую характеристику, по которой судят об эксплуатационных свойствах данного нефтепродукта. Эта характеристика очень важна при транспортировании и применении нефтепродуктов при низких температурах.

Потеря подвижности может быть вызвана либо повышением его вязкости, либо образованием множества кристаллов твердого парафина, загустеванием всей системы. В парафинистых тяжелых нефтепродуктах по мере понижения температуры кристаллы твердых парафинов образуют сетку – кристаллический каркас. Не застывшая часть нефтепродукта находится внутри сетки, следовательно, тоже делается неподвижной. Асфальто-смолистые вещества, адсорбируясь на поверхности кристаллов, способны задерживать процесс кристаллизации парафинов, поэтому температура застывания масляных дистиллятов после их очистки от смол повышается. Существуют вещества, которые при добавлении к минеральным маслам понижают температуру застывания. Такие вещества называют депрессорными присадками или депрессорами [2].

Нефтяные фракции, не содержащие парафиновых углеводородов или содержащие их мало, теряют подвижность вследствие перехода в коллоидное (стеклообразное) состояние, где резко возрастает их вязкость.

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

Определение температуры застывания нефтепродуктов проводят по ГОСТ 20287-91 [3]. Метод заключается в предварительном нагревании образца испытуемого нефтепродукта с последующим охлаждением до температуры, при которой образец остается неподвижным.

Аппаратура, реактивы, материалы:

- пробирка плоскодонная из прозрачного стекла;
- термометры стеклянные;
- пробка для пробирки с отверстием в центре для термометра;
- пробирка-муфта
- штатив с держателями;
- охлаждающая баня;
- секундомер любого типа;

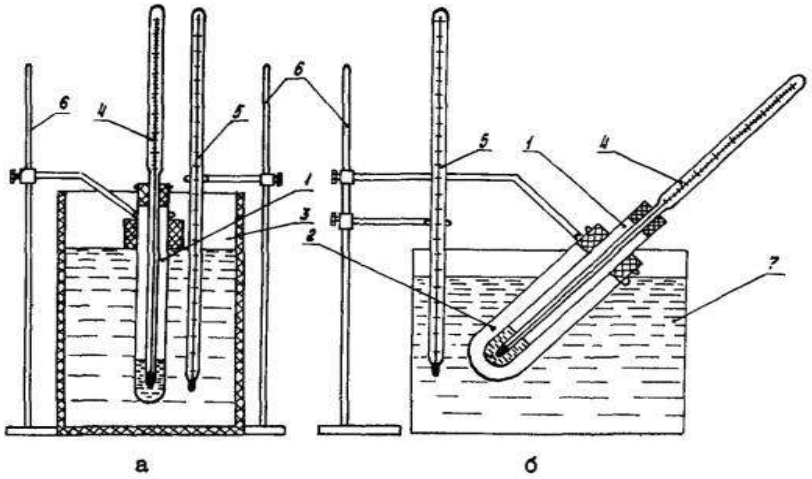
- бумага фильтровальная.

Подготовка к испытанию

Вязкие нефтепродукты подогревают до температуры 45°С.

Обезвоженный нефтепродукт наливают в сухую чистую стеклянную пробирку до метки так, чтобы он не стекался по стенкам пробирки. В пробирку при помощи корковой пробки вставляют соответствующий термометр. Термометр укрепляют так, чтобы он проходил по оси пробирки, а его резервуар находился на расстоянии 8-10 мм от дна пробирки.

Пробирку с нефтепродуктом и термометром помещают в водяную баню, нагретую предварительно до температуры (50±1)°С, и выдерживают до тех пор, пока продукт не примет температуру бани (рис.5.1).



1 – пробирка с нефтепродуктом, 2 – пробирка-муфта, 3 – сосуд для охладительной смеси, 4 – термометр ртутный, 5 - термометр для измерения температуры в сосуде с охладительной смесью,
6 – штатив с держателем, 7 – водяная баня.

Рисунок 5.1 - Схема прибора для определения температуры застывания

Проведение испытания

Пробирку с продуктом и термометром извлекают из водяной бани, вытирают насухо снаружи и закрепляют при помощи корковой пробки в пробирке-муфте так, чтобы стенки её находились на одинаковом расстоянии от стенок муфты. Собранный прибор закрепляют в держателе штатива в вертикальном положении и оставляют при комнатной температуре до тех пор, пока нефтепродукт не охладится до температуры (35±5)°С. Прибор с нефтепродуктом помещают в охлаждающую смесь, температуру которой предварительной устанавливают на 5 °С ниже предполагаемой температуры застывания.

Поддерживают установленную температуру охлаждающей смеси во время охлаждения продукта с точностью до ±1 °С.

Когда продукт в пробирке примет температуру, намеченную для определения температуры застывания, наклоняют прибор под углом 45° и, не вынимая из охлаждающей смеси держат в таком положении в течение 1 мин.

Пробирку с муфтой осторожно вынимают из охлаждающей смеси, быстро вытирают муфту и наблюдают, не сместился ли мениск испытуемого нефтепродукта.

Если мениск сместился, то пробирку вынимают из муфты, снова подогревают до (50±1)°С и проводят новое определение при температуре на 4°С ниже предыдущей до тех пор, пока мениск не перестанет смещаться.

Если мениск не сместился, пробирку вынимают из муфты, снова подогревают до температуры (50±1)°С, проводят новое определение температуры застывания при температуре на 4°С выше предыдущей до тех пор, пока мениск не будет смещаться.

Таким образом, определяют границы застывания (переход от подвижности к неподвижности и наоборот).

Определение повторяют, повышая или понижая температуру испытания на 2°С. Принимают за температуру застывания ту температуру, при которой мениск продукта остается неподвижным, а при повторении испытания при температуре на 2°С выше он сдвигается. Фиксируют эту температуру как установленную для данного опыта.

Для установления температуры застывания продукта проводят два параллельных испытания. Начинают второе испытание с температуры на 2°С выше установленной при первом испытании. Расхождение между результатами параллельных испытаний не должны превышать 2°С.

Обработка результатов

За температуру застывания испытуемого нефтепродукта принимают среднее арифметическое двух определений.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ К ОТЧЕТУ

1. Что такое температура застывания?
2. Для каких товарных нефтепродуктов и в каких пределах она нормируется?
3. Каковы устройства прибора и порядок определения температуры застывания?
4. Как зависит температура застывания нефтепродуктов от их химического и фракционного состава?

ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Карманный справочник нефтепереработчика. / под ред. М. Г. Рудина. М. :ЦНИИТЭнефтехим, 2004. 336 с.
2. Мановян А. К. Технология первичной переработки нефти и природного газа: учеб. пособие для вузов /А. К. Мановян; М. : Химия, 1999 г. 568 с.
3. Национальные стандарты. Нефтепродукты. Методы анализа. Ч. 3. М.: Стандартинформ, 2006.

6. Определение вязкости и индекса вязкости

ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Определение кинематической и условной вязкости нефтепродуктов, а также расчет индекса вязкости.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Вязкостью (внутренним трением) называется свойство жидкостей и газов оказывать сопротивление перемещению одной их части относительно другой. Вязкость один из важнейших показателей качества нефтепродуктов (топлив, масел, битумов), определяющий их смазывающую способность, затраты энергии на перекачку, расход топлива, полнота сгорания и др.

