

Министерство образования Республики Беларусь

Учреждение образования
«Полоцкий государственный университет»



Е. В. Сябарева

ТЕХНОЛОГИЯ ПЕРЕРАБОТКИ НЕФТИ И ГАЗА: ЧАСТЬ 1

Методические указания
к лабораторным работам
для студентов специальности 1-48 01 03
«Химическая технология природных энергоносителей
и углеродных материалов»

Текстовое электронное издание

Новополоцк
Полоцкий государственный университет
2021

1 – дополнительный титульный экран – сведения об издании

УДК 665.6(075.8)

Одобрено и рекомендовано к изданию методической комиссией
механико-технологического факультета
в качестве методических указаний (протокол № 7 от 21.04.2021 г.)

Кафедра технологии и оборудования переработки нефти и газа

РЕЦЕНЗЕНТ:

нач. исследовательской лаборатории ОАО «Нафтан» С. В. КУНЦЕВИЧ

2 – дополнительный титульный экран – производственно-технические сведения

Для создания текстового электронного издания «Технология переработки нефти и газа» использованы текстовый процессор Microsoft Word и программа Adobe Acrobat XI Pro для создания и просмотра электронных публикаций в формате PDF.

Технические требования:

1 оптический диск.

Системные требования:

PC с процессором не ниже Core 2 Duo;

2 Gb RAM; свободное место на HDD 2 Mb;

Windows XP/7/8/8.1/10

привод CD-ROM/DVD-ROM;

мышь

Редактор *Т. А. Дарьянова*

Подписано к использованию 22.09.2021.

Объем издания 1,34 Мб. Заказ 613.

Издатель и полиграфическое исполнение:
учреждение образования «Полоцкий государственный университет».

Свидетельство о государственной регистрации
издателя, изготовителя, распространителя печатных изданий
№ 1/305 от 22.04.2014.

ЛП № 02330/278 от 08.05.2014.

211440, ул. Блохина, 29,
г. Новополоцк,
Тел. 8 (0214) 59-95-41, 59-95-44
<http://www.psu.by>

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	5
Лабораторная работа 1 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ В НЕФТИ (НЕФТЕПРОДУКТАХ).....	6
Лабораторная работа 2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ.....	9
Лабораторная работа 3 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЙОДНЫХ ЧИСЕЛ И СОДЕРЖАНИЯ НЕПРЕДЕЛЬНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ В НЕФТЕПРОДУКТАХ	11
Лабораторная работа 4 ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИСТЫХ СОЛЕЙ В НЕФТИ	14
Лабораторная работа 5 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИНЕМАТИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ НЕФТЕПРОДУКТОВ.....	16
Лабораторная работа 6 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ.....	19
Лабораторная работа 7 УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ В НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТАХ	26
Лабораторная работа 8 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ ЛЕГКИХ НЕФТЕПРОДУКТОВ.....	29
Лабораторная работа 9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА СВЕТЛЫХ НЕФТЕПРОДУКТОВ	33
Лабораторная работа 10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ЗАСТЫВАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ.....	35
Лабораторная работа 11 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕПЛОТВОРНОЙ СПОСОБНОСТИ	37
РАСЧЕТНЫМ СПОСОБОМ.....	37
Лабораторная работа 12 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ФИЛЬТРУЕМОСТИ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА	38
Контрольные вопросы	41
Литература.....	44

ВВЕДЕНИЕ

Технология переработки нефти и газа – одна из основных дисциплин в подготовке инженеров-химиков-технологов.

В ходе выполнения лабораторного практикума студенты закрепляют и углубляют знания, полученные в лекционном курсе, приобретают практические навыки в проведении исследований и обработке их результатов, знакомятся с современными методами анализа сырья и получаемых продуктов. Данные методические указания разработаны на основе стандартизованных методов анализа нефти и нефтепродуктов.

При подготовке к лабораторной работе студенты должны:

- изучить теоретический материал, относящийся к данной работе;
- заполнить лабораторный журнал, занеся в него название работы, основные теоретические сведения о процессе, схему лабораторной установки и краткое описание методики выполнения работы (журнал оформляется индивидуально каждым студентом).

В процессе выполнения работы следует четко представлять себе цель и содержание каждой операции. Окончив работу, студенты представляют преподавателю результаты расчетов. Выполненные работы защищаются в сроки, указанные преподавателем.

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ

К работе в лаборатории допускаются лица, хорошо знающие правила работы с химическими веществами, и прошедшие инструктаж по технике безопасности.

При работе в лаборатории необходимо соблюдать максимальную осторожность, перед выполнением каждой новой операции следует продумать свои действия с точки зрения безопасности.

В лаборатории всегда поддерживается чистота, на рабочих столах не должно быть ничего лишнего.

Категорически запрещается сливать в раковины сильные кислоты и щелочи, нефтепродукты, растворители, ядовитые вещества.

Нельзя оставлять действующие приборы без наблюдения.

Лабораторная работа 1

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВОДЫ В НЕФТИ (НЕФТЕПРОДУКТАХ)

Сущность метода заключается в отгонке воды совместно с растворителем от нефти (нефтепродукта) с последующим их разделением в градуированном приемнике и измерении объема водного слоя.

Аппаратура, посуда, реактивы

- аппарат Дина и Старка;
- колбонагреватель;
- секундомер;
- колба круглодонная вместимостью 500 см³;
- приемник-ловушка градуированный;
- цилиндр мерный на 100 см³;
- растворитель.

Подготовка к испытанию

Испытуемый нефтепродукт (нефть) хорошо перемешивают пятиминутным встряхиванием в склянке, заполненной не более чем на $\frac{3}{4}$ объема. Вязкие и парафинистые нефтепродукты предварительно нагревают до 40–50 °С.

Проведение испытания

Для количественного определения содержания воды в нефти (нефтепродукте) используется аппарат Дина и Старка (рисунок), снабженный приемником-ловушкой вместимостью 10 см³, холодильником с длиной кожуха не менее 30 см и колбой на 500 см³.

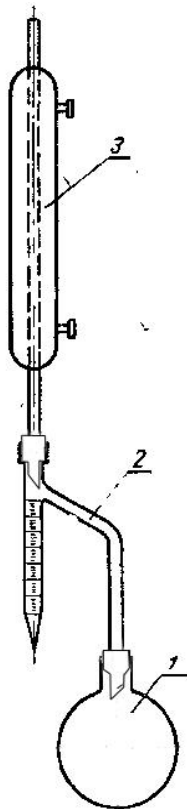
В подготовленную (промытую и высушенную) колбу вводят 100 см³ или 100 г пробы с погрешностью не более 1%. При применении приемника-ловушки вместимостью 10 см³ количество испытуемого образца (в зависимости от содержания воды) уменьшают, чтобы объем воды, собравшейся в приемнике-ловушке, не превышал 10 см³.

Затем мерным цилиндром отмеряют 100 см³ растворителя, помещают его в колбу, тщательно перемешивают содержимое до полного растворения испытуемого нефтепродукта. Во избежание бурного вскипания в колбу кладут несколько кусочков неглазурованного фаянса или фарфора.

Аппаратуру собирают таким образом, чтобы обеспечить герметичность всех соединений и исключить утечку паров и проникновение посторонней влаги. Верхний конец холодильника закрывают неплотным ватным тампоном, чтобы предотвратить конденсацию атмосферной влаги внутри трубки холодильника. Узкогорлую колбу 1 соединяют непосредственно при помощи шлифа, а широкогорлую – при помощи перехода и шлифов с отводной трубкой чистого и сухого приемника-ловушки 2.

К приемнику-ловушке присоединяют при помощи шлифа прочищенный ватой холодильник 3. Собранный аппарат помещают в колбонагреватель и закрепляют на штативе. Пускают холодную воду в кожух холодильника. Включают нагреватель, содержимое

колбы доводят до кипения и далее нагревают так, чтобы скорость конденсации дистиллята в приемнике была от 2 до 5 капель в 1 с. Если в процессе дистилляции происходит неустойчивое каплеобразование, то увеличивают скорость дистилляции или останавливают на несколько минут приток охлаждающей воды в холодильник.



1 – колба; 2 – приемник-ловушка; 3 – холодильник

Рисунок. – Прибор для определения содержания воды

Перегонку прекращают (отключают колбонагреватель), 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 мин. Оставшиеся на стенках трубки холодильника капельки воды стаскивают в приемник-ловушку стеклянной палочкой или металлической проволокой.

После того как колба охладится, а растворитель и вода в приемнике-ловушке примут температуру воздуха в лаборатории, записывают объем воды, собравшейся в приемнике-ловушке, с точностью до одного верхнего деления занимаемой водой части приемника-ловушки и аппарат разбирают. Если в приемнике-ловушке собралось небольшое количество воды (до $0,3 \text{ см}^3$) и растворитель мутен, то приемник-ловушку помещают на 20–30 мин в горячую воду для осветления и снова охлаждают до комнатной температуры. Затем записывают объем воды, собравшейся в приемнике-ловушке, с точностью до одного верхнего деления занимаемой водой части приемника-ловушки.

После охлаждения колбы отработанный нефтепродукт сливают в специальную емкость (слив). Посуду тщательно моют и сушат.

Обработка результатов

Массовую (X) или объемную (X_v) долю воды в процентах вычисляют по следующим формулам:

$$X = \frac{V_v}{m} \cdot 100,$$

$$X_v = \frac{V_v}{V} \cdot 100,$$

где V – объем пробы, см³;

m – масса пробы, г;

V_v – объем воды в приемнике-ловушке, см³;

ρ – плотность образца, измеренная при фактической температуре испытания, г/см³.

Примечание. Для упрощения вычисления плотность воды при комнатной температуре принимают за 1 г/см³, а численное значение объема воды в см³ – за численное значение массы воды в г. При массе нефтепродукта (100 ± 0,1) г за массовую долю воды принимают объем воды, собравшейся в приемнике-ловушке, в см³.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух определений.

Результат испытания округляют с точностью до 0,1%.

Объем воды в приемнике-ловушке 0,03 см³ и меньше считается следами.

Отсутствие воды в испытуемом нефтепродукте определяется состоянием, при котором в нижней части приемника-ловушки не видно капель воды.

В сомнительных случаях отсутствие воды проверяется нагреванием испытуемого нефтепродукта в пробирке, помещенной в масляную баню, до температуры 150 °С. При этом отсутствием воды считается случай, когда не слышен треск.

Прецизионность (точность метода)

Повторяемость. Расхождение между последовательными результатами испытаний, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре в постоянных рабочих условиях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени работы при нормальном и правильном выполнении метода, не должно превышать следующее значение:

– 0,1% – при объеме воды в приемнике-ловушке, менее или равном 1,0 см;

– 0,1% или 2% среднего значения объема (в зависимости от того, какое значение больше) – при объеме воды в приемнике-ловушке более 1,0 см.

Воспроизводимость. Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами, работающими в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в течение длительного времени работы при нормальном и правильном выполнении метода, не должно превышать следующую величину:

– 0,2% – при объеме воды в приемнике-ловушке, менее или равном 1,0 см;

– 0,2% или 10% среднего значения объема (в зависимости от того, какое значение больше) – при объеме воды в приемнике-ловушке более 1,0 см до 10 см;

– 5% значения среднего результата – при объеме воды в приемнике-ловушке более 10 см.