Вязкость нефтепродуктов зависит от их фракционного и химического состава, температуры нагрева. Чем выше температура выкипания нефтепродукта, тем больше его вязкость. При одинаковых условиях и числе углеводородных атомов молекуле вязкость ароматических и нафтеновых углеводородов больше, чем алкановых. С увеличением температуры нагрева вязкость жидкости уменьшается, а газа – увеличивается. Повышение давления приводит к увеличению вязкости нефтепродуктов [1].

Различают динамическую, кинематическую и условную вязкость. Размерность динамической вязкости в системе СИ – Па·с. Размерность кинематической вязкости, т. е.

отношения динамической вязкости к её плотности при одной и той же температуре, в системе СИ – $м^2/с$.

В существующих стандартах на товарные нефтепродукты кинематическая вязкость нормируется в $мм^2/с$ ($1\ мм^2/с = 10^{-6}\ м^2/с = 1$ сСт).

Индекс вязкости зависит от углеводородного состава смазочного масла. Наибольшим индексом вязкости обладают парафиновые углеводороды, наименьшим – полициклические ароматические с короткими боковыми цепями. Индекс вязкости современных смазочных масел находится в пределах 90-125, а перспективных – до 140 единиц.

Определение индекса вязкости осуществляется по соответствующим номограммам [2].

Условную вязкость определяют для высоковязких нефтепродуктов, например, котельных и газотурбинных топлив.

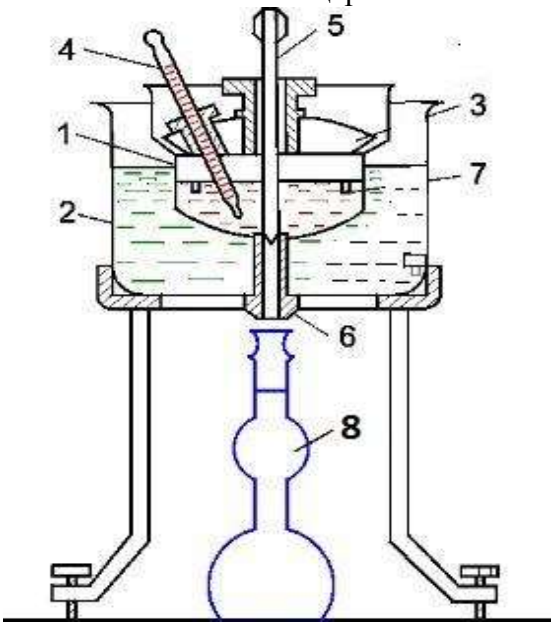
Под условной вязкостью понимают отношение времени истечения из вискозиметра 200 мл испытуемого нефтепродукта при температуре испытания ко времени истечения такого же количества дистиллированной воды при температуре 20°С. Условная вязкость исчисляется в условных градусах. Условная вязкость товарных нефтепродуктов определяется при 50, 80, 100°С.

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

6.1 Определение условной вязкости

Условную вязкость нефтепродуктов определяют по ГОСТ 6258-85 [3]. Вискозиметр для определения условной вязкости показан на рис. 5.1. Он состоит из латунного резервуара с калиброванным отверстием в дне, служащим для истечения испытуемого нефтепродукта. Резервуар помещен в жидкостную баню и имеет крышку с двумя отверстиями. В одно отверстие вставляется термометр, а в другое – деревянный стержень, с помощью которого закрывается выходное отверстие в резервуаре. Температура жидкости в бане измеряется вторым термометром.

При определении вязкости до 80°С в бане используют дистиллированную воду, а при необходимости нагрева до 100°С – масло или глицерин.



1 – баня с электроподогревом, 2 – латунный резервуар,
3 – термометр, 4 – стержень, 5 – выходное отверстие,
6 – трубка, 7 – треножник, 8 – колба.

Рисунок 6.1 - Вискозиметр для определения условной вязкости

Определение постоянной (водного числа) вискозиметра

Опускают конец стержня в выходное отверстие сухого чистого вискозиметра.

Во внутренний резервуар вискозиметра до риски наливают дистиллированную воду, имеющую температуру 20°С.Водой той же температуры заполняют внешний резервуар вискозиметра до расширенной верхней части внутреннего резервуара. Контролируют горизонтальную установку прибора.

Перемешивают воду в обоих резервуарах вискозиметра, поддерживая температуру (20±0,5)°С. Под сточную трубку внутреннего резервуара подставляют колбу, приподнимают стержень и одновременно пускают секундомер. Наблюдают вытекание воды из резервуара. Когда нижний край мениска достигнет мениска достигнет кольцевой метки на колбе, соответствующей вместимости 200 см^3, останавливают секундомер. Повторяют измерение 4 раза. Если результаты измерений отличаются от среднего арифметического не более, чем на 0,5 с, среднее арифметическое записывают как постоянную вискозиметра ($\tau_{20}^{H_2O}$)

Для стандартного вискозиметра водное число должно быть от 50 до 52с.

Проведение испытания

С помощью фильтровальной бумаги осторожно снимают капли оставшейся жидкости. Нагревают воду в бане на 0,5-1,0 °С выше заданной температуры определения.

Внутренний резервуар вискозиметра наполняют до риски предварительно нагретым несколько выше заданной температуры определения нефтепродуктом.

Вискозиметр закрывают крышкой с термометром, под сточное отверстие устанавливают измерительную колбу. После достижения нефтепродуктом заданной температуры определения, следует выждать еще 5 мин, затем вынуть стержень и одновременно включить секундомер. Когда нефтепродукт дойдет до метки, соответствующей 200 см^3, секундомер останавливают.

Обработка результатов

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух последовательных измерений.

Условную вязкость испытуемого нефтепродукта вычисляют по формуле:

$$ВУ_t = \frac{\tau_t}{\tau_{20}^{H_2O}} \quad (6.1)$$

где $ВУ_t$ – условная вязкость нефтепродукта при температуре t, условные градусы;

τ_t – время истечения из вискозиметра 200 см^3 испытуемого нефтепродукта при температуре испытания, с.

$\tau_{20}^{H_2O}$ – водное число вискозиметра, с.

6.2 Определение кинематической вязкости и расчет динамической вязкости

Кинематическую вязкость нефтепродуктов определяют по ГОСТ 33-2000 [4]. Метод заключается в измерении времени истечения определенного объема жидкости под действием силы тяжести через калиброванный стеклянный капиллярный вискозиметр (см. рис. 6.2).

Материалы и оборудование:

- вискозиметры стеклянные, капиллярные;
- штатив с держателем;
- баня с регулируемой температурой;
- термометры жидкостные стеклянные;
- секундомер;
- воронки химические;
- стакан химический;
- вода дистиллированная;
- осушающий растворитель;

– бумага фильтровальная.

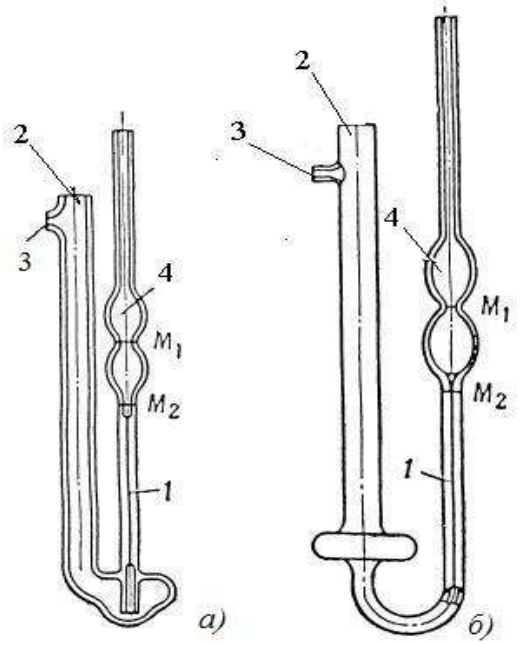


Рисунок 5.2 – Вискозиметры Пинкевича типа ВПЖ-2 (а) и ВПЖ-4 (б)

Порядок выполнения работы

Испытуемый образец наливают в химический стакан объемом 50-100 мл. Нефтепродукты с высокой кинематической вязкостью предварительно разогревают до жидкого состояния.

Вискозиметр заполняют пробой нефтепродукта. Для этого на отводную трубку вискозиметра надевают резиновую трубку (рис. 5.2). Зажимают пальцем колено *2* и переворачивают вискозиметр, опустив колено *1* в стакан с нефтепродуктом, заполняют его с помощью резиновой груши до метки вискозиметра M_2. Нужно следить за тем, чтобы не образовались пузырьки воздуха. В тот момент, когда уровень нефтепродукта достигнет метки M_2, вынимают вискозиметр из сосуда и быстро переворачивают его в нормальное положение.

Снимают резиновую трубку с отвода *3* и надевают его на колено *1*.

Устанавливают вискозиметр в термостат так, чтобы расширение *4* было ниже уровня жидкости в жидкостной бане. Выдерживают вискозиметр в термостате в течение 15 мин. Заполняют колено *1* нефтепродуктом примерно до 1/3 расширения *4*. Определяют время истечения нефтепродукта от метки M_1 до метки M_2 с помощью секундомера. Повторяют измерение. Если два измерения согласуются с установленной величиной определяемости, то рассчитывают среднее арифметическое значение этих измерений.

Обработка результатов

Кинематическую вязкость ν, мм^2/с, рассчитывают по формуле:

$$\nu = C * t \qquad (6.2)$$

где С – калибровочная постоянная вискозиметра, мм^2/с^2;

t – среднее арифметическое значение времени истечения, с.

Динамическую вязкость η, МПа·с, рассчитывают на основании кинематической вязкости по формуле:

$$\eta = \nu \cdot \rho \cdot 10^{-3} \qquad (6.3)$$

где ρ – плотность при той же температуре, при которой определялась кинематическая вязкость, кг/м^3;

ν – кинематическая вязкость, мм^2/с.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ К ОТЧЕТУ

1. Что такое вязкость? В каких единицах измеряется вязкость?
2. Какие типы вязкости различают?
3. Как зависит вязкость нефтепродуктов от их фракционного и химического состава?
4. Как зависит вязкость нефтепродуктов от температуры нагрева?
5. Как зависит вязкость нефтепродуктов от давления?
6. Для каких нефтепродуктов нормируется вязкость?
7. Каково устройство капиллярных вискозиметров? Порядок определения кинематической вязкости.
8. Каковы устройства вискозиметров и порядок определения условной вязкости?

ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Технология переработки нефти. В 4-х частях. Часть первая . Первичная переработка нефти /под ре. О. Ф. Глаголевой и В. М. Капустина. М.: КолосС, 2013. 400 с.
2. Карманный справочник нефтепереработчика. / под ред. М. Г. Рудина. М.: ЦНИИТЭнефтехим, 2004. 336 с.
3. ГОСТ 6258-85. Нефтепродукты. Метод определения условной вязкости. М.: Издательство стандартов, 1993.
4. ГОСТ 33-2000 Метод определения кинематической вязкости и расчет динамической вязкости прозрачных и непрозрачных жидкостей. М.: Стандартинформ, 2016. 22 с.

7. Определение температур вспышки

ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Определение температур вспышки нефтепродуктов в открытом и закрытом тигле.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Температура вспышки – это минимальная температура, при которой пары нефтепродукта, нагреваемого в стандартных условиях, образуют с окружающим воздухом смесь, вспыхивающую при поднесении к ней пламени и гаснущую из-за недостатка горючей массы в этой смеси Температура вспышки нефтепродуктов зависит от пределов их выкипания и наличия низкокипящих компонентов. Чем легче фракция, тем ниже её температура вспышки. Бензиновые фракции имеют отрицательные температуры вспышки (до -40°С), керосиновые – в пределах 28-60°С, дизельные фракции 60-90 °С, масляные 95-310 °С [1].

Температура вспышки – параметр очень чувствительный к наличию летучих веществ: небольшие их примеси, например в тяжелых маслах, существенно снижают этот параметр. Для масел температура вспышки характеризует также наличие в них нежелательных низкокипящих фракций и ранее используемых растворителей. Присутствие влаги и продуктов распада заметно влияет на величину температуры вспышки, поэтому по ней можно судить о чистоте получаемых при перегонке нефтяных фракций.

По температуре вспышки можно судить об огнеопасности нефтепродукта и возможности образования взрывчатых смесей паров нефтепродукта с воздухом.

Для каждого горючего вещества существуют нижний и верхний предел взрываемости его паров с воздухом. Нижний предел взрываемости – это та минимальная концентрация паров горючего вещества в воздухе, при которой избыток воздуха, поглощая выделяющееся при загорании горючего тепло, не позволяет развиваться реакции горения. Верхний предел

взрываемости – это та максимальная концентрация паров горючего в воздухе, при которой недостаток кислорода не позволяет развиваться реакции горения [1].

Температуру вспышки нефтепродуктов определяют двумя методами в открытом и закрытом тиглях. Температура вспышки в закрытом тигле нормируется для реактивных и дизельных топлив, некоторых марок котельных топлив, бензинов-растворителей и других нефтепродуктов. Температура вспышки в открытом тигле нормируется для некоторых марок котельных топлив, смазочных масел и других нефтепродуктов.

Температура вспышки нефтепродуктов, определенная в закрытом тигле, ниже, чем при испытании в открытом тигле, поскольку в закрытом приборе создаются лучшие условия для накопления паров над испаряющейся жидкостью. С повышением температур кипения фракции эта разница возрастает.

Вещества, имеющие в закрытом тигле температуру вспышки ниже 61 °С, относят к легковоспламеняющимся жидкостям (ЛВЖ) которые в свою очередь подразделяются на особоопасные ($t_{всп}$ ниже минус 18 °С), постоянно опасные ($t_{всп}$ от минус 18°С до 23°С) и опасные при повышенной температуре ($t_{всп}$ от 23 °С до 61°С)

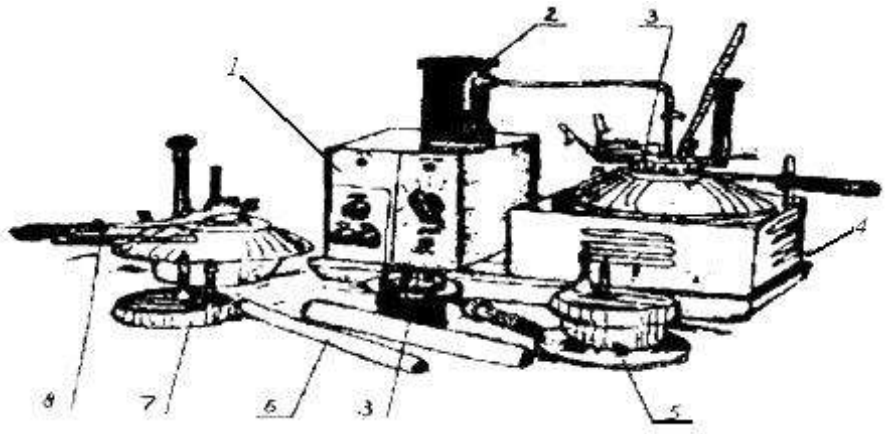
ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

7.1 Определение температуры вспышки в закрытом тигле

Определение температуры вспышки в закрытом тигле Пенски-Мартенса проводят по ГОСТ 2719-2013 [2].