Лабораторная работа 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ВСПЫШКИ НЕФТЕПРОДУКТОВ

Сущность метода заключается в определении минимальной температуры горючего вещества, при которой в условиях испытания над его поверхностью образуется смесь паров и газов с воздухом, способная вспыхивать в воздухе от источника зажигания. Скорость ее образования невелика и количества получаемых паров недостаточно для последующего устойчивого горения, поэтому вспыхнувшая смесь тут же гаснет. Для проведения этого испытания продукт нагревается в закрытом тигле с постоянной скоростью при непрерывном перемешивании и проверяется на вспышку через определенные интервалы температур.

Аппаратура, посуда, реактивы

- автоматический регистратор температуры вспышки «Вспышка-А»;
- стакан 50 см³;
- петролейный эфир;
- ацетон.

Подготовка к испытанию

Испытуемый образец продукта перед анализом перемешивают в течение 5 мин встряхиванием в склянке, заполненной не более чем на 2/3 ее вместимости.

Образцы легких продуктов, имеющих температуру вспышки ниже 50 °С, охлаждают до температуры, которая не менее чем на 17 °С ниже предполагаемой температуры вспышки.

Образцы очень вязких и твердых нефтепродуктов перед испытанием нагревают до достаточной текучести, но не выше температуры, которая на 17 °С ниже предполагаемой температуры вспышки.

Проведение испытания

При определении температуры вспышки нефтепродуктов в закрытом и открытом тигле используется специальный аппарат – автоматический регистратор температуры вспышки «Вспышка-А».

Испытуемый продукт наливают в тигель до метки, не допуская смачивания стенок тигля выше указанной метки. Клавишей *ОТКР* необходимо произвести открытие каретки. После чего тигель устанавливают в нагревательную ванну. Клавишей *ЗАКР* каретка закрывается. В зависимости от испытуемого продукта выбирают ГОСТ, согласно которому должно быть проведено испытание.

Если испытанию подвергают продукт с неизвестной температурой вспышки, то проводят предварительно определение. Этот результат не учитывают, если расхождения между этим определением и последующим превышают норму, указанную ниже.

Обработка результатов

За результат испытания принимают среднее арифметическое не менее двух последовательных определений. Полученное значение температуры вспышки (°С) округляют до целого числа.

Прецизионность (точность метода)

Повторяемость. Два результата определений, полученные одним исполнителем в одной лаборатории, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значений, указанных в таблице.

Воспроизводимость. Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождения между ними не превышают значений, указанных в таблице.

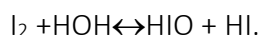
Температура вспышки, °С	Повторяемость, °С	Воспроизводимость, °С
До 104	2	4
Свыше 104	5	8

Лабораторная работа 3

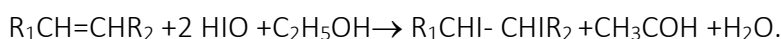
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЙОДНЫХ ЧИСЕЛ И СОДЕРЖАНИЯ НЕПРЕДЕЛЬНЫХ УГЛЕВОДОРОДОВ В НЕФТЕПРОДУКТАХ

Сущность метод заключается в проведении реакции между спиртовым раствором йода и анализируемым нефтепродуктом, оттитровании избытка йода тиосульфатом натрия.

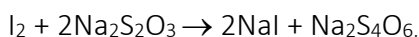
Спиртовой раствор йода реагирует с водой с образованием йодноватистой кислоты по реакции



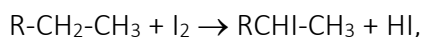
Гидролиз усиливается в присутствии ненасыщенных соединений и особенно при избытке воды. Образовавшаяся йодноватистая кислота вступает во взаимодействие с ненасыщенными соединениями быстрее, чем йод, присоединяясь по месту двойных связей:



Избыток йода оттитровывается тиосульфатом натрия:



Определение необходимо выполнять очень быстро с соблюдением всех рекомендуемых условий. Однако точность метода недостаточна, т.к. возможно протекание побочных реакций замещения:



что приводит к завышенным результатам. С другой стороны, ввиду плохой растворимости некоторых топлив в спирте возможно получение заниженных результатов за счет неполноты реакции присоединения йода. Методика анализа проста и требует небольшой затраты времени.

Аппаратура, посуда, реактивы

- колбы с притертой пробкой вместимостью 500 см³;
- цилиндры вместимостью 25 и 250 см³;
- капельница;
- бюретка;
- спирт этиловый ректифицированный или ацетон (при анализе дизельного топлива);
- тиосульфат натрия, 0,1н раствор;
- вода дистиллированная;
- калий йодистый, 20%-ный водный раствор;
- крахмал, 0,5%-ный раствор;
- спиртовой раствор йода;
- весы лабораторные.

Проведение испытания

Для взятия навески нефтепродукта его наливают в капельницу и взвешивают. В коническую колбу вводят 15 см³ этилового спирта и из капельницы отсчитывают 13–15 капель нефтепродукта, после чего ее вновь взвешивают для определения массы добавленного нефтепродукта. Если нефтепродукт взят в ампуле, то в коническую колбу наливают 5 см³ этилового спирта, разбивают в нем стеклянной палочкой ампулу, следя за тем, чтобы капилляр при этом был измельчен, и обмывают палочку и стенки колбы 10 см³ этилового спирта.

При анализе дизельных топлив и реактивного топлива Т-6 навеску вносят в колбу с 15 см³ ацетона.

Мерным цилиндром отмеряют 25 см³ спиртового раствора йода и приливают в колбу. Плотнo закрывают ее пробкой, предварительно смоченной раствором йодистого калия, осторожно встряхивают колбу. Прибавляют 150 см³ дистиллированной воды, быстро закрывают колбу пробкой, содержимое колбы встряхивают в течение 5 мин и оставляют в темноте еще на 5 мин. Обмывают пробку и стенки колбы небольшим количеством дистиллированной воды. Добавляют 20–25 см³ раствора йодистого калия и титруют раствором тиосульфата натрия. Когда жидкость в колбе примет светло-желтый цвет, прибавляют от 1 до 2 см³ раствора крахмала и продолжают титровать до исчезновения синевато-фиолетового окрашивания.

Для вычисления йодного числа проводят контрольный опыт.

После проведения анализа растворы сливаются в раковину, посуда тщательно моется и сушится, бюретка заполняется дистиллированной водой.

Обработка результатов

Йодное число (X) испытуемого нефтепродукта, г йода на 100 г нефтепродукта, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V - V_1) \cdot F \cdot 0,01269}{m} \cdot 100,$$

где V – объем 0,1н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование в контрольном опыте, см³;

V_1 – объем 0,1н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование испытуемого нефтепродукта, см³;

F – фактор 0,1н раствора тиосульфата натрия, $F = 1$;

0,01269 – количество йода, эквивалентное 1 см³ 0,1н раствора тиосульфата натрия;

m – масса испытуемого нефтепродукта, г.

Массовую долю непредельных углеводородов, % (X_1) в нефтепродукте, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{X \cdot M}{254},$$

где X – йодное число нефтепродукта, г йода на 100 г нефтепродукта;

M – средняя молярная масса непредельных углеводородов анализируемого нефтепродукта (таблица).

Таблица. – Зависимость молярной массы непредельных углеводородов от температуры выкипания 50%-ной фракции (по объему)

Температура выкипания 50%-го отгона фракций, °С	Молярная масса непредельных углеводородов, кг/кмоль	Температура выкипания 50%-го отгона фракций, °С	Молярная масса непредельных углеводородов, кг/кмоль
50	77	175	144
75	87	200	161
100	99	225	180
125	113	250	200
150	128	260	208

Прецизионность (точность метода)

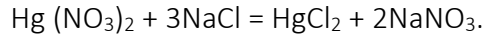
Повторяемость. Два результата определений, полученные в одинаковых условиях одним исполнителем на одной и той же аппаратуре и пробе нефтепродукта, признаются достоверными (с 95%-ной достоверностью), если расхождение между ними не превышает 10% от величины меньшего результата.

Воспроизводимость. Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях на одной и той же пробе нефтепродукта, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 20% от величины меньшего результата.

Лабораторная работа 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИСТЫХ СОЛЕЙ В НЕФТИ

Метод заключается в экстрагировании солей из нефти горячей водой и титровании водной вытяжки хлоридов раствором азотнокислой ртути по реакции



Аппаратура, посуда, реактивы

- воронка делительная вместимостью 500 см³;
- колбы конические вместимостью 250 см³;
- цилиндры мерные на 10 и 50 см³;
- воронка стеклянная конусообразная;
- стакан стеклянный вместимостью 50 см³;
- бюретка;
- электроплитка;
- ртуть азотнокислая, 0,01н раствор;
- дифенилкарбазид, 1%-ный спиртовой раствор;
- кислота азотная, 0,2н раствор;
- деэмульгатор, 2%-ный водный раствор;
- вода дистиллированная;
- бумага фильтровальная.

Подготовка к испытанию

Анализируемую нефть хорошо перемешивают 10 мин встряхиванием (механически или вручную) в склянке, заполненной на 2/3 ее вместимости. Сразу после встряхивания в мерный цилиндр отбирают 50 см³ нефти. При анализе эмульгированной или высокосмолистой вязкой нефти пробу отбирают по массе.

Проведение испытания

Пробу переносят количественно в делительную воронку. Содержимое воронки перемешивают 1–2 мин. К пробе анализируемой нефти приливают 50 см³ предварительно нагретой до 50–60 °С дистиллированной воды и экстрагируют хлористые соли, перемешивая содержимое в течение 10 мин. Если при экстрагировании образуется эмульсия нефти с водой, то для ее разрушения добавляют 5–7 капель 2%-го раствора деэмульгатора. Затем закрепляют воронку в лапке штатива и дают время для отстаивания. После отстоя фильтруют водный слой через стеклянную конусообразную воронку с бумажным фильтром в коническую колбу вместимостью 250 см³.

При индикаторном титровании в колбу с подготовленной водной вытяжкой приливают 2 см³ раствора азотной кислоты и 10 капель индикатора (дифенилкарбазид) и титруют раствором азотнокислой ртути до появления слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Окраску анализируемого раствора сравнивают с дистиллированной водой.

При проведении контрольного опыта в коническую колбу наливают 50 см³ дистиллированной воды, 2 см³ раствора азотной кислоты, 10 капель дифенилкарбазида

и титруют раствором азотнокислой ртути до появления слабого розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин.

После проведения анализа растворы сливают в раковину, посуду тщательно моют и сушат, бюретку заполняют дистиллированной водой.

Обработка результатов

Массовую концентрацию хлористых солей (X_1), в мг хлористого натрия на 1 дм³ нефти, вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot 1000 \cdot A}{V_3},$$

где V_1 – объем раствора азотнокислой ртути, израсходованный на титрование водной вытяжки, см³;

V_2 – объем раствора азотнокислой ртути, израсходованный на титрование в контрольном опыте (без пробы нефти), см³;

V_3 – объем нефти, взятой для анализа, см³;

T – титр раствора азотнокислой ртути, в миллиграммах хлористого натрия на 1 см³;

1000 – коэффициент для пересчета массовой концентрации хлористых солей в 1 дм³ нефти;

A – коэффициент, выражающий отношение объема, до которого была разбавлена водная вытяжка анализируемой нефти, к объему раствора, взятому из мерной колбы для титрования (при титровании всей водной вытяжки коэффициент $A = 1$).

Массовую долю хлористых солей в нефти (X_2), % (в пересчете на NaCl), вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{X_1 \cdot 100}{B \cdot C \cdot \rho},$$

где X_1 – массовая концентрация хлористых солей в нефти в миллиграммах хлористого натрия на 1 дм³ нефти;

B и C – коэффициенты пересчета кубических дециметров в кубические сантиметры (1000) и граммов в миллиграммы (1000);

ρ – плотность анализируемой нефти, г/см³.

Прецизионность (точность метода)

Повторяемость. Два результата определений, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает значений, приведенных в таблице.

Массовая концентрация хлористых солей, мг/дм ³	Сходимость, мг/дм ³ *
До 10	1,5
Свыше 10 до 50	3,0
» 50 » 200	6,0
» 200 » 1000	25,0
» 1000	4 % от среднего значения

Лабораторная работа 5

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИНЕМАТИЧЕСКОЙ ВЯЗКОСТИ НЕФТЕПРОДУКТОВ

Сущность метода заключается в измерении калиброванным стеклянным вискозиметром времени истечения, в секундах, определенного объема испытуемой жидкости под влиянием силы тяжести при постоянной температуре. Кинематическая вязкость является произведением измеренного времени истечения на постоянную вискозиметра.

При определении кинематической вязкости нефтепродуктов могут использоваться следующие вискозиметры:

- типа ВПЖ-1 (рисунок 1) – применяются для измерения вязкости прозрачных (непрозрачных жидкостей) нефтепродуктов; эти приборы рекомендуется применять при положительной температуре;
- типа ВПЖ-2 (рисунок 2) и типа Пинкевича (рисунок 4) применяются для измерения вязкости прозрачных (непрозрачных) нефтепродуктов при положительной и отрицательной температурах;
- типа ВНЖ (рисунок 3) применяются для измерения вязкости непрозрачных нефтепродуктов.

Вязкость может определяться как при высоких, так и при низких температурах. Для этого используются термостатирующие устройства – термостаты, обеспечивающие длительное поддержание заданной температуры. Термостат может быть наполнен следующими жидкостями: спиртом этиловым техническим (гидролизным) или спиртом этиловым синтетическим, техническим изооктаном – для температуры от минус 60 °С до 0 °С; дистиллированной водой – для температуры от 0 °С до плюс 90 °С; чистым глицерином или глицерином, разбавленным водой в соотношении 1:1, светлым нефтяным маслом; 25%-ным водным раствором азотнокислого аммония – для температуры выше плюс 90 °С.

Для охлаждения жидкостей в термостате применяют лед, твердую углекислоту (сухой лед), жидкий азот.

Аппаратура, посуда, реактивы

- вискозиметр;
- груша резиновая;
- стакан стеклянный вместимостью 50 см³;
- штатив;
- секундомер;
- термостат.

Подготовка к испытанию

Для определения кинематической вязкости испытуемого нефтепродукта подбирают вискозиметр с таким расчетом, чтобы время истечения этого нефтепродукта было не менее 200 с. Перед определением вязкости вискозиметр должен быть тщательно промыт растворителем и высушен. При наличии воды в нефтепродукте его осушают безводным сульфатом натрия или крупнокристаллической поваренной солью, после чего отфильтровывают.

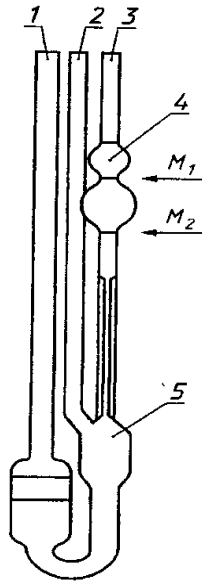


Рисунок 1. – Вискозиметр типа ВПЖ-1

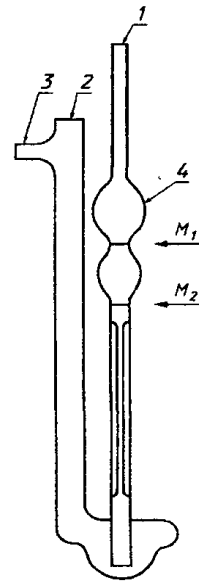


Рисунок 2. – Вискозиметр типа ВПЖ-2

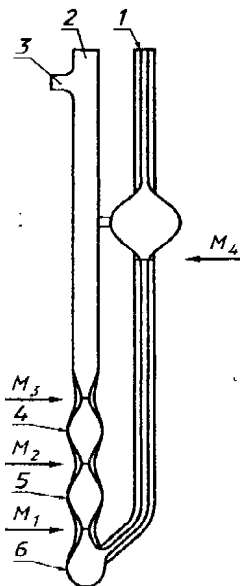


Рисунок 3. – Вискозиметр типа ВНЖ

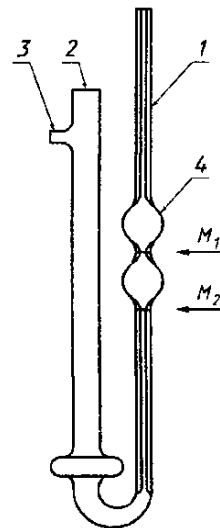


Рисунок 4. – Вискозиметр типа Пинкевича
(и типа ВПЖ-4)

Проведение испытания

Для заполнения вискозиметров типа ВПЖ-2, ВПЖ-4 и Пинкевича на отводную трубку 3 надевают резиновую трубку. Далее, зажав пальцем колено 2 и перевернув вискозиметр, опускают колено 1 в сосуд с нефтепродуктом и засасывают его (с помощью груши, водоструйного насоса или иным способом) до метки M_2 , следя за тем, чтобы в жидкости не образовались пузырьки воздуха. В тот момент, когда уровень жидкости достигает метки M_2 , вискозиметр вынимают из сосуда и быстро переворачивают его в нормальное положение.

Снимают с внешней стороны конца колена 1 избыток жидкости и надевают на его конец резиновую трубку. Затем засасывают жидкость в колено 1, примерно до 1/3 высоты

расширения 4. Сообщают колону 1 с атмосферой и определяют время опускания мениска жидкости от метки M_1 до M_2 (см. рисунок 4). Во всех вискозиметрах, за исключением вискозиметра типа ВНЖ, производят несколько измерений времени течения жидкости. Для повторных измерений перекачивают жидкость с помощью груши, подсоединенной к отводу 3 до 1/3 высоты расширения 4. Наименьшее число измерений в зависимости от времени опыта должно быть:

- время опыта от 200 до 300 с – пять измерений;
- время опыта от 300 до 600 с – четыре измерения;
- время опыта свыше 600 с – три измерения.

После проведения испытания нефтепродукт сливают в стаканчик, вискозиметр промывают прямогонным бензином, затем ацетоном.

Обработка результатов

Вычисляют среднее арифметическое времени истечения нефтепродукта в вискозиметре, кроме времени истечения в вискозиметре типа ВНЖ, когда производят только одно измерение. Среднюю арифметическую величину вычисляют с точностью до 0,1 с.

Кинематическую вязкость испытуемого нефтепродукта определяют по формуле

$$\nu = C \cdot \tau,$$

где C – постоянная вискозиметра, $\text{мм}^2/\text{с}^2$;

τ – среднее арифметическое времени истечения нефтепродукта в вискозиметре, с.

Кинематическую вязкость нефтепродукта вычисляют с точностью до четвертой значащей цифры.

Прецизионность (точность метода)

Повторяемость. Расхождение результатов последовательных определений времени истечения жидкости, полученных одним и тем же оператором, работающим на одном и том же приборе при постоянных условиях, не должны превышать 0,5%.

Лабораторная работа 6

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЛОТНОСТИ НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТОВ

I. Определение плотности ареометром

Сущность метода заключается в погружении ареометра в испытуемый продукт, снятии показания по его шкале при температуре определения и пересчете результатов на плотность при температуре 20 °С.

Ареометр представляет собой тело вытянутой (чаще всего цилиндрической) формы, утяжеленное в своей нижней части. Форма ареометра должна быть строго симметрична по отношению к вертикальной оси. По принципу действия возможны два типа ареометров: ареометры с постоянной массой (наиболее употребительный тип) и ареометры с постоянным объемом.

Первый тип (рисунок 1) основан на погружении ареометра в исследуемый жидкий нефтепродукт на различную глубину в зависимости от плотности жидкости; в этом случае ареометр должен быть снабжен шкалой.

Второй (рисунок 2) – на погружении ареометра в жидкость всегда на определенную глубину; в этом случае ареометр должен быть снабжен меткой, до которой он погружается в нефтепродукт, и специальным приспособлением для нагрузки (весы Вестфалья–Мора).

Наиболее распространенным является метод определения плотности ареометром с постоянной массой.

Аппаратура, посуда, реактивы

- ареометры;
- мерный цилиндр 100 см³;
- термостат;
- весы аналитические;
- ацетон.

Проведение испытания

Определение плотности ведется следующим образом: нефтепродукт осторожно, по стеклянной палочке (чтобы не образовывалось пены), наливается в стеклянный цилиндр, установленный на ровной поверхности. При этом необходимо следить за тем, чтобы в нефтепродукте не образовывалось пузырьков воздуха. После того как испытуемый нефтепродукт примет температуру окружающей среды, в него медленно и осторожно вводят чистый и сухой ареометр, держа его за верхний конец. После прекращения колебания ареометра производится отсчет по верхнему краю мениска. Температура определения отсчитывается либо по термометру ареометра, если ареометр снабжен термометром, либо по термометру, дополнительно погруженному в цилиндр. По округленному значению температуры и плотности, определенной по шкале ареометра, находят плотность испытуемого продукта при 20 °С по таблице 1.

Этот метод, принятый как стандартный, применяется, главным образом, при приемочных испытаниях нефтепродуктов и при заводском контроле качества продукции. Им также пользуются во всех случаях, когда требуется быстро и не слишком точно определить плотность нефтепродуктов. Точность, которую можно получить при определении

плотности ареометром, не слишком высока. Когда необходимо определить плотность высоковязких нефтепродуктов, на практике поступают следующим образом: густой нефтепродукт разбавляют точно равным объемом керосина известной плотности. Плотность определяют способом, описанным выше.