Аппаратура, реактивы, материалы:

- аппарат Пенски-Мартенса для определения температуры вспышки в закрытом тигле (рис. 7.1);



1 – блок управления, 2 – двигатель с приводом мешалки,
3 – тигель, 4 – термоблок, 5 – воздушная баня, 6 – термометр,
7 – нагревательный элемент, 8 – жидкостная баня.

Рисунок 7.1 – Схема прибора для определения температуры вспышки в закрытом тигле

- растворитель для удаления остатков образца из тигля и с крышки;
- термометры стеклянные;
- барометр.

Проведение испытания

При необходимости промывают тигель прибора бензином и тщательно высушивают.

По барометру отмечают давление окружающей среды вблизи аппарата во время испытания.

Тигель заполняют образцом до метки, закрывают и помещают тигель в нагревательную баню. Фиксируют запирающий механизм, затем помещают термометр. Зажигают запальник и регулируют, чтобы его диаметр был в пределах 3-4 мм и включают электрический нагреватель, нагревают со скоростью 5-6 °С/мин. Включаем мешалку.

Если предполагаемая температура вспышки нефтепродукта не выше 110 °С, первую проверку на вспышку проводят при температуре на (23±5) °С ниже теоретической температуры вспышки и далее с интервалами 1 °С. Перемешивание приостанавливают и проводят зажигание, опуская запальник в паровое пространство тигля на 1 с и быстро возвращая в верхнее положение.

Если предполагаемая температура вспышки выше 110 °С, первое испытание на вспышку проводим при достижении температуры нефтепродукта на (23±5) °С ниже ожидаемой температуры вспышки и далее с интервалами 2 °С. Перемешивание приостанавливают и проводят зажигание, опуская запальник в паровое пространство тигля на 1 с и быстро возвращая в верхнее положение.

В качестве температуры вспышки записывают температуру испытуемого нефтепродукта по показаниям термометра в то время, когда пламя зажигательного устройства вызывает четкую вспышку внутри испытательного тигля.

Обработка результатов

За температуру застывания испытуемого нефтепродукта принимают среднее арифметическое двух определений.

Температуру вспышки T_c, с поправкой на стандартное атмосферное давление 101,3 кПа, рассчитывают по формуле:

$$T_c = T_0 + 0{,}25 * (101{,}3 - p) \qquad (6.1)$$

где T_0 – температура вспышки при барометрическом давлении окружающей среды, °С;

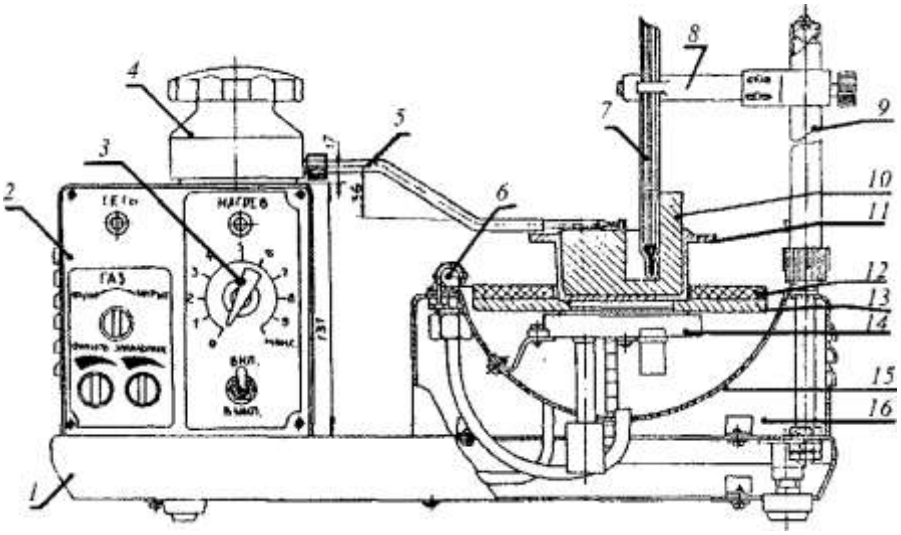
p – барометрическое давление окружающей среды, кПа.

7.2 Определение температуры вспышки в открытом тигле

Определение температуры вспышки в открытом тигле Кливленда проводят по ГОСТ 4333-2014 [3].

Аппаратура, реактивы, материалы:

- аппарат для определения температуры вспышки в открытом тигле по методу Кливленда (рис. 7.2);
- растворитель для очистки;
- бумага фильтровальная;
- вода дистиллированная;
- барометр ртутный;
- термометр ртутный.



1-основание,2-блок управления, 3- ручка регулировки нагрева, 4-ручка, 5- газовое устройство, 6-штуцер воздушный, 7- термометр, 8-зажим, 9-стойка, 1- шаблон, 11-тигель, 12-асбестовая прокладка, 13-нагревательная пластина, 14-нагревательный элемент, 15- отражатель, 16-термоблок

Рисунок 7.2 – Аппарат для определения температуры вспышки в открытом тигле

Проведение испытания

Используя барометр, отмечают давление окружающей среды вблизи аппарата во время проведения испытания.

Тигель заполняют испытуемым нефтепродуктом при температуре окружающей среды так, чтобы верхний мениск точно совпадал с меткой на тигле. Избыток нефтепродукта, пузырьки воздуха и пену с поверхности образца удаляют фильтровальной бумагой.

Зажигают пламя и регулируют его так, чтобы диаметр был 3-5 мм.

В начале испытания нефтепродукт нагревают со скоростью 14-17 °С/мин. Начиная с температуры примерно на 56 °С ниже предполагаемой температуры вспышки, скорость нагрева уменьшают до 5-6 °С/мин.

Когда образец достигнет температуры на (23±5) °С ниже предполагаемой температуры вспышки, каждый раз, при повышении температуры на 2 °С применяют зажигательное устройство. Для этого проводят пламенем в течение 1с по прямой линии в одном направлении через центр тигля. При последующем повышении температуры на 2 °С источник зажигания перемещают в обратном направлении.

За температуру вспышки принимают наименьшую температуру испытуемого образца, при которой применение источника зажигания приводит к воспламенению паров образца и распространению пламени на поверхности жидкости.

Вычисляют температуру вспышки в открытом тигле по формуле (6.1).

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ К ОТЧЕТУ

1. Что такое температура вспышки, воспламенения, самовоспламенения?
2. Как подразделяют легковоспламеняющиеся жидкости в зависимости по температуре вспышки в закрытом тигле?
3. Каковы устройства прибора и порядок определения температуры вспышки?
4. Для чего определяют температуры вспышки нефтепродуктов?

ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Мановян А. К. Технология первичной переработки нефти и природного газа: учеб. пособие для вузов /А. К. Мановян; М. : Химия, 1999 г. 568 с.

2. ГОСТ ISO2719-2013 Нефтепродукты. Методы определения температуры вспышки в закрытом тигле Пенски-Мартенса. М.: Стандартинформ, 2014. –19 с.

3. ГОСТ 4333-2014 Нефтепродукты. Методы определения температур вспышки и воспламенения в открытом тигле. М.:Стандартинформ, 2015. –15с.