Если плотность густого (испытуемого) нефтепродукта ρ , плотность керосина ρ_1 , то при условии равных объемов плотность раствора ρ_2 определяется как

$$\rho = 2\rho_2 - \rho_1.$$

Таблица 1. – Перевод плотности при температуре испытания в плотность при 20 °С

Температура испытания, °С	Плотность по шкале ареометра, г/см ³									
	0,800	0,810	0,820	0,830	0,840	0,850	0,860	0,870	0,880	0,890
	Плотность при 20 °С									
15,0	0,7965	0,8065	0,8166	0,8266	0,8367	0,8467	0,8567	0,8667	0,8768	0,8868
15,5	0,7968	0,8069	0,8169	0,8270	0,8370	0,8470	0,8570	0,8671	0,8771	0,8871
16,0	0,7972	0,8072	0,8173	0,8273	0,8373	0,8474	0,8574	0,8674	0,8774	0,8874
16,5	0,7975	0,8076	0,8176	0,8276	0,8377	0,8477	0,8577	0,8677	0,8777	0,8877
17,0	0,7979	0,8079	0,8179	0,8280	0,8380	0,8480	0,8580	0,8681	0,8781	0,8881
17,5	0,7982	0,8083	0,8183	0,8283	0,8383	0,8483	0,8584	0,8684	0,8784	0,8884
18,0	0,7986	0,8086	0,8186	0,8287	0,8387	0,8487	0,8587	0,8687	0,8787	0,8887
18,5	0,7989	0,8090	0,8190	0,8290	0,8390	0,8490	0,8590	0,8690	0,8790	0,8890
19,0	0,7993	0,8093	0,8193	0,8293	0,8393	0,8493	0,8593	0,8694	0,8794	0,8894
19,5	0,7996	0,8097	0,8197	0,8297	0,8397	0,8497	0,8597	0,8697	0,8797	0,8897
20,0	0,8000	0,8100	0,8200	0,8300	0,8400	0,8500	0,8600	0,8700	0,8800	0,8900
20,5	0,8004	0,8103	0,8203	0,8303	0,8403	0,8503	0,8603	0,8703	0,8803	0,8903
21,0	0,8007	0,8107	0,8207	0,8307	0,8407	0,8507	0,8607	0,8706	0,8806	0,8906
21,5	0,8011	0,8110	0,8210	0,8310	0,8410	0,8510	0,8610	0,8710	0,8810	0,8910
22,0	0,8014	0,8114	0,8214	0,8313	0,8413	0,8513	0,8613	0,8713	0,8813	0,8913
22,5	0,8018	0,8117	0,8217	0,8317	0,8417	0,8516	0,8616	0,8716	0,8816	0,8916
23,0	0,8021	0,8121	0,8220	0,8320	0,8420	0,8520	0,8620	0,8719	0,8819	0,8919
23,5	0,8025	0,8124	0,8224	0,8323	0,8423	0,8523	0,8623	0,8723	0,8823	0,8922
24,0	0,8028	0,8128	0,8227	0,8327	0,8427	0,8526	0,8626	0,8726	0,8826	0,8926
24,5	0,8032	0,8131	0,8231	0,8330	0,8430	0,8530	0,8629	0,8729	0,8829	0,8929
25,0	0,8035	0,8134	0,8234	0,8334	0,8433	0,8533	0,8633	0,8732	0,8832	0,8932

II. Определение плотности пикнометром

Пикнометрический метод определения плотности основан на сравнении массы нефтепродукта в определенном объеме с массой воды в том же объеме и при той же температуре.

Метод применяется для определения плотности нефти, жидких и твердых нефтепродуктов, а также гудронов, асфальтов, битумов, креозота и смеси этих продуктов с нефтепродуктами, кроме сжиженных и сухих газов, получаемых при переработке нефти и легколетучих жидкостей.

К пикнометрам обычного типа, применяемым в нефтяных лабораториях для определения плотности жидких нефтепродуктов, относятся: пипеткообразный пикнометр Шпренгеля–Оствальда (рисунок 3), пикнометр с капиллярным отверстием в пробке (рисунок 4) и пикнометр Реньо (рисунок 5).



Рисунок 1. – Ареометр с постоянной массой

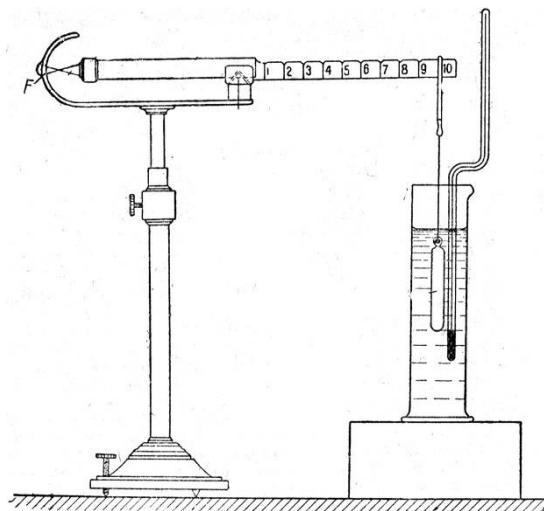


Рисунок 2. – Весы Вестфалья–Мора (ареометр с постоянным объемом)

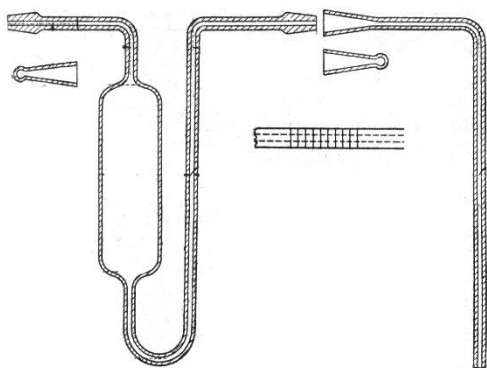


Рисунок 3. – Пикнометр Шпренгеля–Оствальда

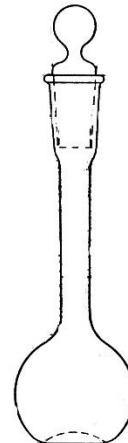


Рисунок 4. – Пикнометр Реньо



Рисунок 5. – Капиллярный пикнометр

Аппаратура, посуда, реактивы

- пикнометры;
- весы типа ВЛА-200;
- пипетка;
- фильтровальная бумага,
- ацетон.

Проведение испытания

Подготовка пикнометра. Пикнометр и пробку с капилляром тщательно моют хромовой смесью, затем водой. Ополаскивают дистиллированной водой, потом ацетоном или спиртом. Такую промывку ведут перед калибровкой или при неравномерном смачивании пикнометра жидкостью. Для предотвращения появления статического заряда поверхность пикнометра протирают слегка увлажненным куском ткани.

Подготовленный пикнометр взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, наполняют при помощи пипетки дистиллированной свежeproкипяченной и охлажденной до 18–20 °С водой (пикнометры типов ПЖ-1, ПЖ-2, ПТ – немного выше метки; пикнометр типа ПЖ-3 – до полного заполнения), следя за тем, чтобы в пикнометр не попали воздушные пузырьки, и погружают до горловины в термостат или баню с температурой 20 °С.

Пикнометр выдерживают при 20 °С в течение 30 мин. Когда уровень воды в шейке пикнометра с меткой перестанет изменяться, избыток воды отбирают пипеткой или фильтровальной бумагой и вытирают шейку пикнометра внутри. Уровень воды в пикнометре устанавливают по верхнему краю мениска. Пикнометр с установленным при 20 °С уровнем воды тщательно вытирают снаружи безворсовой тканью, снимают статический заряд и взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г. «Водное число» пикнометра (m) вычисляют по формуле

$$m = m_c - m_0,$$

где m_c – масса пикнометра с водой, г;
 m_0 – масса пустого пикнометра, г.

«Водное число» пикнометра устанавливают перед первым использованием пикнометра и не реже одного раза после 20 определений плотности продуктов.

Определение плотности продукта

Проведение испытания для жидких нефтепродуктов. Подготовленный пикнометр с установленным «водным числом» взвешивают с погрешностью 0,0002 г, заполняют испытуемым продуктом с помощью пипетки при температуре 18–20 °С, стараясь не задеть стенки пикнометра, не допуская возникновения пузырьков. Пикнометр закрывают пробкой, погружают до горловины в термостат или баню с температурой 20 °С и выдерживают до тех пор, пока уровень испытуемого продукта не перестанет изменяться (как правило не менее 30 мин). Избыток продукта отбирают пипеткой или фильтровальной бумагой. Уровень продукта в пикнометре устанавливают по верхнему краю мениска. Пикнометр с испытуемым нефтепродуктом вынимают из бани, охлаждают при температуре, которая немного ниже заданной температуры, тщательно вытирают снаружи, удаляют статическое электричество и взвешивают с указанной выше погрешностью.

Проведение испытания для твердых и вязких нефтепродуктов. Пикнометр с установленным «водным числом» взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, заполняют (примерно наполовину) нагретым до 50–60 °С вязким испытуемым продуктом так,

чтобы продукт не попал на стенки пикнометра, нагревают до 90 ± 10 °С (в зависимости от вязкости продукта) в течение 20–30 мин для удаления пузырьков воздуха и дают ему охладиться в термостате или водяной бане до температуры 20 °С. При определении плотности твердого продукта пикнометр заполняют (примерно наполовину) мелкими кусочками продукта и затем помещают в термостат при температуре на 10 °С выше его температуры плавления, но не ниже 100 °С для удаления воздуха и полного расплавления.

Когда пикнометр частично (примерно наполовину) заполнен, нагрет и охлажден до температуры, близкой к 20 °С, его взвешивают с погрешностью не более 0,0005 г.

В пикнометр с испытуемым продуктом наливают свежeproкипяченную дистиллированную воду, вытесняя таким образом воздух, воздушные пузырьки снимают тонкой проволокой. Заполненный пикнометр погружают до горловины в баню (или термостат) при 20 °С или другой заданной температуре и выдерживают не менее 30 мин, пока все воздушные пузырьки не выйдут на поверхность и уровень жидкости в пикнометре не установится. Затем пикнометр закрывают крышкой (пробкой), вынимают из бани и охлаждают до температуры, которая немного ниже температуры испытания. Сухой мягкой тканью с поверхности пикнометра снимают остатки воды и нефтепродукта, удаляют статическое электричество и взвешивают с погрешностью не более 0,0005 г.

Обработка результатов

Вычисление плотности жидких нефтепродуктов. Если температура определения одинакова с температурой определения водного числа, то плотность вычисляют по формуле

$$\rho_t = \frac{(m_t - m_0) \cdot \rho_c}{(m_c - m_0)} + C;$$

если отличается, то по формуле

$$\rho_t = \left[\frac{(m_t - m_0) \cdot \rho_c}{(m_c - m_0)} + C \right] \left[\frac{1}{1 - \alpha(t_c - t_t)} \right],$$

где ρ_t – плотность образца при температуре определения, кг/м³;

ρ_c – плотность воды при температуре определения водного числа (таблица 2), кг/м³;

m_0 – масса пустого пикнометра на воздухе, г;

m_c – масса пикнометра с водой на воздухе при температуре определения водного числа, г;

m_t – масса пикнометра с образцом на воздухе при температуре испытания, г;

C – поправка на давление воздуха (таблица 3);

t_c – температура, при которой определяется водное число, °С;

t_t – температура, при которой проводится испытание, °С;

α – коэффициент объемного расширения стекла, из которого изготовлен пикнометр; коэффициент объемного расширения боросиликатного стекла – $10 \cdot 10^{-6}$ °С⁻¹, коэффициент расширения для пикнометров из натриевого стекла – $25 \cdot 10^{-6}$ °С⁻¹.

Вычисление плотности твердых и вязких нефтепродуктов. Если температура определения одинакова с температурой определения водного числа, то плотность вычисляют как

$$\rho_t = \frac{(m_1 - m_0) \cdot \rho_c}{(m_c - m_0 - m_2 + m_1)} + C;$$

если температура определения отличается от температуры определения водного числа, то по формуле

$$\rho_t = \left[\frac{(m_1 - m_0) \cdot \rho_c}{(m_c - m_0 - m_2 + m_1)} + C \right] \left[\frac{1}{1 - \alpha(t_c - t_1)} \right],$$

где m_1 – масса пикнометра в воздухе, частично наполненного твердым или вязким образцом, г;

m_2 – масса пикнометра с образцом в воздухе, наполненного водой при температуре t_t , г.

Таблица 2. – Плотность воды, из которой удален воздух, при температуре определения, г/см³

°C	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
ρ_c	0,9990	0,9989	0,9987	0,9985	0,9984	0,9982	0,9979	0,9977	0,9975	0,9972	0,9970

Поправки рассчитаны на основании стандартной плотности воздуха 1,222 кг/м³ при 15, 56 °C и давлении 101,3 кПа.

Таблица 3. – Значение поправки C

$\frac{m_t - m_0}{m_c - m_0}$	Поправка C, кг/м ³	$\frac{m_t - m_0}{m_c - m_0}$	Поправка C, кг/м ³
0,60	0,48	0,80	0,24
0,61	0,47	0,81	0,23
0,62	0,46	0,82	0,22
0,63	0,44	0,83	0,20
0,64	0,43	0,84	0,19
0,65	0,42	0,85	0,18
0,66	0,41	0,86	0,17
0,67	0,40	0,87	0,16
0,68	0,38	0,88	0,14
0,69	0,37	0,89	0,13
0,70	0,36	0,90	0,12
0,71	0,35	0,91	0,11
0,72	0,34	0,92	0,10
0,73	0,32	0,93	0,08
0,74	0,31	0,94	0,07
0,75	0,30	0,95	0,06
0,76	0,29	0,96	0,05
0,77	0,28	0,97	0,04
0,78	0,26	0,98	0,02
0,79	0,25	0,99	0,01

Примечание. Поправки, приведенные в таблице 3, могут применяться для плотности воздуха от 1,1 до 1,3 кг/м³. Если плотность необходимо выразить в г/см³, то значения поправок следует разделить на 1000.

Прецизионность (точность метода)

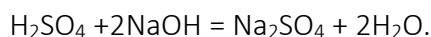
Повторяемость. Два результата определений, полученные одним исполнителем, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,0007 г/см³ для испытуемых продуктов, имеющих плотность 0,7770–0,8920 г/см³.

Воспроизводимость. Два результата испытаний, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (с 95%-ной доверительной вероятностью), если расхождение между ними не превышает 0,001 г/см³ для испытуемых продуктов, имеющих плотность 0,7770–0,8920 г/см³.

Лабораторная работа 7

УСКОРЕННЫЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СЕРЫ В НЕФТИ И НЕФТЕПРОДУКТАХ

Сущность метода заключается в сжигании навески нефтепродукта в струе воздуха при 900–950 °С в кварцевой трубке, улавливании образующихся оксидов серы подкисленным раствором перекиси водорода и объемном определении серы по количеству образовавшейся серной кислоты в поглотительном растворе:



Метод предназначен для определения общей серы в нефтях, маслах и остаточных нефтепродуктах.

Аппаратура, посуда, реактивы

- аппарат для сжигания навески нефтепродукта;
- весы;
- конические колбы вместимостью 250 см³;
- цилиндры мерные 10, 250 см³;
- перекись водорода;
- серная кислота, 0,02н раствор;
- едкий натр, 0,02н раствор;
- смешанный индикатор: 0,2%-ный спиртовой раствор метилового красного и 0,1%-ный спиртовой раствор метиленового синего (1:1);
- вода дистиллированная.

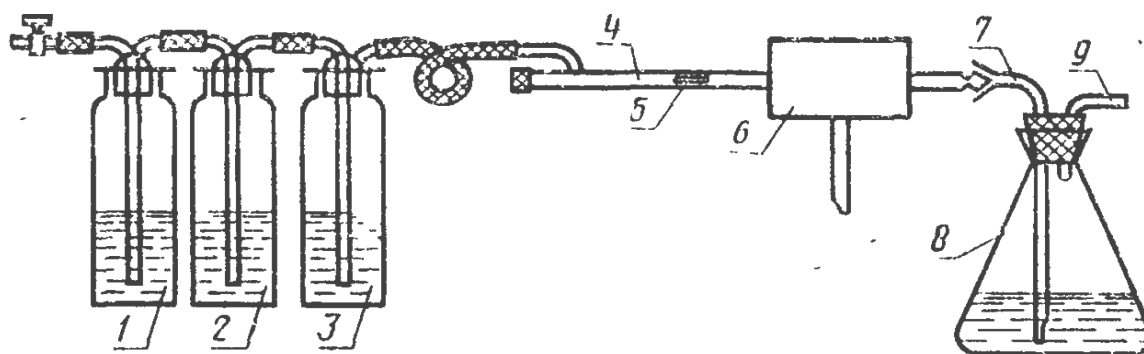
Подготовка к испытанию

Собирают систему (рисунок) для очистки воздуха. Для этого первую склянку заполняют приблизительно наполовину объема 0,1 м раствором марганцовокислого калия, вторую – 40%-ным раствором NaOH и третью ватой и соединяют их последовательно резиновой трубкой. В приемник наливают 150 см³ воды, 5 см³ перекиси водорода и 7 см³ 0,02н раствора серной кислоты.

Приемник закрывают резиновой пробкой, снабженной кварцевым коленом 7 и отводной трубкой 9. Колено присоединяют при помощи шлифа к кварцевой трубке 4, которую устанавливают горизонтально в печи. Другой конец трубки закрывают резиновой пробкой и через боковой отросток присоединяют к очистительной системе.

Отводную трубку приемника соединяют с водоструйным насосом для создания потока воздуха в системе. Перед проведением анализа собранный аппарат проверяют на герметичность.

Для этого пускают водоструйный насос, через всю систему просасывают воздух и закрывают кран 10 на отводной трубке очистительной системы, при этом не должно появляться пузырьков воздуха в приемнике и очистительной системе. В случае негерметичности системы все места соединений обрабатывают мыльной водой, находят место пропуска и устраняют его.



1 – склянка с марганцовокислым калием; 2 – склянка с 40%-ным раствором NaOH;
3 – склянка с гигроскопической ватой; 4 – кварцевая трубка; 5 – лодочка; 6 – электропечь;
7 – кварцевое колено; 8 – приемник; 9 – отводная трубка; 10 – кран

Рисунок. – Прибор для определения содержания серы

Проведение испытания

Анализируемый нефтепродукт взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г в фарфоровой или кварцевой лодочке, равномерно распределив его по всей лодочке. Если в анализируемом нефтепродукте содержится более 5% серы, то его предварительно разбавляют медицинским или любым другим маловязким минеральным маслом, проверенным на отсутствие серы так, чтобы содержание серы не превышало 5%.

Лодочку помещают в кварцевую трубку перед входом в печь. Трубку быстро закрывают пробкой, включают печь и начинают пропускать через систему воздух. Сожжение нефтепродукта проводят при 900–950 °С в течение 30–40 мин, а для продуктов, содержащих 50% и более ароматических соединений, в течение 50–60 мин, постепенно передвигая трубку с лодочкой вдоль печи, не давая продукту воспламениться. После этого трубку с лодочкой помещают в центральную, наиболее раскаленную, часть печи, где ее прокалывают еще в течение 15 мин. После окончания сжигания трубку с лодочкой постепенно отодвигают в обратном направлении, отсоединяют приемник от трубки. Содержимое приемника титруют 0,02н раствором NaOH в присутствии 8 капель смешанного индикатора до перехода фиолетовой окраски раствора в ярко-зеленую.

После проведения испытания растворы сливаются в раковину, посуда тщательно моется и сушится, бюретка заполняется дистиллированной водой.

Обработка результатов

Массовую долю серы (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{16 \cdot N \cdot (V_1 - V_0) \cdot 100}{1000 \cdot m_2},$$

где V_0 – объем раствора NaOH, израсходованный на титрование контрольного опыта, см³;
 V_1 – объем раствора NaOH, израсходованный на титрование после сжигания нефтепродукта, см³;

N – нормальность раствора NaOH, (г-экв./дм³);

16 – эквивалентная масса серы, г;

m_2 – масса нефтепродукта, взятого на анализ, г.

При разбавлении нефтепродукта маслом массовую долю серы (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{16 \cdot N \cdot (V_1 - V_0) \cdot 100 \cdot m_3}{1000 \cdot m_4 \cdot m_5},$$

где m_3 – суммарная масса медицинского масла и продукта, взятого на разбавление, г;
 m_4 – масса высокосернистого продукта, взятого на разбавление, г;
 m_5 – масса смеси, взятой на анализ, г.

Прецизионность (точность метода)

Повторяемость. Результаты определения, полученные последовательно одним лаборантом, признаются достоверными (при доверительной вероятности 95%), если расхождение между ними не превышает значения, указанные в таблице.

Воспроизводимость. Результаты анализа, полученные в двух разных лабораториях, признаются достоверными (при доверительной вероятности 95%), если расхождение между ними не превышает значения, указанные в таблице.

Массовая доля серы, %	Сходимость, %	Воспроизводимость, %
До 1,0	0,05	0,20
Свыше 1,0 до 2,0	0,05	0,25
« 2,0 « 3,0	0,10	0,30
« 3,0 « 5,0	0,10	0,45

Лабораторная работа 8

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДАВЛЕНИЯ НАСЫЩЕННЫХ ПАРОВ ЛЕГКИХ НЕФТЕПРОДУКТОВ

Для индивидуальных жидких веществ давление насыщенного пара, т.е. пара, находящегося в равновесии с жидкостью, – физическая константа, зависящая только от молекулярных свойств данной жидкости и от температуры. Для жидкостей неоднородного состава, таких как бензины, давление насыщенных паров при данной температуре является сложной функцией состава бензина и зависит от объема пространства, в котором находится паровая фаза. Это объясняется тем, что при разных объемах будет испаряться, т.е. переходить в паровую фазу, разное количество компонентов с наибольшим давлением пара, и, следовательно, состав жидкой фазы будет также различным. Таким образом, для каждого соотношения жидкой и паровой фаз равновесие паров будет устанавливаться с жидкостью разного состава, что и повлияет на величину давления насыщенного пара. Поэтому для получения сравнимых результатов практических определений это необходимо учитывать и поддерживать соотношение паровой и жидкой фаз постоянным, т.е. проводить определения в стандартной аппаратуре.

Давление насыщенных паров авиационных и автомобильных топлив, а также топлива Т-2 является техническим показателем этих топлив. Его нижний предел характеризует наличие пусковых фракций (нормируется только для авиационных бензинов), а верхний позволяет судить о физической стабильности данного топлива и о возможности возникновения газовых пробок.

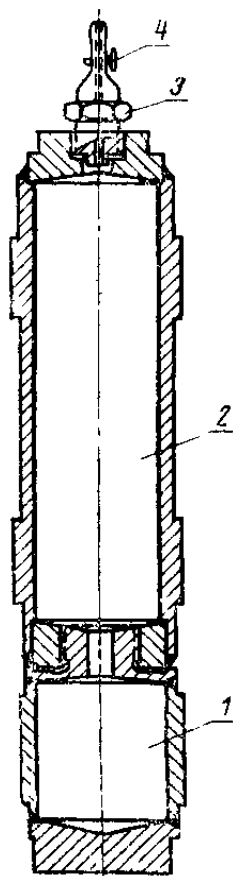
Определение давления насыщенных паров моторных топлив проводится при 38 °С в герметичном стандартном металлическом аппарате (бомбе Рейда) при соотношении жидкой и паровой фаз 1:4 путем замера давления по манометру.

Аппаратура, посуда, реактивы

- термостат;
- бомба Рейда;
- коническая колба на 250 см³;
- ледяная баня;
- секундомер;
- ацетон.