8. Определение давление насыщенных паров

ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Определение давления насыщенных паров методом Рейда.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Пар, находящийся в равновесии с жидкостью, является насыщенным. В состоянии насыщения пары обладают наибольшим давлением (упругостью), возможным при данной температуре. Для индивидуальных жидких веществ давление насыщенного пара является физической константой, зависящей только от свойств данной жидкости и от температуры. Для жидкостей неоднородного состава, таких как, например, бензин, давление насыщенных паров при данной температуре является сложной функцией состава бензина и зависит от объема пространства, в котором находится паровая фаза. Поэтому для получения сравнимых результатов практических определений необходимо поддерживать определенное соотношение паровой и жидкой фаз постоянным, т. е. проводить определения в стандартном аппарате [1].

Давление нефтяных паров – важная характеристика нефтяных фракций и нефтепродуктов, необходимая для подавляющего большинства технологических расчетов и в то же время определяющая эксплуатационные свойства нефтепродуктов (топлив, масел, растворителей). Оно свидетельствует о количестве в них растворенных газов и низкокипящих фракций, склонности к испарению, безопасности транспортировки, хранения и применения.

Давление насыщенных паров авиационных и автомобильных топлив является техническим показателем качества этих топлив – нижний предел характеризует наличие пусковых фракций, а верхний позволяется судить о физической стабильности данного топлива и о возможности возникновения паровых пробок. Чем выше давление насыщенных паров, тем большее количество паровой фазы содержится в топливно-воздушной смеси, тем легче и быстрее пуск двигателя.

Температура, при которой давление насыщенных паров становится равным давлению в системе, называется температурой кипения вещества. Давление насыщенных паров резко увеличивается с повышением температуры. При одной и той же температуре большим давлением насыщенных паров характеризуются более легкие нефтепродукты [2].

Давление насыщенных паров измеряется в кПа (Па) и мм. рт. ст. (1 мм. рт. ст. = 133,3 Па= 0,133 кПа).

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

Прибор состоит из металлической бомбы, манометра и водяной бани (рис. 8.1).

Металлическая бомба имеет топливную и воздушную камеры, которые соединяются между собой. Отношение объема воздушной камеры к объему топливной находится в пределах 3,8-4,2. Воздушная камера соединена с манометром. Бомба Рейда погружена в водяную баню, где поддерживается постоянная температура 37,8 °С.



Рисунок 8.1 - Прибор для определения давления паров по Рейду

Проведение испытания

По ГОСТ 31874-2012 [3] определение давления насыщенных паров моторных топлив проводится в герметичной стандартной металлической бомбе Рейда путем замера давления по манометру при 37,8 °С.

Разберите металлическую бомбу, отделив воздушную камеру от топливной.

Перед испытанием пробу, приспособление для переливания пробы, топливную камеру охлаждают до температуры 0-1 °С. Воздушную камеру ополаскивают не менее пяти раз теплой водой выше 32 °С. Это необходимо для удаления паров топлива от предыдущего испытания и для создания постоянной влажности воздуха при испытании.

Топливную камеру ополаскивают 2-3 раза топливом и заполняют пробой так, чтобы топливо переливалось через верх камеры. Затем быстро присоединяют воздушную камеру к топливной камере и к манометру. Собранный аппарат переворачивают и сильно встряхивают несколько раз. При этом наблюдают, не происходит ли утечки топлива из аппарата. Если бомба оказалась негерметичной, то испытание повторяют с новой пробой топлива.

После погружения бомбы Рейда в баню открывают кран и через 15 минут отмечают давление по манометру. Затем закрывают кран, вынимают бомбу из бани, переворачивают её и энергично встряхивают. Снова погружают бомбу в баню и открывают кран. Эту операцию повторяют через каждые две минуты, наблюдая за давлением. Эту процедуру продолжают, пока два показания не будут идентичными, что свидетельствует о достижении равновесия. Это давление отмечают как нескорректированное давление насыщенных паров». Во время испытания замеряют также атмосферное давление по барометру.

Обработка результатов

В отсчитанное по манометру давление насыщенных паров необходимо ввести поправку на изменение давления воздуха и паров воды в воздушной камере, вызванное различием между начальной температурой воздуха и температурой водяной бани. Поправка ΔР (в Па) вычисляется по формуле:

$$\Delta P = \frac{P_{атм} - P_t * (t - 37.8)}{273 + t} - P_{37.8} - P_t \quad (8.1)$$

где $P_{атм}$ – атмосферное давление, Па;

P_t – давление насыщенных паров воды при температуре t, Па;

t – исходная температура воздуха, °С;

$P_{37,8}$– давление насыщенных паров воды при 37,8 °С, Па.

Поправка ΔР вычитается из нескорректированного давления насыщенных паров, если начальная температура воздуха ниже 37,8 °С и прибавляется, если эта температура выше 37,8 °С.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ К ОТЧЕТУ

1. Что называют давлением насыщенных паров?
2. Что характеризует ДНП?
3. Каким методом определяют ДНП?
4. Как изменяются пусковые свойства бензинов с понижением ДНП?

ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Технология переработки нефти. В 4-х частях. Часть первая . Первичная переработка нефти /под ре. О. Ф. Глаголевой и В. М. Капустина. М.: КолосС, 2013. 400 с.

2. Г.В. Тараканов. Современные моторные топлива: учеб. пособие для студентов вузов / Г. В. Тараканов; Астрахан. гос. техн. ун-т. – Астрахань: Изд-во АГТУ, 2010. –164 с.

3. ГОСТ 31874-2012 Нефть сырая и нефтепродукты. Определение давления насыщенных паров методом Рейда. М. : Стандартинформ, 2013. 18 с.

9. Определение содержания воды

ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Определение содержания воды в нефтепродуктах.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Вода может содержаться в нефти и нефтепродуктах в виде суспензии, либо в виде эмульсии. Она может быть в нефтепродукте также в виде растворенной воды [1].

Суспензионная вода может отделиться от нефтепродукта отстаиванием при хранении.

Эмульсионная вода удаляется специальными методами, так как эмульсия стабилизирована различными поверхностно-активными веществами, присутствующими в нефти и нефтепродуктах (соли карбоновых кислот, асфальтосмолистые вещества и т.п.).

Суспензированная и эмульсионная влага удаляется из нефтепродукта при 80-100°С.

Растворенная вода довольно энергично удерживается нефтепродуктом. Её удаление из углеводородов начинается при 130-140°С.

Методы определения воды в нефтепродуктах делятся на две группы: качественные и количественные [2].

Качественными методами можно определить присутствие в нефтепродукте суспензированной, эмульсионной и растворенной воды.

Количественными методами не всегда удается определить растворенную воду. Определяется только суспензированная и эмульсионная вода.

Для определения растворенной воды существуют специальные методы (например, гидрид-кальциевый).

Наиболее удобным и достаточно точным методом количественного определения воды в нефтепродуктах является способ Дина и Старка, принятый в качестве стандартного во многих странах, в том числе и в России.

Метод заключается в отгонке воды из нефтепродукта при помощи добавленного к нему растворителя. Последний образует с водой азеотроп, который после испарения и охлаждения расслаивается в ловушке. По объему выделившейся воды определяют её содержание в объемных или в массовых процентах.