Проведение испытания

Испытание проводится в бомбе Рейда (рисунок). Прибор состоит из металлической цилиндрической топливной камеры 1 и металлической цилиндрической воздушной камеры 2, соединяемых с помощью резьбы. Оба доньшка воздушной камеры и верхнее доньшко топливной камеры слегка выпуклы с внутренней стороны для лучшего стока жидкости. Отношение объема воздушной камеры к объему топливной камеры может колебаться от 3,8 до 4,2.



1 – топливная камера; 2 – воздушная камера; 3 – ниппель; 4 – наконечник

Рисунок. – Прибор для определения давления насыщенных паров

Непосредственно перед испытанием воздушную камеру с присоединенным манометром погружают в водяную баню с температурой 37,8 °С на глубину не менее 25 мм от верхней части камеры и выдерживают не менее 10 мин. Топливную камеру и испытуемую пробу (в колбе) погружают в охлаждающую баню на время, достаточное для охлаждения камеры и пробы до температуры 0–1 °С. После достижения необходимой температуры топливную камеру до краев наполняют пробой. Вынимают воздушную камеру из водяной бани с температурой 37,8 °С и соединяют за возможно короткий период времени с топливной камерой. Полная сборка аппаратуры после наполнения топливной камеры должна быть произведена не более чем за 20 с. Собранный аппарат для определения давления насыщенных паров переворачивают вверх дном для переливания пробы из топливной камеры в воздушную и энергично встряхивают в направлении, параллельном оси аппарата. Аппарат погружают в баню, отрегулированную до температуры 37,8 °С, в наклонном положении так, чтобы переходник топливной и воздушной камер располагался ниже уровня воды в бане и можно было бы определить утечку. Если утечки не наблюдается, аппарат погружают не менее чем на 25 мм выше верхней части воздушной камеры. За утечкой из аппарата наблюдают в течение всего испытания. Если в течение испытания обнаруживают утечку, пробу отбрасывают и испытание проводят на свежей пробе. Выдерживают собранный аппарат в погруженном состоянии в течение 5 мин,

слегка постукивая манометр, и снимают показание. Во избежание охлаждения как можно быстрее вынимают аппарат из бани, опрокидывают, энергично встряхивают и снова помещают в баню. Для обеспечения условий равновесия повторяют перемешивание и снимают показания прибора не менее пяти раз через две минуты, пока два последовательных показания не будут идентичны.

После того как показания манометра перестанут изменяться (на это обычно требуется до 20–30 мин), отмечают показания манометра как «неисправленное давление насыщенных паров» испытуемого топлива.

После проведения испытания отключают термостат, бомбу Рейда разбирают, исследуемый нефтепродукт охлаждают и сливают в слив.

Обработка результатов

Для вычисления давления насыщенных паров испытуемого топлива в последнее показание манометра – «неисправленное давление насыщенных паров» – вносят поправку (ΔP) на изменение давления насыщенных паров воды и воздуха в воздушной камере, вызванное различием между исходной температурой воздуха и температурой бани.

Поправку ΔP вычисляют по формуле

$$\Delta P = \frac{(P_a - P_t)(t - 38)}{273 + t} - (P_{38} - P_t),$$

где t – исходная температура воздуха, °С;

P_t – давление насыщенных паров воды, кПа при t° ;

P_{38} – давление насыщенных паров воды в кПа при 38°С;

P_a – барометрическое давление в месте, где проводилось испытание, кПа.

$$P_{исп} = P_{оп} + \Delta P,$$

В таблице 1 приведены поправки ΔP , вычисленные по формуле, указанной выше.

Таблица 1. – Значение поправки ΔP

Исходная температура воздуха, °С	Поправка при барометрическом давлении, кПа										
	101,3	100,0	98,7	97,3	96,0	93,3	90,7	88,0	85,3	82,7	80,0
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
10	-15,3	-15,7	-15,5	-15,3	-15,2	-14,9	-14,7	-14,4	-14,1	-13,9	-13,6
11	-15,3	-15,2	-15,1	-14,9	-14,8	-14,5	-14,3	-14,0	-13,7	-13,5	-13,2
12	-14,4	-14,3	-14,1	-14,0	-13,9	-13,6	-13,3	-13,2	-12,9	-12,7	-12,4
13	-13,9	-13,7	-13,6	-13,5	-13,3	-13,2	-12,9	-12,7	-12,4	-12,3	-12,0
14	-13,3	-13,2	-13,2	-13,1	-12,9	-12,7	-12,5	-12,3	-12,0	-11,9	-11,6
15	-13,0	-12,8	-12,7	-12,5	-12,4	-12,3	-12,0	-11,9	-11,6	-11,3	-11,2
16	-12,4	-12,3	-12,1	-12,1	-12,0	-11,7	-11,6	-11,3	-11,2	-10,9	-10,8
17	-11,9	-11,7	-11,7	-11,6	-11,5	-11,3	-11,1	-10,9	-10,8	-10,5	-10,4

Окончание таблицы 1

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
18	-11,3	-11,3	-11,2	-11,1	-11,1	-10,8	-10,7	-10,5	-10,3	-10,1	-9,9
19	-10,9	-10,8	-10,7	-10,7	-10,5	-10,4	-10,1	-10,0	-9,9	-9,7	-9,5
20	-10,4	-10,3	-10,3	-10,1	-10,0	-9,9	-9,7	-9,6	-9,3	-9,2	-9,1
21	-9,9	-9,7	-9,7	-9,6	9,5	-9,3	-9,2	-9,1	-8,9	-8,8	-8,7
22	-9,3	-9,2	-9,2	-9,1	-9,1	-8,8	-8,8	-8,7	-8,4	-8,3	-8,1
23	-8,8	-8,8	-8,7	-8,7	-8,5	-8,4	-8,3	-8,1	-8,0	-7,9	-7,7
24	-8,3	-8,3	-8,1	-8,1	-8,0	-7,9	-7,7	-7,6	-7,5	-7,3	-7,3
25	-7,7	-7,7	-7,6	-7,6	-7,5	-7,3	-7,3	-7,2	-7,1	-6,9	-6,8

Прецизионность (точность метода)

Повторяемость. Расхождение между результатами последовательных испытаний, полученными одним и тем же оператором на одной и той же аппаратуре при постоянных условиях на идентичном испытуемом материале в процессе длительной работы при нормальном и правильном выполнении метода испытания, может превышать значения, указанные в таблице 2, только в одном случае из двадцати.

Таблица 2

Испытуемый нефтепродукт	Диапазон измерения, кПа	Повторяемость, кПа
Бензин	35–100	3,2
Прочие нефтепродукты	>180	2,8

Воспроизводимость. Расхождение между двумя единичными и независимыми результатами испытаний, полученными разными операторами в разных лабораториях на идентичном испытуемом материале в процессе длительной работы при нормальном и правильном выполнении метода испытания, может превышать значения, указанные в таблице 3, только в одном случае из двадцати.

Таблица 3

Испытуемый нефтепродукт	Диапазон измерения, кПа	Повторяемость, кПа
Бензин	35–100	5,2
Прочие нефтепродукты	>180	4,9

Лабораторная работа 9

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФРАКЦИОННОГО СОСТАВА СВЕТЛЫХ НЕФТЕПРОДУКТОВ

В технических условиях на авиационные и автомобильные бензины, на авиационные, тракторные и осветительные керосины, на дизельные топлива и на растворители одним из важнейших показателей является фракционный состав. Обычно для этих нефтепродуктов при проведении разгонки в стандартных условиях нормируются: температура начала кипения, температуры, при которых отгоняется 10, 50, 90 и 97,5% от загрузки, а также процент остатка и иногда температура конца кипения.

Температура начала кипения и особенно температура выкипания 10% топлива (t_{10}) характеризует его пусковые свойства. Чем ниже эта температура, тем, следовательно, больше в топливе легкоиспаряющихся веществ и тем легче и при более низкой температуре можно запустить холодный двигатель.

Температура выкипания 50% (t_{50}) оказывает решающее влияние на быстроту прогрева запущенного на холоду двигателя и на соответствующий расход топлива. С понижением t_{50} прогрев ускоряется, а расход топлива на него снижается.

Не меньшее значение имеет и полнота испарения топлива, что по данным стандартной разгонки хорошо характеризуется температурами выкипания 90, 97–98% и конца кипения. При повышении этих температур уменьшается полнота испарения топлива, что влечет за собой неравномерность в его распределении по цилиндрам двигателя, разжижение смазки, увеличение расхода топлива и масла и, в конечном итоге, ускоряет износ двигателя.

Определение фракционного состава проводится при атмосферном давлении в простых перегонных аппаратах, не снабженных ректифицирующими устройствами.

Аппаратура, посуда, реактивы

- колба нагретель;
- колба круглодонная вместимостью 500 см³;
- насадка;
- цилиндр мерный на 100 см³;
- термометр с градуировкой от 0 до 360 °С;
- нефтепродукт.

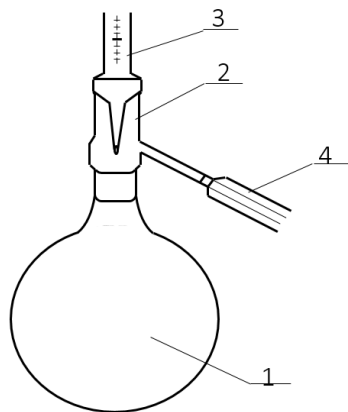
Проведение испытания

В чистую сухую колбу с помощью мерного цилиндра наливают 100 см³ испытуемого нефтепродукта. Собирают прибор, как показано на рисунке. При этом ось термометра должна совпадать с осью шейки колбы, а верх ртутного шарика находиться на уровне нижнего края отводной трубки в месте ее припая.

После сборки прибора начинают равномерно нагревать колбу. Нефтепродукт испаряется, конденсируется в холодильнике и поступает в мерный цилиндр.

Для соблюдения стандартных условий разгонки необходимо регулировать нагрев таким образом, чтобы от начала нагрева до падения первой капли дистиллята в приемник прошло не менее 5 и не более 10 мин (для керосинов и легких дизельных фракций 10–15 мин).

Температуру, при которой в мерный цилиндр падает первая капля, отмечают как температуру начала кипения.



1 – колба круглодонная; 2 – насадка; 3 – термометр; 4 – холодильник

Рисунок. – Прибор для определения фракционного состава

Дальнейшая интенсивность нагрева должна обеспечивать равномерную скорость перегонки с отбором 4–5 см³ дистиллята в 1 мин, что примерно соответствует 20–25 каплям в 10 с. Фиксируют температуры отбора каждые 10 мл (10%). В случае определения фракционного состава бензина отмечают также объем дистиллята при 70, 100 и 180 °С. После отгона 90% нагрев регулируется так, чтобы до конца перегонки, т.е. до выключения нагрева, прошло от 3 до 5 мин. При перегонке керосинов и легкого дизельного топлива после отгона 95% нагрев не усиливают, но отмечают время до конца перегонки – оно не должно превышать 3 мин. Обогрев выключают в тот момент, когда в мерном цилиндре объем станет равным высшему нормируемому проценту отгона (97,5, 98% и т.п.) для данного нефтепродукта. Если же нормируется температура конца кипения, то нагрев ведут до тех пор, пока ртутный столбик термометра не остановится на некоторой высоте, а после этого не начнет опускаться.

Температуру остановки принимают за температуру конца кипения нефтепродукта.

Обработка результатов

По данным, полученным опытным путем, строится график зависимости объема дистиллята в процентах от температуры выкипания фракций.

Если перегонка ведется при барометрическом давлении выше 103 или ниже 100 кПа, то в показания термометра вводят поправку, рассчитанную по формуле

$$B = 0,00012(760 - p)(273 + t),$$

где p – барометрическое давление во время перегонки, кПа;
 t – температура, показанная термометром, °С.

Поправка B прибавляется к показаниям термометра при барометрическом давлении ниже 100 кПа и вычитается при барометрическом давлении выше 103 кПа.

Прецизионность (точность метода)

Для двух параллельных разгонок допускаются следующие расхождения: для температуры начала перегонки 4 °С; для конечных и промежуточных точек фракционного состава 2 °С и 1 мл; для остатка 0,2 мл.

Лабораторная работа 10

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ЗАСТЫВАНИЯ НЕФТЕПРОДУКТОВ

Для характеристики низкотемпературных свойств нефтепродуктов введены следующие показатели: для нефти, нефтяных масел, дизельных и котельных топлив – температура застывания; для карбюраторных, реактивных и дизельных топлив – температура помутнения; для карбюраторных и реактивных топлив, содержащих ароматические углеводороды, – температура начала кристаллизации.

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

Температура застывания нефтепродукта не является физической константой, а представляет собой определенную техническую характеристику, по которой судят об эксплуатационных свойствах данного нефтепродукта. Эта характеристика имеет большое практическое значение при всех товарно-транспортных операциях при низких температурах, а также при использовании нефтепродуктов в зимних условиях.

Застывание нефти и нефтепродуктов вызывается резким увеличением вязкости при низких температурах, а также наличием в них растворенных твердых парафинов и церезинов, которые постепенно, в зависимости от температуры их плавления и растворимости, переходят при охлаждении в твердое состояние и образуют кристаллическую решетку, внутри которой удерживаются загустевшие углеводороды. Зная температуру застывания, можно иметь некоторое суждение о количественном содержании парафина в продукте. Чем больше содержание парафина, тем выше температура застывания.

Температурой помутнения называется та температура, при которой топливо начинает мутнеть. По этому показателю судят о гигроскопичности карбюраторных и реактивных топлив и о возможности выпадения кристалликов льда, засоряющих топливоподающую систему, что чрезвычайно опасно для эксплуатации авиадвигателей. Гигроскопичность топлива повышается при увеличении содержания в нем ароматических углеводородов, которые специально добавляются к авиационным бензинам и входят, как правило, в небольших количествах в состав топлив для воздушно-реактивных двигателей.

При понижении температуры растворимость воды в углеводородном топливе уменьшается, поэтому часть воды, захваченной топливом из воздуха, начинает выделяться в виде мельчайших капелек, и топливо мутнеет. Чем больше топливо содержало растворенной воды, т.е. чем более оно гигроскопично, тем при более высокой температуре оно начинает выделять воду, т.е. мутнеть.

Аппаратура, посуда, реактивы

- аппарат АТЗ-70-ПХП с электрокабелем питания в сборе;
- кольца (уплотнители) резиновые;
- пробки с отверстием для термометра;
- 2 комплекта испытательных пробирок в составе:
 - внутренняя пробирка с риской ГОСТ 20287-4;
 - внешняя цилиндрическая муфта с притертым горлом – 1 шт.;
- термометр ТН-8М (-80...+60) °С или аналогичный;
- водяная баня;
- спирт этиловый.


Подготовка к испытанию

Аппарат устанавливают в лабораторном помещении на ровной поверхности (лабораторном столе). Перед началом работы необходимо ознакомиться с работой термоконтроллера.


Описание работы термоконтроллера:

Табло с измеряемым значением параметра.

Табло с установленным значением параметра.

Клавиша программирования и установки параметров – ().

Клавиша корректировки значения температуры – (+) ().

Клавиша корректировки значения температуры – (-) ().

Проведение испытания

При определении низкотемпературных характеристик ниже 0 °С во внутреннюю цилиндрическую пробирку с риской наливают исследуемую пробу нефтепродукта, а между внутренней и внешней пробирками – небольшое количество этанола, для ускорения охлаждения, при этом уровень этанола должен быть выше уровня пробы во внутренней пробирке. Плотнo закрывают сдвоенную испытательную пробирку с предварительно надетой резиновой пробкой, устанавливают в нее контрольный термометр, на гнездо бани надевают резиновое уплотнительное кольцо. В свободном гнезде при одиночном тесте также должна быть установлена пустая испытательная пробирка с пробкой и уплотнительным кольцом. Далее производят установку требуемой температуры на термоконтроллере. Устанавливают переключатель охлаждения в положение ВКЛ. и начинают процесс охлаждения. В течение приблизительно 5–7 мин происходит процесс подготовки и начала охлаждения, далее температура бани начинает плавно и быстро понижаться. Когда температура охлаждающей бани достигнет требуемой, установленной на табло термоконтроллера, автоматика плавными колебаниями температуры начинает ее стабилизацию, колебания постепенно уменьшаются, и приблизительно через 5–10 мин после начала процесса температура стабилизируется. Анализ испытуемого образца следует начинать после установления в испытательной пробирке температуры, отвечающей требованиям испытания.

Нефтепродукты, имеющие температуру застывания выше плюс 33 °С, нагревают в водяной бане без перемешивания до 45 °С или до температуры, которая приблизительно на 9 °С выше предполагаемой температуры застывания, в зависимости от того, которая из этих температур выше.

Нефтепродукты, имеющие температуру застывания от плюс 33 °С до минус 33 °С, нагревают без перемешивания до температуры 45 °С на водяной бане, имеющей температуру 48–49 °С. Охлаждают образец на воздухе или в водяной бане, имеющей температуру 25±1 °С.

Обработка результатов

За температуру застывания испытуемого нефтепродукта принимают среднее арифметическое двух параллельных определений. Расхождения между результатами параллельных определений не должны превышать 2 °С.

Лабораторная работа 11

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕПЛОТВОРНОЙ СПОСОБНОСТИ РАСЧЕТНЫМ СПОСОБОМ

На практике и в технике при оценке топлив пользуются термином «теплотворная способность», подразумевая под этим количество теплоты, выделяемой при полном сгорании единицы массы или объема топлива. Эта величина, указывающая на содержание тепловой энергии, характеризует качество топлива.

Различают высшую и низшую теплотворные способности нефтепродуктов (топлив). Высшая теплотворная способность отличается от низшей на величину теплоты полной конденсации водяных паров, образующихся при сгорании углеводородов. На практике приходится иметь дело с низшей теплотворной способностью, т.к. при сжигании топлива вся вода, находящаяся в нем как таковая или образующаяся при горении, превращается в пар, который уходит в трубу вместе с дымовыми газами. Таким образом, теплота, затраченная на превращение этой воды в пар, будет потеряна.

Теплотворная способность топлива может быть определена двумя способами:

- по теоретическим или по эмпирическим формулам;
- экспериментально – сжиганием в калориметрической бомбе.

В нефтяной практике большее распространение получили эмпирические формулы, в которых теплотворная способность выражается как функция плотности. Из числа эмпирических наибольшее распространение получила формула Крэга:

$$Q_v = 4,19 \cdot (12400 - 2100\rho^2) \text{ (кДж/кг)},$$

$$Q_n = 4,19 \cdot (11088 + 757\rho - 2100\rho^2) \text{ (кДж/кг)},$$

где ρ – относительная плотность топлива, (ρ_{15}^{15}).

Формулы применимы для нефтяных топлив с плотностью от 0,510 до 0,990 и дают расхождения с опытными данными до 3%.

Лабораторная работа 12

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЭФФИЦИЕНТА ФИЛЬТРУЕМОСТИ ДИЗЕЛЬНОГО ТОПЛИВА

Этот показатель определяет эффективность и надежность работы двигателя, особенно его топливной аппаратуры. Для плунжеров и гильз топливных насосов зазоры составляют 1,5–4,0 мкм. Частицы загрязнений, размер которых >4,0 мкм, вызывают повышенный износ деталей топливной аппаратуры, что предопределяет и соответствующие требования к очистке топлива.

Чистоту топлива оценивают коэффициентом фильтруемости, который представляет собой отношение времени фильтрования через фильтр из бумаги БФДТ при атмосферном давлении десятой порции фильтруемого топлива к первой. На фильтруемость топлив влияет наличие воды, механических примесей, смолистых веществ, мыл нафтеновых кислот. В товарных дизельных топливах содержится в основном растворенная вода от 0,002 до 0,008%, которая не влияет на коэффициент фильтруемости. Нерастворенная в топливе вода (0,01% и более) приводит к повышению коэффициента фильтруемости. Однако влияние этого фактора неоднозначно, присутствие в топливе поверхностно-активных веществ (мыл нафтеновых кислот, смолистых и сероорганических соединений) усугубляет отрицательное влияние эмульсионной воды на фильтруемость топлив. Достаточно (15–20)10⁻⁴% мыл нафтеновых кислот, образующихся при защелачивании топлив, чтобы коэффициент фильтруемости повысился с 2 до 4–5.

Содержание механических примесей в товарных дизельных топливах, выпускаемых нефтеперерабатывающими предприятиями, составляет 0,002–0,004%. Это количество не отражается на коэффициенте фильтруемости при исключении других отрицательных факторов. Коэффициент фильтруемости дизельных топлив, отправляемых с предприятий, находится в пределах 1,5–2,5.

Аппаратура, посуда, реактивы

- прибор для определения коэффициента фильтруемости (рисунок);
- цилиндр мерный 50 см³;
- стакан стеклянный 100 см³;
- петролейный эфир.

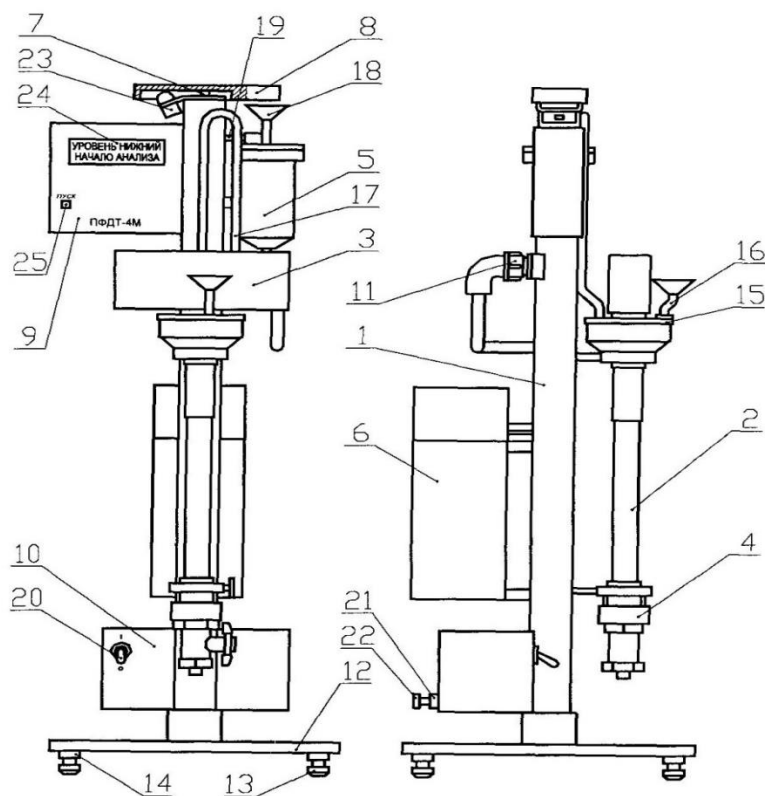
Подготовка к испытанию

Для определения коэффициента фильтруемости топлива пробу тщательно перемешивают в течение 2–3 мин и отбирают 100 см³ в стеклянную посуду. Перед испытанием пробу топлива выдерживают при температуре испытания (температура окружающей среды).