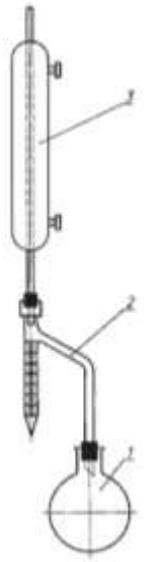
Метод отгонки воды в присутствии азеотропообразующего агента из различных углеводородных и неуглеводородных смесей при помощи растворителей широко применяется в нефтепереработке и нефтехимии. Он используется для осушки бензола в производстве алкилбензолов, а также при производстве синтетических смазочных масел и т.д.

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

Определение содержания воды проводят по ГОСТ 2477-2014 [3].

Аппаратура, реактивы, материалы:

- Аппарат для количественного определения содержания воды в нефтяных продуктах (рис. 8.1);
- Колбы или металлический дистилляционный сосуд вместимостью 500, 1000, 2000 $см^3$;
- Испытуемый нефтепродукт
- Приемник-ловушка
- Чашка фарфоровая
- Цилиндр измерительный вместимостью 100 $см^3$



1 – холодильник водный,
2 – приемник-ловушка,
3 – сосуд дистилляционный,
4 – горелка газовая

Рисунок 9.1 – Аппарат для количественного определения содержания воды в нефтяных продуктах

- Горелка газовая
- Холодильник типа ХПТ с длиной кожуха не менее 300 мм по ГОСТ 25336
- Палочка стеклянная или металлическая проволока
- Растворители безводные углеводородные: толуол, ксилол нефтяной, изооктаны эталонные или изооктан технический, бензин-растворитель (нефрас), нефтяные дистилляты с пределами кипения от 100 °С до 200 °С и от 100 °С до 140 °С
- Пемза или неглазурованный фаянс или фарфор, или олеин, или силиконовая жидкость
- Хромовая смесь
- Дистиллированная вода
- Ацетон
- Секундомер

Проведения испытания

Пробу испытуемого жидкого нефтепродукта хорошо перемешивают пятиминутным встряхиванием в склянке. Затем в нескольких местах (не менее трех) не вблизи стенок сосуда

берут пробы примерно в равных количествах. Пробы складывают вместе в фарфоровую чашку и тщательно перемешивают.

Дистилляционный сосуд, приемник-ловушку и внутреннюю трубку холодильника промывают последовательно нефрасом, ацетоном, водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой и сушат. При загрязнении стеклянной части прибора промывают хромовой смесью, водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой и сушат.

В дистилляционную колбу вводят 100 $см^3$ или 100 г пробы. При применении приемника-ловушки со шкалой 10 $см^3$ количество испытуемого образца (в зависимости от содержания воды) уменьшают так, чтобы объем воды, собравшейся в приемнике-ловушке, не превышал 10 $см^3$.

Затем цилиндром отмеривают 100 $см^3$ растворителя, тщательно перемешивают содержимое колбы до полного растворения испытуемого нефтепродукта и прибавляют в колбу несколько кусочков неглазурованного фаянса или фарфора, или несколько капилляров, или 1-2 г олеина, или несколько капель силиконовой жидкости.

Включить нагреватель, содержимое колбы довести до кипения и далее нагревать так, чтобы скорость конденсации дистиллята в преемнике была от 2 до 5 капель в 1 с.

Металлический дистилляционный сосуд нагревать при положении горелки около 75 мм под дном дистилляционного сосуда. Горелку постепенно поднимать и следить за скоростью дистилляции, которая не должна превышать 5 капель в 1 с.

Если в процессе дистилляции происходит неустойчивое каплеобразование, то следует увеличить скорость дистилляции или остановить на несколько минут приток охлаждающей воды в холодильник.

Если под конец перегонки в трубке холодильника задерживаются капли воды, то их следует смыть растворителем, увеличив для этого на непродолжительное время интенсивность кипячения.

Перегонку прекращают, как только объем воды в приемнике-ловушке не будет увеличиваться и верхний слой растворителя станет совершенно прозрачным. Время перегонки должно быть не менее 30 и не более 60 минут.

Оставшиеся на стенках трубки холодильника капельки воды сталкивают в приемник-ловушку стеклянной палочкой или металлической проволокой.

После того как колба охладится, а растворитель и вода в приемнике примут температуру воздуха в комнате, аппарат разобрать и столкнуть стеклянной палочкой или проволокой капельки воды со стенок приемника-ловушки.

Если в приемнике-ловушке со шкалой 25 $см^3$ собралось более 25 $см^3$ воды, то излишки выпускают в градуированную пробирку.

Если в приемнике-ловушке собралось небольшое количество воды (до 0,3 $см^3$) и растворитель мутный, то приемник-ловушку помещают на 20-30 минут в горячую воду до осветления и снова охлаждают до комнатной температуры.

Затем следует записать объем воды, собравшейся в приемнике-ловушке, с точностью до одного верхнего деления занимаемой водой части приемника-ловушки.

Обработка результатов

Массовую X_1 или объемную X_2 долю воды в нефтепродуктах, %, вычисляют по формулам:

$$X_1 = \frac{V_0}{m} \cdot 100 \quad (9.1)$$

$$X_2 = \frac{V_0}{V} \cdot 100 \quad (9.2)$$

где V_0 – объем воды в приемнике-ловушке, $см^3$

m – масса образца, г

V – объем образца, $см^3$

Результат испытаний округляют с точностью до 0,1 %.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ К ОТЧЕТУ

1. В чем заключается вредное действие воды в нефти, поступающей на НПЗ?
2. Причины образования нефтяных эмульсий.
3. Качественные и количественные методы определения влаги в нефтепродуктах.
4. Деэмульгаторы, их типы, механизм действия.
5. Способы обезвоживания нефтепродуктов.

ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Нефтяные дисперсные системы/ З.И. Сюняев, Р.З. Сафиева, Р.З. Сюняев.- М.: Химия, 1990.226 с.
2. Мановян А. К. Технология первичной переработки нефти и природного газа: учеб. пособие для вузов /А. К. Мановян; М. : Химия, 1999 г. 568 с.
3. ГОСТ 2477-2014. Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания воды.

10. Определение коррозионного воздействия на медную пластинку

ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Определение коррозионного воздействия на медную пластинку.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Коррозия — это разрушение поверхности металла, происходящее под действием химических или электрохимических процессов. Коррозия представляет собой сложный процесс, зависящий от множества факторов, включающих в себя условия окружающей среды, ее концентрацию, температуру, структуру металла и др. Можно выделить следующие типы коррозии: непосредственно химическое взаимодействие, электрохимическую коррозию, щелевую коррозию, межкристаллитную коррозию, водородное повреждение, коррозионное растрескивание под напряжением и др. [1].

Коррозионный износ металлов вызывают самые различные соединения: кислоты, щелочи, вода, многие газы, особенно сернистые, и другие вещества. Коррозия резервуаров, цистерн, топливных баков, трубопроводов, деталей топливоподающей аппаратуры происходит при наличии в топливе коррозионно-агрессивных соединений, таких как водорастворимые (минеральные) кислоты и щелочи, активные сернистые соединения, вода, органические кислоты. Углеводороды топлива коррозии металлов не вызывают.

Наиболее сильное коррозирующее действие оказывают активные сернистые соединения, водорастворимые кислоты и щелочи, а также вода. Содержание этих веществ в бензине и дизельном топливе путем реакции на медную пластинку, а водорастворимых кислот и щелочей, с помощью реакции водной вытяжки, которая должна быть нейтральной [2].

ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

Определение коррозионного воздействия на медную пластинку проводят по ГОСТ 2160-2013 [3].

Аппаратура, реактивы, материалы:

- Медные пластинки
- Эталоны степени коррозии
- Пробирки из боросиликатного стекла
- Углеводородный растворитель
- Водяная баня
- Химический стакан
- Зажим или держатель
- Пинцет

- Бумага или ткань с покрытием из карбида кремния различной степени зернистости,
- Карборундовый порошок
- Гигроскопическая вата
- Секундомер

Проведение испытания

Необходимо удалить пятна с шести граней медной пластинки абразивной бумагой или тканью с карбидом кремния с размером зерен, обеспечивающим необходимое качество обработки поверхности.

Окончательную обработку произвести абразивной бумагой или тканью с карбидом кремния с размером зерен 65 мкм, удаляя все царапины, нанесенные использованной ранее бумагой или тканью других сортов. Промыть медную пластинку погружением в растворитель. Удалить пластинку из растворителя для промывания. Удерживая ее пальцами, защищенными беззольной фильтровальной бумагой, отполировать сначала торцы, а затем боковые поверхности карборундовым порошком с размером зерен 105 мкм, который берут с чистой стеклянной пластинки тампоном из гигроскопической ваты, смоченным каплей растворителя.

Пластинку тщательно отчистить чистыми ватными тампонами и перенести, используя пинцет. Пластинку закрепить в зажиме и отполировать основные поверхности карборундовым порошком, нанесенным на вату. Полирование проводить по продольной оси медной пластинки, направление полирования менять за пределами пластинки. Перед сменой стороны очищать пластинку от металлической пыли чистыми ватными тампонами до тех пор, пока новый тампон не останется чистым.

После этого помещают в химически чистую сухую пробирку 30 мл чистого исследуемого продукта, не содержащего суспендированную или растворенную воду, и ввести медную пластинку не позже чем через 1 мин после завершения окончательного полирования. Закрыть пробирку вентилируемой корковой пробкой и поместить в жидкостную баню, поддерживаемую при температуре испытания с точностью ±1 °С. После завершения установленного времени испытания с точностью ±5 мин вынимают пробирку и аккуратно переносят содержимое пробирки в стакан подходящего размера, например высокий химический стакан вместимостью 150 мл.

Сразу вытащить пластинку пинцетом и погрузить в растворитель для промывания, затем сразу вытащить, осушить беззольным фильтром (промакнуть, но не вытирать) и проверить на наличие потускнения или коррозии. Исследуемую пластинку и эталон степени коррозии размещают так, чтобы свет отражался от них под углом приблизительно 45°.

Обработка результатов

Коррозионность образца определяют сравнением внешнего вида исследуемой пластинки с описанием эталонов коррозии, приведенным в таблице 10.1.

Таблица 10.1 - Классификация эталонов степени коррозии

Классификация эталонов	Степень коррозии	Описание
Свежеотполированная пластинка	-	-
1	Незначительное потускнение	a) Светло-оранжевый цвет, почти такой же, как свежеотполированной пластинки. b) Темно-оранжевый цвет.

Продолжение таблицы 10.1

Классификация эталонов	Степень коррозии	Описание
1	Незначительное потускнение	a) Светло-оранжевый цвет, почти такой же, как свежеотполированной пластинки. b) Темно-оранжевый цвет.
2	Умеренное потускнение	a) Бордово-красный цвет. b) Бледно-лиловый цвет (цвета лаванды). c) Многоцветный - лиловато-синий и/или бордово-красный с серебряным налетом цвет. d) Серебристый цвет. e) Латунно-желтый или золотой цвет
3	Сильное потускнение	a) Однородный пурпурно-красный цвет на медной пластинке. b) Радужный с красным или зеленым оттенком (цвет побежалости) цвет, но не серый
4	Коррозия	a) Прозрачно-черный, темно-серый или коричневый цвет с едва заметной побежалостью зеленого цвета. b) Цвет графита или тусклый черный цвет. c) Блестящий черный цвет.

Записать номер класса в соответствии с описаниями, приведенными в таблице 10.1, а также время и температуру испытания следующим образом:

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ К ОТЧЕТУ

1. Что такое коррозия и коррозионное воздействие?
2. Охарактеризуйте виды коррозии.
3. Порядок определения коррозионного воздействия на медную пластинку
4. Методы борьбы с коррозией

ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Карманный справочник нефтепереработчика. / под ред. М. Г. Рудина. М. :ЦНИИТЭнефтехим, 2004. 336 с.
2. Мановян А. К. Технология первичной переработки нефти и природного газа: учеб. пособие для вузов /А. К. Мановян; М. : Химия, 1999 г. 568 с.
3. Национальные стандарты. Нефтепродукты. Методы анализа. Ч. 3. М.: Стандартинформ, 2006.

11. Определение коксуемости по Конрадсону

ЦЕЛЬ РАБОТЫ

Определение массовой доли коксового остатка по Конрадсону от 0,01 до 30,0 %, относительно нелетучих нефтепродуктов, которые частично подвергаются разложению в процессе перегонки при атмосферном давлении.

ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Коксовый остаток обозначает углеродистый остаток, образующийся при перегонке и пиролизе нефтепродукта. Остаток в основном состоит из углерода, который в дальнейшем может быть подвергнут пиролизу.

Коксовый остаток по методу Конрадсона применяется для исследования и характеристики тяжелых остатков с установок коксования, которые нельзя анализировать по методу. Коксуемость дистиллятного и остаточного котельного топлив служит

приблизительной оценкой склонности топлив образовывать отложения в определенных условиях. Присутствие алкилнитрата в дистиллятных топливах или золообразующих присадок как в дистиллятных, так и остаточных топливах дает коксовый остаток, который выше соответствующего коксового остатка топлива без присадок. Эти значения не коррелируют со склонностью топлива к образованию отложений.

Коксуемость базовых смазочных масел может характеризовать склонность масла образовывать отложения в камерах сгорания, и (или) относительный химический состав масел с аналогичной вязкостью [1].

Определения выхода кокса, или коксуемости, заключается в нагревании нефти или нефтепродукта до высокой температуры без доступа воздуха, т.е. в проведении своеобразной сухой перегонки. В этих условиях сначала идет испарение нефти, а затем происходят реакции деструкции и уплотнения, ведущие к образованию коксового остатка. Наиболее обильное коксообразование связано с уплотнением высокомолекулярных нафтеновоароматических, ароматических и гетероциклических соединений, составляющих основу масляной и смолисто-асфальтовой части нефти; поэтому устанавливается известная преемственность и прямая связь между выходом кокса, с одной стороны, и содержанием в нефти высокомолекулярных гетероциклических и ароматических соединений и смолистых веществ, - с другой [1].

Коксовое число для нефтей колеблется от следов до 9 % и выше, для асфальтенов — примерно 70 %; для силикагелевых смол — примерно 20 %.

Методика определения коксуемости стандартизована в ГОСТ 19932-99 [2].

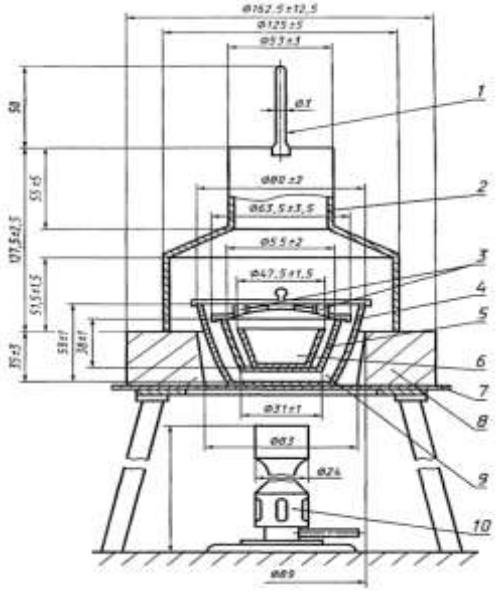
ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

Аппаратура, реактивы, материалы

- Аппарат для определения коксуемости нефтепродуктов (рис. 11.1) [4].