Проведение испытания

Включают аппарат, устанавливая переключатель 20 в положение «I», устанавливают рычаг 8 в вертикальное положение и медленно заливают 45 см³ дизельного топлива через воронку 18 в дозирующую емкость 5. После этого переводят рычаг 8 в горизонтальное положение. Затем заливают 50 см³ дизельного топлива тонкой струйкой через

воронку 16 в измерительную трубку до тех пор, пока в верхней строке индикатора не появится запись «УРОВЕНЬ ВЕРХНИЙ», а в нижней строке – «120 с». По истечении 120 с должен прозвучать звуковой сигнал. После этого нажимают кнопку «ПУСК», открывают кран и аппарат начинает работу в автоматическом режиме. Затем в нижней строке индикатора должна появиться запись «ОПРЕДЕЛЕНИЕ T1». Таким образом происходит измерение времени фильтрации первых 2 см³ топлива. После окончания фильтрации первых 2 см³ топлива автоматически идет подача дополнительной порции топлива для фильтрации из дозирующей емкости в измерительную трубку, при этом в верхней строке индикатора появляется запись «УРОВЕНЬ ВЕРХНИЙ», а в нижней строке – «ФИЛЬТРАЦИЯ 45 куб». После окончания фильтрации вторых 2 см³ в нижней строке индикатора появиться запись «АНАЛИЗ ОКОНЧЕН» и прозвучат три звуковых сигнала. Затем в верхней строке индикатора появится запись значения величины коэффициента фильтруемости испытываемого топлива «К» и время фильтрации первых 2 см³ топлива «T1», а в нижней строке индикатора – время фильтрации вторых 2 см³ топлива «T2». За результат измерения принимают отношение времени истечения последних 2 мл топлива к первым.



1 – штатив; 2 – измерительная трубка; 3 – датчик уровня; 4 – узел фильтра; 5 – емкость дозирующая; 6 – нагреватель; 7 – клапан; 8 – рычаг; 9 – блок управления; 10 – блок питания; 11 – штепсельный разъем; 12 – плита; 13, 14 – регулировочные винты и гайки; 15 – крышка; 16 – воронка; 17 – сифонная трубка; 18 – воронка; 19 – шланг; 20 – переключатель; 21 – держатель предохранителя; 22 – зажим заземления; 23 – микропереключатель; 24 – строчечный индикатор; 25 – кнопка «ПУСК»

Рисунок. – Прибор для определения коэффициента фильтруемости

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Прецизионность (точность метода)

Допускаемые расхождения между двумя параллельными определениями не должны превышать 10% от величины меньшего результата.

Контрольные вопросы

К лабораторной работе «Определение фракционного состава светлых нефтепродуктов»

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 фракции отбираются при определении фракционного состава моторных топлив?
5. Какие эксплуатационные свойства топлив тесно связаны с данными фракционного состава?
6. Какой метод позволяет наиболее четко разделять компоненты нефти по фракциям в зависимости от температур кипения?
7. Какой метод разделения нефти позволяет получить сведения о количестве фракций, выкипающих при температурах выше 320–350 °С?
8. Какими температурами характеризуется фракция нефти?
9. Что такое кривая ИТК?

К лабораторной работе «Определение плотности нефти и нефтепродуктов»

1. Что такое относительная плотность? В каких единицах она измеряется?
2. Что учитывает температурная поправка при пересчете плотности с одной температуры на другую?
3. Как плотность зависит: а) от температуры; б) присутствия углеводородов разветвленного строения; в) присутствия ароматических углеводородов?
4. Можно ли для расчета плотности смеси нефтепродуктов воспользоваться свойством аддитивности?
5. Учитывается ли плотность при расчетах за поставку нефтепродуктов?

К лабораторной работе «Определение кинематической вязкости нефтепродуктов»

1. Какие жидкости называются ньютоновскими жидкостями?
2. Что такое динамическая и кинематическая вязкость?
3. Что такое условная вязкость?
4. Что такое структурная вязкость? Основные причины ее проявления.
5. Как и почему меняется вязкость при повышении температуры?
6. Перечислите единицы измерения динамической и кинематической вязкости.
7. В каких единицах измеряется условная вязкость?
8. Приведите примеры практического значения вязкости как одного из важнейших свойств жидкостей.
9. Почему при определении вязкости уровень жидкости в термостате должен быть выше уровня жидкости в вискозиметре?

К лабораторной работе «Определение содержания воды в нефти»

1. В каком количестве допускается присутствие воды в моторных топливах и маслах?
2. В чем состоит отрицательное влияние содержания воды в топливах на их эксплуатационные свойства?

3. Можно ли определить содержание воды в нефтепродукте без добавления растворителя?

4. Какие соли вызывают наиболее сильную коррозию оборудования в процессе первичной переработки нефти?

К лабораторной работе «Определение температуры вспышки нефтепродуктов»

1. Какая связь наблюдается между величиной температуры вспышки и фракционным составом, а также давлением насыщенных паров топлива?

2. Чем отличаются явления вспышки и воспламенения?

3. Почему значение температуры вспышки зависит от скорости нагрева анализируемого нефтепродукта?

4. Как влияют на величину температуры вспышки капли или пленка нефтепродукта, не удаленного с внутренней поверхности тигля (находящегося выше риски)?

5. Почему различаются температуры вспышки одного нефтепродукта в приборах закрытого и открытого типов?

6. В чем заключается различие между явлениями вспышки и воспламенения?

7. Влияют ли скорость нагрева и поверхность испарения на величину температуры вспышки?

8. Какие требования предъявляются к аппаратам и трубопроводам, в которых обращаются взрыво- и пожароопасные продукты?

К лабораторной работе «Определение давления насыщенных паров»

1. В чем заключается сущность метода определения содержания ненасыщенных углеводородов в топливах?

2. Какие эксплуатационные свойства моторных топлив находятся в зависимости от содержания в топливе непредельных углеводородов?

3. Какие показатели используют для характеристики химической стабильности топлив?

4. Какими способами достигается повышение химической стабильности топлив?

5. Для чего при определении йодного числа проводится анализ контрольной пробы?

К лабораторной работе «Определение содержания хлористых солей в нефти»

1. Какие соли относятся к вредным примесям в нефти?

2. Почему необходимо удалять соли из нефти?

3. Какие соли необходимо удалять из нефти?

4. Какие соли, находящиеся в нефти, подвергаются гидролизу?

5. Почему содержание солей в нефти определяется по NaCl?

К лабораторной работе «Ускоренный метод определения серы»

1. Как влияет наличие серы в нефтепродуктах на оборудование при переработке нефти?

2. Что образуется в результате разложения сернистых соединений?

3. Что происходит с H_2S в присутствии H_2O или при повышении температуры в аппаратах при переработке нефтяных фракций?

4. Для чего добавляется H_2O_2 в приемник при определении серы?
5. Какую функцию выполняет раствор H_2SO_4 , добавленный в приемник, при проведении лабораторного анализа?

К лабораторной работе «Определение йодных чисел и содержания непредельных углеводов»

1. Почему для определения содержания непредельных углеводов в нефтепродуктах используется I_2 ?
2. Для чего вода берется в избытке?
3. Можно ли заменить I_2 на какое-нибудь другое вещество?
4. Для чего используется $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$?
5. Для чего добавляется раствор KI ?

К лабораторной работе «Определение температуры застывания нефтепродуктов»

1. Какие характеристики низкотемпературных свойств нефтепродуктов введены для нефти, нефтяных масел, дизельных, котельных, карбюраторных, реактивных топлив?
2. Какие свойства характеризует температура застывания, температура начала кристаллизации?
3. Наличие каких углеводов в нефтепродуктах обуславливает температуру застывания?
4. Какая связь существует между содержанием парафина в нефтепродукте и температурой застывания?
5. О чем можно судить по температуре помутнения?

К лабораторной работе «Определение коэффициента фильтруемости»

1. Что характеризует коэффициент фильтруемости?
2. Что оказывает влияние на фильтруемость топлива?

К лабораторной работе «Определение теплотворной способности расчетным способом»

1. Что такое теплотворная способность?
2. Что характеризует теплотворная способность?
3. Какие теплотворные способности различают?
4. Чем отличается высшая теплотворная способность от низшей?
5. Какую теплотворную способность используют на практике? Почему?

Литература

1. Приходько, А.В. Методы определения воды, содержания воды в нефти и нефтепродуктах в лабораторных условиях : метод. указания к выполнению лабораторной работы / А.В. Приходько. – Хабаровск : Изд. ДВГУПС, 2015.
2. Нефть и нефтепродукты. Метод определения содержания воды : ГОСТ 2477-65. – М. : Изд-во стандартов, 2002.
3. Нефтепродукты. Метод определения температуры вспышки и воспламенения в открытом тигле : ГОСТ 4333-87. – М. : Изд-во стандартов, 1989.
4. Нефтепродукты. Метод определения температуры вспышки в закрытом тигле : ГОСТ 6356-75. – М. : Изд-во стандартов, 2006.
5. Нефтепродукты светлые. Метод определения йодных чисел и содержания непредельных углеводородов : ГОСТ 2070-82. – М.: Изд-во стандартов, 1994.
6. Топлива, смазочные материалы, технические жидкости. Ассортимент и применение. : справ. / И.Г. Анисимов и др. ; под ред. В.М. Школьников. – Изд. 2-е. – М. : Техинформ, 1999.
7. Мановян, А.К. Технология первичной переработки нефти и природного газа : учеб. пособие для вузов / А.К. Мановян. – М. : Химия, 1999.
8. Нефть. Метод определения содержания хлористых солей : ГОСТ 21534-76. – М. : Изд-во стандартов, 2013.
9. Кирсанов, Ю.Г. Анализ нефти и нефтепродуктов / Ю.Г. Кирсанов, М.Г. Шишов, А.П. Коняева. – Екатеринбург : Изд-во Ур. Ун-та, 2016.
10. Нефть и нефтепродукты. Прозрачные и непрозрачные жидкости. Определение кинематической и динамической вязкости : ГОСТ 33-2016. – М. : Изд-во стандартов, 2016.
11. Нефтепродукты. Методы определения плотности : ГОСТ 3900-85. – М. : Изд-во стандартов, 2000.
12. Нефтепродукты темные. Ускоренный метод определения серы : ГОСТ 1437-75. – М. : Изд-во стандартов, 2005.
13. Нефтепродукты. Определение давления насыщенных паров : ГОСТ 1756-2000 (ИСО 3007-99). – М. : Изд-во стандартов, 2006.
14. Нефтепродукты. Методы определения температур текучести и застывания : ГОСТ 20287-91. – М. : Изд-во стандартов, 2006.
15. Нефтепродукты. Методы определения фракционного состава : ГОСТ 2177-99 (ИСО 3405-88). – М. : Изд-во стандартов, 2001.
16. Гуревич, И.Л. Технология переработки нефти и газа. Ч. 1 / И.Л. Гуревич. – М. : Химия, 1980.
17. Топливо дизельное. Метод определения коэффициента фильтруемости : ГОСТ 19006-73. – М. : Изд-во стандартов, 2003.