- Фарфоровый тигель 6 , полностью покрытый глазурью, или кварцевый тигель вместимостью (30 ± 1) см^3.

- Внутренний стальной тигель Скидмора 5 с крышкой вместимостью (73,5 ± 8,5) см^3. Тигель снабжен крышкой с двумя горизонтальными отверстиями 3 диаметром 6,5 мм без выпускных трубок. Отверстия должны быть чистыми.



1 - мостик; 2 - кожух; 3 - горизонтальные отверстия;
4 - наружный стальной тигель; 5 - внутренний стальной тигель Скидмора; 6 - фарфоровый или кварцевый тигель;
7 - треугольник (подставка); 8 - подставка (изолятор); 9 - сухой песок 25 см^3;
10 - горелка Меккера или любая другая газовая горелка

Рисунок 11. 1 - Аппарат для определения коксуемости по Конрадсону

- Наружный тигель 4 из листового железа толщиной 0,8 мм. Тигель снабжен крышкой.

- Подставка 7 треугольной формы из чистой нихромовой проволоки диаметром (2,15 ± 0,15) мм таких размеров, чтобы после установки дно тигля с крышкой находилось на одном уровне с нижней частью асбестовой или полой металлической подставки.

- Кожух 2 из листового железа, снабженный верхней вытяжной трубой. Вытяжная труба с перпендикулярными сторонами прикрепляется конусовидной деталью к нижней части конуса. Кожух можно изготавливать из одного куска металла.

- Мостик 1 для указания высоты пламени над вытяжной трубой используют из стальной или нихромовой проволоки диаметром 3 мм.

- Подставка 8 круглой или квадратной формы из керамического термостойкого блока, огнеупорного кольца или полого ящика из листового металла.

- Горелка 10 Меккера или другая газовая горелка.

- Тигли низкие фарфоровые № 4 по ГОСТ 9147.

- Емкость для охлаждения или эксикатор по ГОСТ 25336, или соответствующий сосуд, не содержащий осушающего агента.

- Щипцы тигельные или пинцет никелированный.

- Секундомер не ниже 2-го класса точности, часы любой марки.

- Аппарат для разгонки нефтепродуктов типа АРНС по нормативной документации или аппарат другого типа, обеспечивающий необходимую точность результатов.

- Термометр типа ТН-7 или любой другой термометр с ценой деления не более 1 °С.

- Цилиндры измерительные 1-50, 3-50, 1-100, 3-100 по ГОСТ 1770.

- Колбы КРН-100ТС и КН-2-50ТХС по ГОСТ 25336.

- Соль поваренная пищевая по ГОСТ 13830 или другое твердое обезвоживающее вещество.

- Песок, предварительно прокаленный в муфельной печи при 650 °С в течение 2 ч.

- Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности с пределом взвешивания 200 г.

- Шарики стеклянные диаметром 2,5 мм.

Подготовка к испытанию

Чистый фарфоровый тигель прокаливают в течение 2 ч на гореили в муфельной печи при (800 ± 50) °С, затем охлаждают 1 – 2 мин на воздухе и 1 ч в эксикаторе и взвешивают с погрешностью не более 0,0002г.

Прокаливание, охлаждение и взвешивание повторяют до тех пор, пока расхождения м ежду двумя последовательнымивзвешиваниями не будут превышать 0,0005 г. Пробу испытуемого нефтепродукта тщательно перемешивают в течение 5 мин встряхиванием в склянке, заполненной не более $^3/_4$ объема. Вязкие и парафинистые продукты предварительно нагревают до температуры 50-60 °С. При содержании воды в нефтепродукте более 0,5 % пробу нефтепродукта обезвоживают фильтрованием через прокаленную поваренную соль или другое твердое обезвоживающее вещество.

Проведение испытания

В кварцевый или фарфоровый тигель, доведенный предварительно до постоянной массы, помещают два стеклянных шарика. Нагревают тигель до температуры не ниже 110 °С, охлаждают и взвешивают с точностью 0,0001 г до тех пор, пока расхождение между последовательными взвешиваниями не будет превышать 0,0005 г. Массу для испытания взвешивают с точностью 0,005 г. Тигель с пробой помещают в центр тигля Скидмора.

Выравнивают песок в большом наружном стальном тигле и устанавливают на него тигель Скидмора точно в центр. Закрывают крышками внутренний тигель Скидмора и наружный стальной тигель. Крышка наружного тигля должна обеспечивать выход паров, образующихся при нагревании нефтепродуктов.

На подставку или кольцо помещают проволочный треугольник, на треугольник кладут изолятор, в центр которого помещают комплект тиглей. Комплект накрывают кожухом (колпаком), обеспечивающим равномерное распределение тепла. Аппарат ставят в вытяжной шкаф, в котором не должно быть сильной тяги воздуха.

Под дно наружного тигля подставляют горелку и отмечают время. Нагревают тигли высоким сильным пламенем таким образом, чтобы период от начала нагревания до начала воспламенения паров продолжался (10 ± 1,5) мин (более быстрая перегонка вызывает вспенивание или слишком высокое пламя). Пламя горелки должно быть высоким и некоптящим. При появлении дыма над вытяжной трубой передвигают и наклоняют горелку так, чтобы пламя сосредоточилось на одной стороне тигля и вызвало воспламенение паров. Когда пары загорелись, нагревание временно прекращают, горелку удаляют, и затем перед ее установкой регулируют скорость нагрева так, чтобы пары равномерно горели над вытяжной трубой, но не выше проволочного мостика (50 мм). Если пламя не поднимается выше трубы, нагревание можно увеличить. Для нефтепродуктов с коксуемостью до 1 % период горения должен продолжаться (13 ± 1) мин, при коксуемости выше 1 % - (17 ± 4) мин.

Обработка результатов

Коксуемость нефтепродукта или 10 %-ного остатка при разгонке, %, вычисляют по формуле:

$$\frac{m_3 - m_1}{m_2 - m_1} \cdot 100 \qquad (11.1)$$

где m_1 - масса пустого тигля, г;

m_2 - масса тигля с образцом, г;

m_3 - масса тигля с двумя стеклянными шариками и остатком, г.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ К ОТЧЕТУ

1. В чем заключается сущность метода определения коксуемости?
2. От чего зависит выход кокса?
3. Конструкция аппарата для определения коксуемости?
4. Что такое коксовый остаток?

ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Мановян А. К. Технология первичной переработки нефти и природного газа: учеб. пособие для вузов /А. К. Мановян; М. : Химия, 1999 г. 568 с.

2. ГОСТ 19932-99 Нефтепродукты. Определение коксуемости методом Конрадсона.

Приложение

Федеральное государственное бюджетное общеобразовательное учреждение высшего образования
Астраханский государственный технический университет
Институт нефти и газа

Кафедра «Химическая технология переработки нефти и газа»

_____

(название лабораторной работы)

Студент: _____
Группа: _____
Проверил: _____
Дата: _____

Астрахань – 201_